



RICARDO SILVA DE SOUSA

**PROPRIEDADES DO SOLO E DESENVOLVIMENTO DO
MILHO E FEIJÃO-CAUPI APÓS SETE ANOS DE
APLICAÇÕES CONSECUTIVAS DE LODO DE CURTUME
COMPOSTADO**

**TERESINA-PI
2016**

RICARDO SILVA DE SOUSA

**PROPRIEDADES DO SOLO E DESENVOLVIMENTO DO MILHO E FEIJÃO-CAUPI APÓS
SETE ANOS DE APLICAÇÕES CONSECUTIVAS DE LODO DE CURTUME
COMPOSTADO**

Tese apresentada à Universidade Federal do Piauí, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Agronomia-Agricultura Tropical, para obtenção do título de Doutor em Ciências com área de concentração em Agricultura Tropical.

Orientador
Dr. Ademir Sérgio Ferreira de Araújo

**TERESINA, PI
2016**

FICHA CATALOGRÁFICA
Universidade Federal do Piauí
Biblioteca Setorial do Centro de Ciências Agrárias
Serviço de Processamento Técnico

S725p Sousa, Ricardo Silva de
Propriedades do solo e desenvolvimento do milho e feijão-
caupi após sete anos de aplicações consecutivas de lodo de cur-
tume compostado / Ricardo Silva de Sousa - 2016.
71f.: il.

Tese (Doutorado em Agricultura Tropical) – Universidade
Federal do Piauí, Teresina, 2016
Orientação: Prof.Dr. Ademir Sérgio Ferreira de Araújo

1. Resíduo industrial (compostado) 2. Microbiota do solo.
3. Translocação de cromo I. Título

CDD 631.875

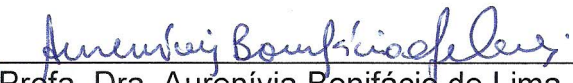
RICARDO SILVA DE SOUSA

**PROPRIEDADES DO SOLO E DESENVOLVIMENTO DO MILHO E FEIJÃO-
CAUPI APÓS SETE ANOS DE APLICAÇÕES CONSECUTIVAS DE LODO
DE CURTUME COMPOSTADO**

Tese apresentada à Universidade Federal do Piauí, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Agronomia- Agricultura Tropical, para obtenção do título de Doutor em ciências com área de concentração em Agricultura Tropical.

APROVADA em 16 de dezembro de 2016.


Comissão Julgadora:



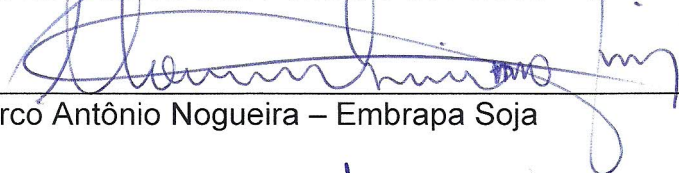
Profa. Dra. Aurenívia Bonifácio de Lima – CCN/UFPI



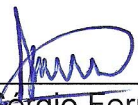
Prof. Dr. Luís Alfredo Pinheiro Leal Nunes – CCA/UFPI



Profa. Dra. Francineuma Ponciano de Arruda – UESPI



Dr. Marco Antônio Nogueira – Embrapa Soja



Prof. Dr. Ademir Sérgio Ferreira de Araújo – CCA/UFPI
(Orientador)

TERESINA-PI

2016

Aos meus pais Antonio Alves e Maria de Lourdes
À minha esposa Diléia Rocha
Ao meu amado filho Felipe

DEDICO

AGRADECIMENTOS

A Deus, pelo dom da vida e por todas as maravilhas que me tens proporcionado;

Ao programa de Pós-Graduação em Agronomia da Universidade Federal do Piauí (UFPI), pela confiança e oportunidade de realização do curso;

Ao professor Dr. Ademir Sérgio Ferreira de Araújo, pela orientação e ensinamentos;

Ao professor Dr. Paul J Van den Brink da Universidade de Wageningen, Holanda, pelo apoio nas avaliações estatísticas;

Ao professor Dr. Wanderley José de Melo da Universidade Estadual Paulista, pelas análises de cromo utilizadas no trabalho;

À Dra. Vilma Maria Santos, pelo apoio nas análises biológicas do solo.

Aos professores do Programa de Pós-graduação em Agronomia (PPGA), pelos ensinamentos transmitidos;

Aos alunos do curso de Graduação em Engenharia Agrônômica da Universidade Federal do Piauí, Antonio Raelson, Francisco Assunção, Hermeson Bezerra, Jessica Beatriz, Leonardo Dias, Rafael Ferro, Rafael Melo e Rafael Soares pela colaboração na execução do experimento;

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

“Aprender é a única coisa que a mente nunca se cansa, nunca tem medo e nunca se arrepende”

Leonardo da Vinci

SUMÁRIO

RESUMO GERAL	vii
ABSTRACT	viii
1 INTRODUÇÃO GERAL	9
2 REFERENCIAL TEÓRICO	11
2.1 Lodo de curtume	11
2.2 A compostagem de lodo de curtume e seu uso agrícola.....	12
2.3 Efeito do cromo nas plantas cultiváveis.....	13
2.4 Efeito do lodo de curtume nos atributos químicos do solo.....	17
2.5 Efeito do lodo de curtume nos atributos biológicos do solo.....	18
3 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	20
CAPÍTULO I – Time-dependent effect of composted tannery sludge on the chemical and microbial properties of soil	27
Abstract	27
Resumo.....	27
1 Introduction.....	28
2 Materials and methods.....	29
3 Results.....	33
3.1 Soil chemical properties.....	33
3.2 Soil microbial properties	35
3.3 Time-dependent effect of CTS on soil properties	38
4 Discussion.....	39
5 Conclusions	43
6 References.....	44
CAPÍTULO II – Crescimento, acúmulo de Cr e produtividade de milho e feijão-caupi após sete anos de aplicações sucessivas de lodo de curtume compostado	49
Resumo.....	49
Abstract	49
1 Introdução	50
2 Material e Métodos	51
3 Resultados e Discussão	55
4 Conclusões	62
5 Referências bibliográficas	63
APÊNDICES/APPENDICES	67

RESUMO GERAL

O lodo de curtume é rico em matéria orgânica e nutrientes que podem nutrir plantas e microrganismos do solo. Entretanto, aplicações sucessivas têm aumentado a concentração de cromo (Cr) no solo. Este comportamento é motivo de preocupação, tendo em vista, que este elemento pode ser absorvido pelas plantas, translocado para as partes comestíveis, e entrar assim, na cadeia trófica. O efeito da aplicação de lodo de curtume compostado (LCC) após sete aplicações sucessivas, foi avaliado nas propriedades químicas e microbianas do solo e no crescimento, produtividade e acúmulo de Cr em plantas de milho e feijão-caupi. O experimento foi instalado em blocos casualizados, com quatro repetições, e os tratamentos consistiram de doses de LCC correspondentes a 0 (controle), 2,5, 5, 10 e 20 Mg ha⁻¹ (base seca). Aos 0, 45, 75, 150 e 180 dias de experimento, avaliou-se o carbono da biomassa microbiana (CBM), a respiração do solo (RS), o quociente metabólico (qCO₂) e microbiano (qmic), a atividade das enzimas desidrogenase, fosfatase e β-glicosidase, bem como o nível de P, K, Ca, Mg, Na, o pH, a condutividade elétrica (CE) e o teor de carbono orgânico total (COT) no solo. Na colheita, selecionou-se 10 plantas de milho (75 dias) e de feijão-caupi (68 dias) para avaliação da matéria seca da parte aérea (MSPA) e de raiz (MSR), produtividade e determinação das concentrações de Cr em diferentes partes das plantas. O fator de translocação (FT) e o fator de bioacumulação (FBA) também foram calculados. Os valores de pH do solo, C orgânico, P, Ca, Mg e Cr aumentaram com o aumento das doses de LCC e diminuíram ao longo do tempo. Do mesmo modo, a biomassa microbiana do solo, β-glicosidase, fosfatase e desidrogenase aumentaram com a aplicação do LCC e reduziram ao longo do tempo. A aplicação do LCC aumentou a MSPA das plantas e a produtividade do milho e feijão-caupi em relação ao controle. Entretanto, não foi observada diferença significativa entre os tratamentos para MSR. Os resultados mostram ainda que as plantas de milho e feijão-caupi apresentam comportamento semelhante quanto a acumulação de Cr nos diferentes compartimentos, com maior bioacumulação nas raízes associada às maiores doses de LCC. Entretanto, divergiram quanto a translocação de Cr nas diversas partes. O milho reduziu a translocação para o grão, enquanto o feijão-caupi aumentou no grão com as maiores doses de LCC. Em síntese, houve efeito significativo do tempo de amostragem e das doses de LCC nas propriedades do solo. Por sua vez, o LCC promove o crescimento e o rendimento das culturas que apresentam diferentes respostas quanto a transferência de cromo para a parte aérea após sete anos de aplicações sucessivas.

Palavras-chave: Resíduo industrial (compostado), microbiota do solo, translocação de cromo.

ABSTRACT

The composted tannery sludge (CTS) presents high amount of organic matter and nutrients that can be supplied to the plants and microorganisms. However, successive applications of CTS have increased the chromium concentration in the soil. This pattern brings concern since this element can be absorbed by plants and translocated into the soil-plant system, thus entering in the food chain. The effect of the application of CTS, after seven years, was evaluated on the chemical and microbial properties, and also, plant growth and Cr accumulation in maize and cowpea. The experiment was designed as a randomized block with four replications and the treatments consisted of CTS rates: 0 (control), 2.5, 5, 10 and 20 Mg ha⁻¹ (dry basis). At 0, 45, 75, 150 and 180 days of the experiment, we evaluated the microbial biomass C, soil respiration, metabolic and microbial quotients, activities of dehydrogenase, phosphatase, and β -glucosidase. In addition, the contents of P, K, Ca, Mg, Na, pH, electric conductivity and total organic carbon were also evaluated. The plant growth and Cr accumulation were assessed at 75 days (maize) and 68 days (cowpea). The results show that soil microbial biomass, β -glucosidase, phosphatase and dehydrogenase, pH, TOC, P, Ca, Mg and Cr increased with increasing CTS rates and decreased over time. The results show that the application of CTS increased shoot dry matter and yield of maize and cowpea. The results also show that plants of maize and cowpea have similar behavior as the accumulation of Cr in different compartments, with higher bioaccumulation in the roots associated with higher rates of CTS. However, they contrasted on the translocation of Cr in different parts. Maize decreased translocation to grain, while the cowpea increased in the grain. In summary, there was a significant effect of sampling time and CTS rates on soil properties. In turn, the CTS promotes the growth and yield of the cultures that present different responses regarding the transfer of chromium to the shoot after seven years of successive applications.

Key words: Industrial waste (composted), soil microbial, chromium translocation.

1 INTRODUÇÃO GERAL

Um elevado volume de resíduos orgânicos e inorgânicos vem sendo produzido pelas atividades humanas e geralmente dispostos sem nenhum controle no ambiente. Como resultado temos a degradação e poluição do solo, da água e do ar. O setor industrial dedicado ao processamento de couro bovino, representado pelas indústrias curtumeiras, caracteriza-se como um grande produtor de resíduos sólidos, comumente conhecidos por lodo de curtume. O uso deste resíduo em áreas agrícolas tornou-se uma prática comum ao longo dos últimos anos, sendo geralmente considerada como uma alternativa viável de reciclagem. Entretanto, a compostagem do lodo de curtume pode ser uma estratégia interessante no sentido de promover a decomposição deste resíduo e reduzir sua toxicidade. O efeito do uso de lodo de curtume compostado (LCC) no solo e nas plantas tem sido estudado recentemente (ARAÚJO et al., 2013; MIRANDA et al., 2014; GUIMARAES et al., 2015; OLIVEIRA; ARAUJO; MELO, 2015; ARAÚJO et al., 2016) e tem-se demonstrado que a aplicação deste resíduo pode fornecer nutrientes, incorporar matéria orgânica, elevar o pH do solo e promover a produtividade de diferentes culturas.

Apesar do elevado conteúdo de compostos orgânicos com potencial de fornecimento de nutrientes, o LCC possui elementos tóxicos, tais como Cr, que podem limitar seu uso na agricultura (GUI-JU et al., 2006). Estes elementos podem ficar retidos no solo, serem absorvidos pelas plantas (GONDEK, 2008; GONÇALVES et al., 2014a; GUIMARÃES et al., 2015) e outros organismos (SARANRAJ; SUJITHA, 2013; JOUTEY et al., 2015), ou ainda percolar até alcançar as águas subterrâneas, o que pode levar a riscos à saúde humana e ao desequilíbrio na manutenção da vida circundantes (MANDAL; VANKAYALA; KUMAR, 2011).

O cromo é um metal não-essencial altamente tóxico para os microrganismos e plantas. Entretanto, algumas espécies vegetais apresentam capacidade de absorção e distribuição de Cr no seu interior, podendo acumular alta quantidade de Cr sem apresentarem danos celulares. Os estudos sobre o acúmulo de Cr, após adição consecutiva de LCC, indicam incremento deste metal no solo e nos tecidos vegetais (SANTOS et al., 2014; OLIVEIRA; ARAÚJO; MELO, 2015). Assim, o acúmulo de Cr no solo é motivo de preocupação, tendo em vista, que este elemento pode ser absorvido pelas plantas e ser translocado para as partes comestíveis,

entrando na cadeia trófica. Desta forma, faz-se necessário monitorar as concentrações de Cr no sistema solo-planta após aplicações consecutivas de LCC. Em resposta ao acúmulo de Cr no solo resultante de aplicações de LCC, a microbiota do solo e as plantas podem apresentar respostas diferenciadas de acordo com o tempo e as doses de LCC utilizadas.

Neste sentido, algumas questões científicas podem ser levantadas:

- 1) O comportamento da biomassa microbiana do solo e sua atividade bioquímica é influenciado pelo o tempo e pela dose de exposição ao LCC?
- 2) As mudanças nas propriedades químicas do solo e especialmente o acúmulo de Cr influenciam o comportamento da biomassa microbiana do solo?
- 3) Há semelhanças no comportamento de leguminosas e gramíneas, especialmente nos aspectos produtivos e de acúmulo de Cr, em resposta à aplicação de LCC?

Com base no exposto, este estudo foi dividido em dois capítulos com o objetivo de responder às questões reportadas:

- Capítulo I - Time-dependent effect of composted tannery sludge on the chemical and microbial properties of soil;
- Capítulo II - Crescimento, acúmulo de Cr e produtividade de milho e feijão-caupi após sete anos de aplicações sucessivas de lodo de curtume compostado.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 Lodo de curtume

O crescimento populacional associado a baixa eficiência dos processos produtivos tem gerado grandes volumes de resíduos orgânicos e inorgânicos que são, em muitos casos, dispostos no ambiente (ROCHA et al., 2013). Os resíduos industriais, oriundos das atividades de mineração, químicas, processamento de metal e couro, estão entre as maiores fontes de poluição do solo (GHANI, 2010). O setor industrial dedicado ao processamento de couro bovino, representado pelas indústrias curtumeiras, caracteriza-se como um grande produtor de resíduos sólidos, comumente conhecidos por lodo de curtume (MALAFAIA et al., 2016). Este setor é considerado de intensivo potencial poluidor (SHAKIR et al., 2012), devido ao volume de insumos utilizados no processo e às diversas etapas necessárias para transformar as peles animais em couro. Neste sentido, a indústria curtumeira gera aproximadamente 150 a 200 kg de lodo de curtume (base seca) por tonelada de pele processada (PACHECO, 2005). O lodo de curtume, oriundo do processo de curtimento do couro, apresenta diferentes substâncias em sua composição, tais como hidróxido de sódio, hidróxido de amônio, tenso-ativos não iônicos, bactericidas, enzimas proteolíticas, sulfeto de sódio, cloreto de amônio, sulfato de amônio, ácido sulfúrico, ácido fórmico e sais de cromo (MARTINES, 2009).

A indústria curtumeira está passando por radicais transformações visando atender as legislações ambientais (DEGHLES; KURT, 2016), entretanto, ainda não existem métodos adequados de disposição do lodo de curtume gerado, sendo parte deste resíduo disposta em aterros sanitários ou industriais. Este tipo de destinação proporciona elevado risco de contaminação do ambiente e danos aos seres humanos (GODECKE et al., 2012), uma vez que estes resíduos contêm elevadas concentrações de vários elementos traço (Cr, Fe, Mn, Zn, Cu, Pb, Ni) (PATEL; PATRA, 2015). A ocorrência de elementos traço, especialmente Cr, em forma complexa no lodo de curtume é motivo de grande preocupação, uma vez que representa risco de contaminação da cadeia alimentar e também para a saúde humana (GUPTA; SINHA, 2007). Portanto, faz-se necessário a busca por alternativas econômicas, tecnicamente viáveis e ecologicamente corretas de descarte destes resíduos que minimizem os riscos à saúde pública.

2.2 A compostagem de lodo de curtume e seu uso agrícola

Definidos e respeitados os critérios técnicos agronômicos, o uso do lodo de curtume na agricultura pode ser uma alternativa viável de reciclagem deste tipo de resíduo. Diversos trabalhos propõem o uso deste resíduo em áreas agrícolas, tendo em vista, a possibilidade do fornecimento de nutrientes, da incorporação de matéria orgânica, da correção da acidez do solo e da promoção da produtividade de diferentes culturas (TRANNIN; SIQUEIRA; MOREIRA, 2008; PIETRI; BROOKES, 2008; NAKATANI et al., 2011; NAKATANI et al., 2012; ARAÚJO et al., 2013; MIRANDA et al., 2014; GUIMARAES et al., 2015; OLIVEIRA; ARAUJO; MELO, 2015; ARAÚJO et al., 2016).

Apesar do elevado conteúdo de compostos orgânicos com potencial de fornecimento de nutrientes, o lodo de curtume possui elementos tóxicos, tais como Cr, que podem limitar seu uso na agricultura (GUI-JU et al., 2006). Estes elementos podem ficar retidos no solo, serem absorvidos pelas plantas (GONDEK, 2008; GONÇALVES et al., 2014a; GUIMARÃES et al., 2015) e outros organismos (SARANRAJ; SUJITHA, 2013; JOUTEY et al., 2015), ou ainda percolar até alcançar as águas subterrâneas, o que pode levar a riscos à saúde humana e desequilíbrio na manutenção da vida circundantes (MANDAL; VANKAYALA; KUMAR, 2011).

Estudos têm mostrado que a compostagem pode ser uma das formas de melhorar a capacidade de uso do lodo de curtume na agricultura (SILVA et al., 2010; SANTOS et al., 2011; GONÇALVES et al., 2014a). A compostagem promove a estabilização do lodo de curtume por meio da decomposição aeróbia deste resíduo (CAI et al., 2007), pela ação de microrganismos e suas enzimas que transformam os resíduos orgânicos em matéria orgânica estável (KHALIL et al., 2011), além de reduzir e inativar patógenos e compostos orgânicos tóxicos (SINGH; AGRAWAL, 2010). No entanto, o processo de compostagem não diminui o teor de elementos traço nestes resíduos, sendo necessário monitorá-los no sistema solo-planta após aplicações consecutivas (SILVA et al., 2013).

Estudos anteriores mostraram que a compostagem do lodo industrial pode melhorar as propriedades do resíduo original e promover a atividade biológica do solo e o crescimento vegetal (ARAÚJO; MONTEIRO, 2006; SILVA et al., 2010). Araújo e Monteiro (2006) observaram efeitos positivos do lodo têxtil compostado sobre a biomassa e atividade microbiana do solo e ainda melhorias na reciclagem do

carbono. Silva et al. (2010) observaram incremento no crescimento de plantas pimenta ornamental, e ainda efeitos positivos na fertilidade do solo após a aplicação de lodo de curtume compostado.

2.3 Efeito do cromo nas plantas cultiváveis

A aplicação de lodo de curtume tem proporcionado efeitos benéficos na produtividade de diversas culturas, tais como rabanete (NABAVINIA et al. 2015), feijão-caupi (GONÇALVES et al., 2014a) e milho (MALAFAIA et al., 2016). Nabavinia et al. (2015) avaliaram o efeito do lodo de curtume sobre o rendimento de tubérculos de rabanete e concluíram que a aplicação do resíduo aumentou o crescimento e a produtividade destas plantas. Gonçalves et al. (2014a) avaliaram o desenvolvimento do feijão-caupi e a fitodisponibilidade de elementos traço nas folhas e grãos destas plantas após a adição de lodo de curtume compostado e observaram aumento na produtividade da cultura. Entretanto, os referidos autores observaram acúmulo de Cr nas folhas e nos grãos após dois anos de aplicação do lodo de curtume compostado ao solo.

Estudos têm mostrado que a adição de lodo de curtume ao solo é uma prática viável para o cultivo do milho e permite fornecer nutrientes para o desenvolvimento e rendimento desta cultura (SOUZA et al., 2005; BORGES et al., 2007; MALAFAIA et al., 2016). Souza et al. (2005) avaliaram o acúmulo de elementos traço (Cr, Cd, Ni e Pb) nos tecidos foliares e no desenvolvimento do milho e observaram incremento da fitomassa verde da parte aérea das plantas com o aumento das doses do lodo de curtume aplicado. Borges et al. (2007) encontraram maior produção de grãos e fitomassa verde de milho com adição de lodo de curtume combinado com adubação química (400 kg ha⁻¹ NPK). Recentemente, Guimarães et al. (2015) avaliaram o efeito residual da aplicação do lodo de curtume compostado após três aplicações anuais consecutivas, e observaram influência positiva no rendimento de grãos do milho verde em resposta ao efeito residual deste composto no solo.

Os trabalhos citados anteriormente evidenciam efeito positivo, sob o ponto de vista agrônomo, da adição de lodo de curtume no solo. Entretanto, o monitoramento do acúmulo de elementos traço, principalmente o Cr, no solo e nas plantas deve ser realizado permanentemente. Os estudos sobre o acúmulo de Cr, após adição consecutiva de lodo de curtume compostado, mostram que houve

incremento deste metal no solo e na planta (SANTOS et al., 2014; OLIVEIRA; ARAÚJO; MELO, 2015). O acúmulo de Cr no solo é motivo de preocupação devido à sua eventual fitotoxicidade, ao aumento da circulação de elementos traço na cadeia alimentar e ao potencial para a contaminação superficial e subterrânea (SUNITHA et al., 2014).

O Cr é um metal não-essencial altamente tóxico para os microrganismos e plantas (BAREEN; TAHIRA, 2011). A biodisponibilidade e absorção de Cr pelas plantas depende do estado de oxidação e da concentração deste elemento (BABULA et al., 2008), do pH, da presença de sítios de ligação coloidal e de complexos de Cr-orgânicos (DESPINA, 2012), bem como da capacidade de troca de cátions e teores de argila do solo (ANTONIADIS; ROBINSON; ALLOWAY, 2008). Em solo com pH neutro e alto teor de matéria orgânica, o Cr apresenta baixa mobilidade ou encontra-se imóvel (KABATA-PENDIAS, 2011; BRANZINI; ZUBILLAGA, 2012), permanecendo não facilmente disponível para as plantas. Segundo Sunitha et al. (2014) a adição de matéria orgânica ao solo permite reduzir a mobilidade do Cr e consequente absorção pelas plantas. Os referidos autores observaram que a aplicação de matéria orgânica (esterco de galinha e vermicomposto) em solo contaminado com resíduos de curtume reduziu o teor de Cr absorvido pelo milho devido a imobilização do Cr no solo.

O Cr trivalente (Cr^{+3}) é a principal forma do metal encontrada no lodo de curtume (CAVALLET; SELBACH; GIANELLO, 2007). No solo, o elemento encontra-se predominantemente nos estados de oxidação Cr^{+3} e Cr^{+6} , enquanto que os estados intermediários Cr^{+4} e Cr^{+5} são metaestáveis e raramente encontrados. O Cr^{+6} é o mais persistente no solo, sendo altamente tóxico para os organismos vivos. As plantas podem absorver tanto Cr^{+3} e Cr^{+6} , entretanto o Cr^{+3} é o mais facilmente encontrado em solos com pH neutro e alcalino (KABATA-PENDIAS, 2011). Nas plantas, o Cr^{+3} é absorvido juntamente com os elementos essenciais e água (SHANKER et al., 2005) e translocado através do mecanismo de absorção de enxofre (S), isto é, transportadores de sulfato. Isso é possível devido à semelhança química entre estes dois elementos. Assim, a presença de S reduz a absorção de Cr nas plantas porque ambos competem para o mesmo canal de transporte (SINGH et al., 2013).

A presença de Cr no solo induz alterações no padrão de crescimento e desenvolvimento das plantas (BHALERAO; SHARMA, 2015). O Cr interfere no

processo fotossintético e respiratório e no mecanismo de absorção de água e sais minerais (SINGH et al., 2013). O impacto negativo do Cr na fotossíntese é devido à alteração na atividade das enzimas envolvidas na fixação de carbono e na cadeia transportadora de elétrons, assim como inativação das enzimas envolvidas no ciclo de Calvin e redução da condutância estomática. A redução da assimilação de CO₂ inibe a produção de pigmentos fotossintéticos, havendo como resultado declínio na biomassa seca da planta (SUBRAHMANYAM, 2008; KÜPPER et al., 2007). Além disso, a atividade de várias enzimas relacionadas com a síntese de amido e com o metabolismo do nitrogênio são diminuídas, quer por interferência direta da toxicidade do Cr com as enzimas ou através da produção de espécies reativas de oxigênio (EROs). Os danos oxidativos causam a destruição de lipídios da membrana e até mesmo do DNA, podendo causar a morte das plantas (SINGH et al., 2013).

As espécies de plantas diferem significativamente na capacidade de absorção e distribuição de Cr no seu interior (WOLINSKA; STEPNIEWSKA; WLOSEK, 2013; TERFIE; ASFAW, 2015). Algumas espécies são capazes de acumular alta quantidade de Cr sem sofrerem danos celulares (SINGH et al., 2013). Para Souza, Silva e Ferreira (2013) esta característica pode ser adquirida ao longo do tempo, com o desenvolvimento de mecanismos de adaptação às condições do meio. Uma mesma planta pode apresentar diferentes formas de suportar a contaminação, sendo que as respostas podem variar de acordo com as características de cada espécie, com os elementos causadores do estresse e as condições específicas da área. Küpper, Zhao e McGrath (1999) relatam que as plantas podem usar duas estratégias para lidar com elevadas concentrações de elementos traço adjacentes às suas raízes: 1) exclusão: mecanismos pelos quais a absorção e/ou transporte de elementos traço da raiz à parte aérea são restritos; e 2) mecanismos internos de tolerância que imobilizam, compartimentam ou desintoxicam elementos traço no simplasto pela produção de compostos de ligação com elementos traço. Para Revathi e Venugopal (2013) a tolerância das plantas aos elementos traço depende em grande parte da eficiência da planta em absorver, translocar e ainda sequestrar estes elementos traço em tecidos especializados ou em tricomas e organelas como vacúolos.

Prévios estudos têm avaliado a absorção e translocação de Cr por várias culturas após a aplicação de lodo de curtume (TUDUNWADA; ESSIET; MOHAMMED, 2007; CAVALLET; SELBACH; GIANELLO, 2007; OLIVEIRA;

ARAÚJO; MELO, 2015; GUIMARÃES et al. 2015). Em sorgo e milho, Tudunwada, Essiet e Mohammed (2007) verificaram que após repetidas aplicações do lodo de curtume aumentaram a concentração de Cr (folhas e grãos) em milho do que no sorgo. Cavallet, Selbach e Gianello (2007) avaliaram o efeito da aplicação de lodo de curtume sobre os teores de Cr no sistema solo-planta-percolado e verificaram aumento na concentração do Cr nos tecidos de rabanete, enquanto que no sorgo o acúmulo ocorreu nas raízes, sem transferência para a parte aérea e grãos. Além disso, estes autores observaram que os teores de Cr nos grãos de sorgo diminuiram nos tratamentos com o lodo de curtume.

Para Shanker et al. (2004), um dos mecanismos fisiológicos que explicam a maior acumulação e concentração de Cr nas raízes, em comparação com a parte aérea, seria à imobilização do Cr nos vacúolos das células das raízes. Uma observação importante seria que da quantidade total de íons Cr associados à raiz, apenas uma parte é absorvida pelas células, enquanto que outra fração significativa de íons fica fisicamente adsorvida nos locais extracelulares carregados negativamente como grupos funcionais carboxílicos (COO^-) das paredes das células das raízes (WEISA; WEISB, 2003). A fração ligada à parede celular não pode ser translocada para a parte aérea e, portanto, não pode ser removida na colheita da biomassa aérea (TERFIE; ASFAW, 2015).

Oliveira, Araújo e Melo (2015) observaram que, após quatro anos consecutivos de aplicação de lodo de curtume compostado ao solo, houve incremento do teor de Cr nas folhas e grãos de feijão-caupi. Em milho, Guimarães et al. (2015) avaliaram o efeito residual da aplicação de lodo de curtume compostado sobre o acúmulo de Cr nas folhas e nos grãos, e concluíram que os teores do elemento nas folhas apresentaram ajuste linear significativo com as doses do resíduo. Além disso, os autores observaram que o Cr presente nas folhas do milho foi parcialmente exportado para os grãos e, desta forma, não houve aumento significativo no teor deste metal na parte aérea da planta. Os resultados observados em feijão-caupi (OLIVEIRA; ARAÚJO; MELO, 2015) e no milho (GUIMARÃES et al., 2015) sugerem um comportamento distinto de exportação de Cr por estas culturas após aplicações sucessivas de lodo de curtume compostado ao solo. Desta forma, haveria influência de resposta dos tipos de plantas para o acúmulo, translocação e exportação de Cr.

As espécies vegetais diferem significativamente na capacidade de absorção e distribuição de Cr no seu interior. Hossner et al. (1998) afirmam que as dicotiledôneas absorvem e transportam mais Cr à parte aérea do que monocotiledôneas, possivelmente pelas diferenças no padrão de enraizamento, taxa de transpiração e metabolismo entre os dois grupos de plantas. Neste sentido, as dicotiledôneas seriam hiperacumuladoras de Cr, quando comparadas com as monocotiledôneas.

2.4 Efeito do lodo de curtume nos atributos químicos do solo

O lodo de curtume pode ser considerado um adubo agrícola em potencial, pois é rico em vários nutrientes importantes para os vegetais, tais como N, P, K, S e Mg (BERILLI et al., 2014). Entretanto, esse resíduo apresenta restrições de uso ao longo prazo, principalmente devido à presença de elementos traço, como o Cr (SANTOS et al., 2014; OLIVEIRA; ARAÚJO; MELO, 2015) e alta concentração de Na que pode ser tóxico para as plantas, bem como causar salinidade e sodicidade em solos adjacentes com sucessivas aplicações (BAREEN; TAHIRA, 2011). Estas constatações podem ser observadas em estudos recentes, tais como o de Possato et al. (2014) quando avaliaram o efeito do lodo de curtume sobre os atributos químicos do solo em plantio de *Eucalyptus urophylla*. Os autores verificaram que os valores de pH, condutividade elétrica (CE), relação de adsorção e porcentagem de sódio no solo aumentaram linearmente com aumento das doses de lodo de curtume aplicadas ao solo. Entretanto, os teores de Cr solúvel no solo decresceram linearmente com o aumento das doses do resíduo, correlacionando-se negativamente com o pH. A redução dos teores de Cr solúvel com a adição do lodo de curtume resulta da tendência do metal em formar precipitados com moléculas orgânicas e ser adsorvido covalentemente pelos coloides, o que ocorre com maior intensidade em maiores valores de pH do solo (POSSATO et al., 2014).

Em relação ao lodo de curtume compostado, Araújo et al. (2013) relataram aumento do pH, da CE e dos teores de matéria orgânica do solo após três anos de aplicações sucessivas do resíduo. Segundo Souza, Miranda e Oliveira (2007), o aumento de pH ocorre por reação das hidroxilas e dos cátions que promovem a troca com os íons H^+ e Al^{3+} , favorecendo a manutenção do pH mais elevado. De acordo com Possato et al. (2014), a elevação nos valores de CE correlaciona-se

com os teores de sais dissolvidos em solução, principalmente os cátions Ca^{2+} , Na^+ e Mg^{2+} . Portanto, os mecanismos que proporcionem a retirada desses elementos da solução, tais como a absorção, adsorção e lixiviação, contribuem para a redução da condutividade elétrica do solo.

Segundo Teixeira et al. (2006) os teores de Ca^{2+} disponível no solo aumentam até 1,6 vezes com a adição do lodo de curtume. Esta elevação no teor de Ca^{2+} no solo pode ser devido ao elevado conteúdo do elemento no resíduo. Os autores não observaram diferenças significativas para os teores de Mg^{2+} e K^+ , entretanto houve diminuição nos teores de P disponível no solo com a adição da dose mais elevada do lodo de curtume. É provável que o lodo de curtume compostado tenha contribuído para precipitação do P pelo aumento do pH do solo. Para Murphy (2014), a elevação dos teores de Ca^{2+} e, conseqüentemente do pH do solo, podem diminuir a disponibilidade de P para as plantas.

Outros trabalhos com a aplicação de doses crescentes de lodo de curtume compostado têm mostrado importantes mudanças nos níveis da matéria orgânica e de substâncias húmicas do solo (GUPTA; SINHA, 2007; SILVA et al., 2010; ARAÚJO et al., 2013). Araújo et al. (2013) observaram que a aplicação de lodo de curtume compostado aumentou os teores de matéria orgânica no solo em 69%, com a elevação das doses do resíduo. Este resultado foi atribuído ao elevado teor de matéria orgânica no resíduo que pode contribuir para melhorar a qualidade do solo, uma vez que esta é reconhecida como o principal condicionador do solo e uma fonte de nutrientes para as plantas.

2.5 Efeito do lodo de curtume nos atributos biológicos do solo

O lodo de curtume apresenta também importante efeito sobre os atributos biológicos do solo, especialmente sobre a microbiota. A microbiota do solo desempenha função essencial no ecossistema, incluindo ciclagem de nutrientes, supressão de patógenos, estabilização de agregados e degradação de xenobióticos (CARRERA et al., 2007). Particularmente, a biomassa microbiana do solo atua como um reservatório de nutrientes, imobilizando-os temporariamente e reduzindo perdas por lixiviação, o que possibilita seu uso posterior pelas plantas (ESPINDOLA et al., 2001) e influencia diretamente a fertilidade do solo e a nutrição vegetal (MURPHY, 2014).

A biomassa microbiana do solo é um importante bioindicador da qualidade do solo, pois responde em um curto prazo às alterações ambientais (GALDOS et al., 2009) causadas por vários fatores, tais como uso e manejo do solo e da vegetação, tipos de fertilizantes e modo de aplicação (CARRERA et al., 2007; FERREIRA et al., 2008). A biomassa microbiana do solo é considerada a massa dos componentes vivos da matéria orgânica do solo (KASCHUK; ALBERTON; HUNGRIA, 2009), funcionando como compartimento de reserva de carbono (C microbiano), nitrogênio (N microbiano), fósforo (P microbiano) e enxofre (S microbiano) no solo (SOUZA et al., 2010).

A respiração do solo é outro atributo microbiano importante para avaliar a atividade metabólica do solo (ANDERSON, 1982). Uma elevada respiração do solo pode ser interpretada como uma característica desejável quando se considera a decomposição dos resíduos orgânicos. Por outro lado, alta atividade respiratória também pode resultar em decomposição da matéria orgânica mais estável, podendo levar ao comprometimento de processos químicos e físicos do solo, como a agregação, a capacidade de troca catiônica e capacidade de retenção de água, e também à perda de nutrientes (REIS JUNIOR; MENDES, 2007). Além disso, a atividade respiratória pode, ainda, indicar perdas de C oriundos da biomassa microbiana do solo e, neste caso, aumenta o quociente respiratório do solo (qCO_2). O qCO_2 é um índice que expressa a taxa de respiração por unidade de biomassa microbiana (ANDERSON; DOMSCH, 1985) e indica que a comunidade microbiana do solo está consumindo mais carbono oxidável para sua manutenção (ANDERSON; DOMSCH, 2010), deste modo, tornando-se menos eficiente em seus processos (ANDRADE; ANDREAZZA; CAMARGO, 2016).

Os microrganismos do solo produzem enzimas que desempenham papéis essenciais em vários processos do ecossistema (VAN DER HEIJDEN; BARDGETT; VAN STRAALLEN, 2008). Os estudos com enzimas do solo têm sido considerados uma das técnicas mais convenientes utilizadas como sensores para medir o grau de poluição dos solos (PATEL; PATRA 2014), e as suas atividades podem ser inibidas de acordo com a natureza e a concentração de elementos traço. Assim, as enzimas do solo podem ser consideradas como um indicador de estresse após a aplicação de resíduos no solo (OLCAY et al., 2013). Dentre essas enzimas, destacam-se a desidrogenase, fosfatases e β -glicosidase (ARAÚJO et al., 2015; 2016).

Em geral, a adição de resíduos orgânicos ao solo induz um aumento transiente da biomassa microbiana do solo, medida pela quantidade de C ou N microbiano. Por outro lado, o teor de matéria orgânica no solo pode influenciar no possível efeito deletério de espécies químicas tóxicas presentes em biossólidos sobre a microbiota. O maior estímulo às comunidades microbianas na presença de matéria orgânica, em relação ao efeito inibitório de elementos traço, pode ser frequentemente observado em solos que receberam biossólidos (LOPES, 2001).

Gonçalves et al. (2014b) ao avaliarem os efeitos do lodo de curtume compostado sobre a biomassa microbiana do solo e o conteúdo de elementos traço após dois anos de aplicações sucessivas, concluíram que a aplicação de 10 Mg ha⁻¹ de LCC aumentou a biomassa microbiana do solo. Entretanto, com doses mais elevadas houve redução da biomassa microbiana do solo e na atividade enzimática da desidrogenase. Araújo et al. (2015) avaliaram os efeitos do lodo de curtume compostado após 5 anos de aplicações sucessivas e, observaram diminuição na biomassa microbiana do solo e atividade enzimática da desidrogenase com a aplicação de 10 e 20 Mg ha⁻¹. Os autores justificam os resultados em virtude da elevação na concentração de Cr no solo. Nakatani et al. (2012) avaliaram os efeitos de duas aplicações de lodo de curtume e, observaram que as maiores doses alteraram a composição microbiana, sendo esta resposta relacionada, principalmente, ao aumento do N inorgânico e pH do solo.

3 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ANDERSON, J. P. E. Soil respiration. In: PAGE, A. L.; MILLER, R. H.; KEENEY, D. R. (Ed.). **Methods of Soil Analysis**. 2. ed. Madison: American Society of Agronomy: Soil Science Society of Agronomy, 1982. Part 2, p. 831-872.
- ANDERSON, T. H.; DOMSCH, K. H. Determination of ecophysiological maintenance carbon requirements of soil microorganisms in a dormant state. **Biology and Fertility of Soils**, v. 1, p. 81-89, 1985.
- ANDERSON, T.; DOMSCH, K. H. Soil microbial biomass: the eco-physiological approach. **Soil Biology & Biochemistry**, v. 42, p. 2039-2043, 2010.
- ANDRADE, F. C.; ANDREAZZA, R.; CAMARGO, F. A. O. Atividade microbiana em solos sob doses de lodo de estação de tratamento de efluentes de um aterro industrial. **Ciência Rural**, 2016.
- ANTONIADIS, V.; ROBINSON, J. S.; ALLOWAY, B. J. Effects of short-term pH fluctuations on cadmium, nickel, lead, and zinc availability to ryegrass in a sewage sludge-amended field. **Chemosphere**, v. 71, p. 759-764, 2008.

- ARAÚJO, A. S. F.; MONTEIRO, R. T. R. Microbial biomass and activity in a Brazilian soil plus untreated and composted textile sludge. **Chemosphere**, v. 64, p. 1043-1046, 2006.
- ARAÚJO, A. S. F.; SILVA, M. D. M.; LEITE, L. F. C.; ARAUJO, F. F.; DIAS, N. S. Soil pH, electric conductivity and organic matter after three years of consecutive amendment of composted tannery sludge. **African Journal of Agricultural Research**, v. 8, n. 14, p. 1204-1208, 2013.
- ARAUJO, A. S. F.; MIRANDA, A. R. R.; OLIVEIRA, M. L. J.; SANTOS, V. M.; NUNES, L. A. P. L.; MELO, W. J. Soil microbial properties after 5 years of consecutive amendment with composted tannery sludge. **Environmental Monitoring and Assessment**, v. 187, p. 4153-4160, 2015.
- ARAÚJO, A. S. F.; LIMA, L. M.; SANTOS, V. M.; SCHMIDT, R. Repeated application of composted tannery sludge affects differently soil microbial biomass, enzymes activity, and ammonia-oxidizing organisms. **Environmental Science and Pollution Research**, p. 1-8, 2016.
- BABULA, P.; ADAM, V.; OPATRILOVA, R.; ZEHNALEK, J.; HAVEL, L.; KIZEK, R. Uncommon heavy metals, metalloids and their plant toxicity: a review. **Environmental Chemistry Letters**, v. 6, p. 189-213, 2008.
- BERILLI, S. S.; QUIUQUI, J. P. C.; REMBINSKI, J.; SALLA, P. H. H.; GABRIEL BERILLI, A. P. C.; LOUZADA, J. M. Utilização de lodo de curtume como substrato alternativo para a produção de mudas de café conilon. **Coffee Science**, v. 9, n. 4, p. 472-479, 2014.
- BHALERAO, S. A.; SHARMA, A. S. Chromium: as an environmental pollutant. **International Journal of Current Microbiology and Applied Sciences**, v. 4, n. 4, p. 732-746, 2015.
- BAREEN, F-E.; TAHIRA, S. A. Metal accumulation potential of wild plants in tannery effluent contaminated soil of Kasur, Pakistan: Field trials for toxic metal cleanup using *Suaeda fruticosa*. **Journal of Hazardous Materials**, v. 186, n. 1, p. 443-450, 2011.
- BORGES, J. D.; BARROS, R. G.; SOUZA, E. R. B.; OLIVEIRA-JÚNIOR, J. P.; LEANDRO, W. M.; OLIVEIRA, I. P.; CARNEIRO, M. F.; NAVEZ, R. V.; SONNENBERG, N. E. Teores de micronutrientes nas folhas de milho fertilizadas com lodo de curtume. **Bioscience Journal**, v. 23, n. 2, p. 1-6, 2007.
- BRANZINI A; ZUBILLAGA M. S. Comparative use of soil organic and inorganic amendments in heavy metals stabilization. **Applied and Environmental Soil Science**, Article ID 721032, 2012.
- CAI, Q.; MO C.; WU, Q.; ZENG, Q.; KATSOYIANNIS, A. Concentration and speciation of heavy metals in six different sewage sludge-compost. **Journal of Hazardous Materials**, v. 147, p. 1063-1072, 2007.
- CARRERA, L. M.; BUYER, J. S.; VINYARD, B.; ABDUL-BAKI, A. A.; SIKORA, L. J.; TEASDALE, J. R. Effects of cover crops, compost, and manure amendments on soil microbial community structure in tomato production systems. **Applied Soil Ecology**, v. 37, n. 3, p. 247-255, 2007.
- CAVALLET, L. E.; SELBACH, P. A.; GIANELLO, C. Concentração de cromo no sistema solo-planta-percolado em função da aplicação de resíduos de curtume em um Argissolo de Estância Velha (RS). **Scientia Agraria**, v. 8, n. 1, p. 87-93, 2007.

- DESPINA, M. B. Chromium levels in soils and vegetables from Timis County Romania. **Journal of Horticulture, Forestry and Biotechnology**, v. 16, n. 2, p. 106-111, 2012.
- DEGHLES, A.; KURT, U. Treatment of tannery wastewater by a hybrid electrocoagulation/electrodialysis process. **Chemical Engineering and Processing**, v. 104, p. 43-50, 2016.
- ESPINDOLA, J. A. A.; ALMEIDA, D. L.; GUERRA, J. G. M.; SILVA, E. M. R. Flutuação sazonal da biomassa microbiana e teores de nitrato e amônio de solo coberto com *Pastalum notatum* em um agroecossistema. **Floresta e Ambiente**. v. 8, n. 1, p. 104-113, 2001.
- FERREIRA, E. P. B.; DUSI, A. N.; XAVIER, G. R.; RUMJANEK, N. G. Rhizosphere bacterial communities of potato cultivars evaluated through PCR-DGGE profiles. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v. 43, n. 5, p. 605-612, 2008.
- GHANI, A. Toxic effects of heavy metals on plant growth and metal accumulation in maize (*Zea mays* L.). **Iranian Journal of toxicology**, v. 3, n. 3, p. 325-334, 2010.
- GALDOS, M. V.; CERRI, C. C.; CERRI, C. E. P. Soil carbon stocks under burned and unburned sugarcane in Brazil. **Geoderma**, v. 153, n. 4, p. 347-352, 2009.
- GODECKE, M. V.; RODRIGUES, M. A. S.; NAIME, R. H. Resíduos de curtume: estudo das tendências de pesquisa. **Revista Eletrônica em Gestão, Educação e Tecnologia Ambiental**, v. 7, n. 7, p. 1357-1378, 2012.
- GONDEK, K. Chromium bioaccumulation from composts and vermicomposts based on tannery sludges. **Journal of Central European Agriculture**, v. 9, n. 1, p. 129-140, 2008.
- GONÇALVES, I. C. R.; ARAÚJO, A. S. F.; NUNES, L. A. P. L.; BEZERRA, A. A. C.; MELO, W. J. Heavy metals and yield of cowpea cultivated under composted tannery sludge amendment. **Acta Scientiarum Agronomy**, v. 36, n. 4, p. 443-448, 2014a.
- GONÇALVES, I. C. R.; ARAÚJO, A. S. F.; NUNES, L. A. P. L.; MELO, W. J. Soil microbial biomass after two years of the consecutive application of composted tannery sludge. **Acta Scientiarum Agronomy**, v. 36, n. 1, p. 35-41, 2014b.
- GUI-JU, L.; CHUAN-BO, Z.; JING, Z.; FENG, W. Chrome sludge compost: Effects on crops and soils. **Journal of the Society of Leather Technologists and Chemists**, v. 90, n. 1, p. 10-13, 2006.
- GUIMARÃES, W. P.; ARAÚJO, A. S. F.; OLIVEIRA, M. L. J.; ARAÚJO, F. F.; MELO, W. J. Efeito residual de lodo de curtume compostado sobre os teores de cromo e produtividade do milho verde. **Científica**, v. 43, n. 1, p. 37-42, 2015.
- GUPTA, A. K., SINHA, S. Phytoextraction capacity of the plants growing on tannery sludge dumping sites. **Bioresource Technology**, v. 98, p. 1788-1794, 2007.
- HOSSNER, L. R.; LOEPPERT, R. H.; NEWTON, R. J.; SZANISZLO, P. J. **Literature review**: Phytoaccumulation of chromium, uranium, and plutonium in plant systems. United States. UNT Digital Library. Disponível em: <<http://digital.library.unt.edu/ark:/67531/metadc692326/>>. Acesso em: 26 jul. 2016.
- JOUTEY, N. T.; SAYEL, H.; BAHAFID, W.; EL GHACHTOULI, N. Mechanisms of hexavalent chromium resistance and removal by microorganisms. **Reviews of Environmental Contamination and Toxicology**, v. 233, p. 45-69, 2015.

KABATA-PENDIAS, A. **Trace elements in soils and plants**. 4 ed. CRC Press LLC, Boca Raton, Florida, 2011. 505 p. Disponível em: <http://www.petronet.ir/documents/10180/2323242/Trace_Elements_in_Soils_and_Plants>. Acesso em: 20 de jul. de 2016.

KASCHUK, G.; ALBERTON, O.; HUNGRIA, M. Three decades of soil microbial biomass studies in Brazilian ecosystems: lessons learned about soil quality and indications for improving sustainability. **Soil Biology and Biochemistry**, v. 42, n. 1, p. 1-13, 2009.

KHALIL, A. I.; HASSOUNA, M. S.; EL-ASHQAR, H. M. A.; FAWZI, M. Changes in physical, chemical and microbial parameters during the composting of municipal sewage sludge. **World Journal of Microbiology and Biotechnology**, v. 27, p. 1-11, 2011.

KÜPPER, H.; PARAMESWARAN, A.; LEITENMAIER, B.; TRTÍLEK, M.; SETLÍK, I. Cadmium-induced inhibition of photosynthesis and long-term acclimation to cadmium stress in the hyperaccumulator *Thlaspi caerulescens*. **New Phytologist**, v. 175, n. 4, p. 655-674, 2007.

KÜPPER, H.; ZHAO, F. J.; MCGRATH, S. P. Cellular compartmentation of zinc in leaves of the hyperaccumulator *Thlaspi caerulescens*. **Plant Physiology**, v. 119, n. 1, p. 305-312, 1999.

LOPES, E. B. M. **Diversidade metabólica em solo tratado com biossólidos**. Piracicaba 2001. Dissertação (Mestrado em Agronomia) - Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz, Piracicaba, 2001. 66p.

MANDAL, B. K.; VANKAYALA, R.; KUMAR, L. U. Speciation of chromium in soil and sludge in the surrounding tannery region, Ranipet, Tamil Nadu. **International Scholarly Research Network**, v. 2011, 10 p., 2011.

MALAFAIA, G.; ARAÚJO, F. G.; ESTRELA, D. C.; GUIMARÃES, A. T. B.; LEANDRO, W. M.; RODRIGUES, A. S. L. Corn production in soil containing *in natura* tannery sludge and irrigated with domestic wastewater. **Agricultural Water Management**, v. 163, p. 212-218, 2016.

SILVA, M. D. M.; ARAÚJO, A. S. F.; NUNES, L. A. P. L.; MELO, W. J.; SINGH, R. P. Heavy metals in cowpea (*Vigna unguiculata* L.) after tannery sludge compost amendment. **Chilean Journal of Agricultural Research**, v. 73, n. 3, p. 282-287, 2013.

MARTINES, A. M. **Avaliação ambiental e agrônômica do uso de lodo de curtume no solo**. 2009. Tese (Doutorado em Solos e Nutrição de Plantas) - Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2009.

MIRANDA, A. R. L.; NUNES, L. A. P. L.; OLIVEIRA, M. L. J.; MELO, W. J.; ARAÚJO, A. S. F. Growth and nodulation of cowpea after 5 years of consecutive composted tannery sludge amendment. **Spanish Journal of Agricultural Research**, v. 12, n. 4, p. 1175-1179, 2014.

MURPHY, B. W. **Soil organic matter and soil function** – review of the literature and underlying data. Department of the Environment, Canberra, Australia, 2014. Disponível em: <<https://www.environment.gov.au/system/files/resources/20051db1-51ba-49e1-9758-66bd2c8c1cc5/files/soil-organic-matter.pdf>>. Acesso em: 27 jul. 2016.

NABAVINIA, F.; EMAMI, H.; ASTARAE, A.; LAKZIAN, A. Effect of tannery wastes and biochar on soil chemical and physicochemical properties and growth traits of radish. **International Agrophysics**, v. 39, p. 333-339, 2015.

NAKATANI, A. S.; MARTINES, A. M.; NOGUEIRA, M. A.; FAGOTTI, D. S. L.; OLIVEIRA, A. G.; BINI, D.; SOUSA, J. P.; CARDOSO, E. J. B. N. Changes in the genetic structure of Bacteria and microbial activity in an agricultural soil amended with tannery sludge. **Soil Biology & Biochemistry**, v. 43, p. 106-114, 2011.

NAKATANI, A. S.; NOGUEIRA, M. A.; MARTINES, A. M.; SANTOS, C. A.; BALDESIN, L. F.; PETRA MARSCHNER, P.; CARDOSO, E. J. B. N. Effects of tannery sludge application on physiological and fatty acid profiles of the soil microbial community. **Applied Soil Ecology**, v. 61, p. 92-99, 2012.

OLCAY, F.; SAGBAN, T.; DINDAR, E.; BASKAYA, H. S. Biostimulating effects of wastewater sludges on stressed soils. **Journal of Biology and Environmental Science**, v. 7, p. 153-161, 2013.

OLIVEIRA, M. L. J.; ARAÚJO, A. S. F.; MELO, W. J. Chromium in soil organic matter and cowpea after four consecutive annual applications of composted tannery sludge. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 39, n. 1, p. 297-302, 2015.

PIETRI, J. C. A.; BROOKES, P. C. Relationships between soil pH and microbial properties in a UK arable soil. **Soil Biology & Biochemistry**, v. 40, p. 1856-1861, 2008.

PACHECO, J. W. F. **Curtumes**. São Paulo: CETESB, 2005. 76 p.

PATEL, A.; PATRA, D. D. Influence of heavy metal rich tannery sludge on soil enzymes vis-à-vis growth of *Tagetes minuta*, an essential oil bearing crop. **Chemosphere**, v. 112, p. 323-332, 2014.

PATEL, A.; PATRA, D. D. Phytoextraction capacity of *Pelargonium graveolens* L'Hér. grown on soil amended with tannery sludge – Its effect on the antioxidant activity and oil yield. **Ecological Engineering**, v. 74, p. 20-27, 2015.

POSSATO, E. L.; SCARAMUZZA, W. L. M. P.; WEBER, O. L. S.; NASCENTES, R.; BRESSIANI, A. L.; CALEGARIO, N. Atributos químicos de um Cambissolo e crescimento de mudas de eucalipto após adição de lodo de curtume contendo cromo. **Revista Árvore**, v. 38, n. 5, p. 847-856, 2014.

REIS JUNIOR, F. B.; MENDES, I. C. **Biomassa microbiana do solo**. Planaltina: Embrapa Cerrados, 2007. 40 p. (Embrapa Cerrados. Documentos; 205).

REVATHI, S.; VENUGOPAL, S. Physiological and biochemical mechanisms of heavy metal tolerance. **International Journal of Environmental Sciences**, v. 3, n. 5, p. 1339-1354, 2013.

ROCHA, I. T. M.; SILVA, A. V.; SOUZA, R. F.; FERREIRA, J. T. P. Uso de resíduos como fonte de nutrientes na agricultura. **Revista Verde**, v. 8, n. 5, p. 47-52, 2013.

SANTOS, J. A.; NUNES, L. A. P. L.; MELO, W. J.; FIGUEIREDO, M. B. V.; SINGH, R. P.; BEZERRA, A. A. C.; ARAÚJO, A. S. F. Growth, nodulation and nitrogen fixation of cowpea in soils amended with composted tannery sludge. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 35, n. 6, p. 1865-1871, 2011.

SANTOS, J. L.; ARAÚJO, A. S. F.; NUNES, L. A. P. L.; OLIVEIRA, M. L. J.; MELO, W. J. Chromium, cadmium, nickel and lead in a tropical soil after 3 years of

consecutive applications of composted tannery sludge. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, v. 45, p. 1658-1666, 2014.

SARANRAJ, P.; SUJITHA, D. Microbial bioremediation of chromium in tannery effluent: a review. **International Journal of Microbiological Research**, v. 4, n. 3, p. 305-320, 2013.

SHAKIR, L.; EJAZ, S.; ASHRAF, M.; QURESHI, N. A.; ANJUM, A. A.; ILTAJ, I.; JAVEED, A. Ecotoxicological risks associated with tannery effluent wastewater. **Environmental Toxicology and Pharmacology**, n. 34, p. 180-191, 2012.

SHANKER, A. K.; DJANAGUIRAMAN, M.; SUDHAGAR, R.; CHANDRASHEKAR, C. N.; PATHMANABHAN, G. Differential antioxidative response of ascorbate glutathione pathway enzymes and metabolites to chromium speciation stress in green gram (*Vigna radiata* (L.) R. Wilczek. cv CO 4) roots. **Plant Science**, v. 166, n. 4, p. 1035-1043, 2004.

SHANKER, A. K.; CERVANTES, C.; LOZA-TAVERA, H.; AVUDAINAYAGAM, S. Chromium toxicity in plants. **Environment International**, v. 31, p. 739–753, 2005.

SILVA, J. D. C.; LEAL, T. T. B.; ARAÚJO, A. S. F.; ARAUJO, R. M.; GOMES, R. L. F.; MELO, W. J.; SINGH, R. P. Effect of different tannery sludge compost amendment rates on growth, biomass accumulation and yield responses of *Capsicum* plants. **Waste Management**, v. 30, n. 10, p. 1976-1980, 2010.

SINGH, R. P., AGRAWAL, M. Variations in heavy metal accumulation, growth and yield of rice plants grown at different sewage sludge amendment rates. **Ecotoxicology and Environmental Safety**, v. 73, n. 4, p. 632-641, 2010.

SINGH, H. P.; MAHAJAN, P.; KAUR, S.; BATISH, D. R.; KOHLI, R. K. Chromium toxicity and tolerance in plants. **Environmental Chemistry Letters**, v. 11, p. 229-254, 2013.

SOUZA, E. R. B.; BORGES, J. D.; LEANDRO, W. M.; OLIVEIRA JÚNIOR, J. P.; OLIVEIRA, I. P.; XIMENES, P. A.; CARNEIRO, M. F.; BARROS, R. G. Teores de metais tóxicos nas folhas de plantas de milho fertilizadas com lodo de curtume. **Pesquisa Agropecuária Tropical**, v. 35, n. 2, p. 117-122, 2005.

SOUZA, D. M. G.; MIRANDA, L. N.; OLIVEIRA, S. A. Acidez do solo e sua correção. In: NOVAIS, R. F. et al. (Ed.). **Fertilidade do solo**. Viçosa, MG: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 2007. p. 205-274.

SOUZA, E. D.; COSTA, S. E. V. G. A.; ANGHINONI, I.; LIMA, C. V. S.; CARVALHO, P. C. F.; MARTINS, A. P. Biomassa microbiana do solo em sistema de integração lavoura-pecuária em plantio direto, submetido a intensidades de pastejo. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 34, n. 1, p. 79-88, 2010.

SOUZA, E. P.; SILVA, I. F.; FERREIRA, L. E. Mecanismos de tolerância a estresses por metais pesados em plantas. **Revista Brasileira de Agrociências**, v. 17, p. 167-173, 2011.

SUBRAHMANYAM D. Effects of chromium toxicity on leaf photosynthetic characteristics and oxidative changes in wheat (*Triticum aestivum* L.). **Photosynthetica**, v. 46, p. 339-345, 2008.

SUNITHA, R.; MAHIMAIRAJA, S.; BHARANI, A.; GAYATHRI, P. Enhanced phytoremediation technology for chromium contaminated soils using biological

amendments. **International Journal of Science and Technology**, v. 3, n. 3, p. 153-162, 2014.

TEIXEIRA, K. R. G.; GONÇALVES FILHO, L. A. R.; CARVALHO, E. M. S.; ARAÚJO, A. S. F.; SANTOS, V. B. Efeito da adição de lodo de curtume na fertilidade do solo, nodulação e rendimento de matéria seca do caupi. **Ciência e Agrotecnologia**, v. 30, n. 6, p. 1071-1076, 2006.

TERFIE, T. A.; ASFAW, S. L. Evaluation of selected wetland plants for removal of chromium from tannery wastewater in constructed wetlands, Ethiopia. **African Journal of Environmental Science and Technology**, v. 9, n. 5, p. 420-427, 2015.

TRANNIN, I. C. D. B.; SIQUEIRA, J. O.; MOREIRA, F. M. S. Atributos químicos e físicos de um solo tratado com biossólido industrial e cultivado com milho. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 12, n. 3, p. 223-230, 2008.

TUDUNWADA, I. Y.; ESSJET, E. U.; MOHAMMED, S. G. The effects of tannery sludge on heavy metals concentration in cereals on small-holder farms in Kano, Nigeria. **Notulae Botanicae Horti Agrobotanici Cluj-Napoca**, v. 35, n. 2, p. 55-60, 2007.

VAN DER HEIJDEN, M. G. A.; BARDGETT, R. D.; VAN STRAALLEN, N. M. The unseen majority, soil microbes as drivers of plant diversity and productivity in terrestrial ecosystems. **Ecology Letters**, v. 11, p. 296-31, 2008.

WEISA, J. S.; WEISB, P. Metal uptake, transport and release by wetland plants: implications for phytoremediation and restoration. **Environment International**, v. 30, n. 5, p. 685-700, 2003.

WOLIŃSKA, A.; STĘPNIEWSKA, Z.; WŁOSEK, R. The influence of old leather tannery district on chromium contamination of soils, water and plants. **Natural Science**, v. 5, p. 253-258, 2013.

(Artigo submetido à Environmental Science and Pollution Research)

CAPÍTULO I – Time-dependent effect of composted tannery sludge on the chemical and microbial properties of soil

Abstract

Composting has been an efficient method for tannery sludge recycling before its application to the soil. However, the application of composted tannery sludge (CTS) to the soil should be monitored to evaluate its effect on the chemical and microbial properties of soil. This study evaluated the time-dependent effect of CTS on the chemical and microbial properties of soil. CTS was applied at 0, 2.5, 5, 10, and 20 ton ha⁻¹ (dry basics) applied annually since 2009. The chemical and microbial properties of soil were evaluated at 0, 45, 75, 150, and 180 days after the 7th application. The values of soil pH, organic C, P, Ca, Mg, and Cr increased with increased CTS rates and decreased over time. Similarly, soil microbial biomass, β -glucosidase, phosphatase and dehydrogenase activities increased with the application of CTS and decreased over time. Analysis of the Principal Response Curve (PRC) showed significant effect of CTS rate on soil microbial properties over time, with a positive correlation between the increase of the CTS rate and the response of the chemical and microbial properties of soil. In conclusion, CTS application influences the chemical and microbial properties of soil differently over time; and Cr, pH, Ca, P, phosphatase, total organic carbon, Mg and soil respiration were the variables more strongly affected after CTS application.

Keywords: Ecotoxicology, waste management, soil properties.

Resumo

A compostagem tem sido um método eficiente para a reciclagem de lodo de curtume antes de sua aplicação ao solo. No entanto, a aplicação de lodo de curtume compostado (LCC) ao solo deve ser monitorado para avaliar o seu efeito sobre as propriedades químicas e microbianas do solo. Este estudo avaliou o efeito dependente do tempo do LCC nas propriedades químicas e microbianas do solo. O LCC foi aplicado anualmente desde 2009 nas doses 0, 2,5, 5, 10 e 20 t ha⁻¹ (base seca). As propriedades química e microbiana do solo foram avaliadas no tempo 0 e aos 45, 75, 150 e 180 dias após a sétima aplicação de LCC ao solo. Os valores de pH, C orgânico total, P, Ca, Mg e Cr aumentaram com o aumento das doses de LCC e diminuíram ao longo do tempo. Do mesmo modo, a biomassa microbiana do solo e a atividade da β -glicosidase, da fosfatase e da desidrogenase aumentaram com a aplicação do LCC e reduziram ao longo do tempo. Análise da curva de resposta principal (PRC) mostrou efeito significativo das doses de LCC nas propriedades microbianas do solo ao longo do tempo, com uma correlação positiva entre o aumento da dose de LCC e a resposta das propriedades químicas e microbianas de solo. Em conclusão, a aplicação LCC influencia as propriedades químicas e microbianas do solo de forma diferente ao longo do tempo; e, Cr, pH, Ca, P,

fosfatase, carbono orgânico total, Mg e respiração do solo foram as variáveis mais fortemente influenciadas após a aplicação de LCC.

Palavras-chave: Ecotoxicologia, manejo de resíduos, propriedades do solo.

1 Introduction

Industrialization has increased the generation of solid wastes in developed as well as in developing countries (Singh et al., 2011). The main problem is that disposal of this solid waste in the environment without prevention leads to environmental pollution (Vergara and Tchobanoglous, 2012). To avoid or mitigate environmental pollution, it is important to select appropriate alternative methods for solid waste management than landfilling (Araujo et al., 2010). Particularly, high amounts of tannery sludge (TS), which is a solid waste from tannery industries, are released in the environment annually. This waste contains organic and inorganic compounds, such as chromium (Cr), salts, carbonates, and hydroxides (Araujo et al., 2015). This characteristic of TS suggests that it would be inappropriate for agricultural purposes; however, agricultural utilization of solid wastes is one of the most promising and cost effective options for their disposal (Crecchio et al., 2004; Hargreaves et al., 2008; Araujo et al., 2010).

Among the several methods for waste decomposition, composting has been reported as a useful and efficient method of TS recycling before its application in agricultural purposes (Santos et al., 2011; Silva et al., 2014; Araujo et al., 2015). The use of composted solid waste is increasing in agricultural areas (Madrid et al., 2007) since the compost improves organic matter content and fertility of the soil as well as contributes to the reduction of solid waste disposed of in the environment (Yuksel, 2015). On the other hand, the process of composting is not totally efficient during detoxification of TS; therefore, the application of composted tannery sludge (CTS) to the soil should be monitored to mitigate possible negative effects on soil chemical and microbial properties.

The chemical properties of soil are important indicators of soil fertility as well as soil pollution. On one hand, the use of composted solid wastes with high amounts of organic matter and chemical elements may improve soil fertility (Anikwe and Nwobodo, 2002). On the other hand, consecutive application of these wastes may

promote the accumulation of metals in soil and cause soil pollution (Pérez et al., 2007). Similarly, the microbial properties of soil are important as they regulate several environmental processes in the ecosystem (Lavelle and Spain, 2001). Soil microorganisms, as the drivers of the microbial processes, represent a large fraction of global terrestrial biodiversity and act in many important soil processes, including decomposition of organic matter and nutrient cycling (Condon et al., 2010). Specifically, soil microbial biomass (SMB) and its biochemical processes, which are mediated by enzymes, are early and sensitive indicators of soil pollution after waste management (Santos et al., 2011; Silva et al., 2014; Patel and Patra, 2014).

Previous studies have shown that the application of composted solid waste does not result in a clear pattern of response in chemical and microbial properties of the soil and that these responses vary depending on the type of waste applied (Ahlberg et al., 2006; Roca-Perez et al., 2009; Araujo et al., 2015). Usually, the use of composted solid waste has improved the chemical properties of the soil while increasing the accumulation of metals (Garcia-Gil et al., 2000; Roca-Perez et al., 2009). The microbial properties of soil have shown both positive and negative responses to compost application (Crecchio et al., 2004; Ros et al., 2006; Pérez et al., 2007; Scherer et al., 2011).

Specifically, studies on the time-dependent effect of tannery sludge on soil properties have focused on the untreated waste. The time-dependent effect of CTS on the chemical and microbial properties of soil is still unclear. Therefore, we evaluated the time-dependent effect of CTS on the chemical and microbial properties of soil in a tropical soil.

2 Materials and methods

The experimental site is located at the Long-Term Experimental Field of the Agricultural Science Center, Federal University of Piauí, Piauí, Brazil. The soil of the area is classified as a Fluvisol with the following composition at 0-20-cm depth: 10% clay, 28% silt, and 62% sand.

CTS was produced by mixing tannery sludge with sugarcane bagasse and cattle manure (ratio 1:3:1; v:v:v) and the composting was performed using the aerated-pile method for 90 days. The physicochemical characteristics of CTS (Table 1) were evaluated at the end of composting process. The water content was

determined after oven drying the samples at 105 °C for 24 h, the pH was directly read, and total solids were measured by drying the samples at 65 °C (APHA, 2005). The total organic C content was evaluated by dichromate oxidation of the samples under external heating (Nelson and Sommers, 1996). The total N content was determined using the Kjeldahl method after sulphuric acid digestion of the samples (Bremner, 1996). The total Ca, Mg, K, P, S, Na, Zn, Cu, Cd, Pb, Ni, and Cr concentrations were determined by atomic absorption spectrophotometry after nitric acid digestion of the samples in a microwave oven (USEPA, 1996).

Table 1. Chemical attributes of the composted tannery sludge used in the experiment.

pH	Moisture	TOC	N	P	K	Ca	Mg	Na	S	Cu	Ni	Cd	Cr	Pb
H ₂ O	%	-----g kg ⁻¹ -----							-----mg kg ⁻¹ -----					
7.5	68	201	15	4.9	2.9	121	7.2	49.1	10	16	23	1.9	1,943	40
MLP*	-	-	-	-	-	-	-	-	-	200	70	3	150	180

* Maximum limit permitted by Brazilian regulation (CONAMA, 2009).

CTS has been applied annually since 2009 at five rates: 0 (without CTS application), 2.5, 5, 10, and 20 t ha⁻¹ of CTS (dry basis). The experimental site is arranged in a completely randomized design with four replicates. Plots are 20 m² each, with 12 m² of usable area for soil and plant sampling, and rows are spaced 1.0 m apart. In the seventh year (2015), CTS was applied 10 days before maize (*Zea mays* L.) AG 1051 sowing. The CTS was spread on the soil surface and incorporated into the 20-cm layer with a harrow. Maize was grown at a density of 5 plants m⁻¹ (approximately 62,000 plants ha⁻¹) for 75 days. After this period, cowpea [*Vigna unguiculata* (L.) Walp.], cv. BRS Tumucumaque, was sowed at the density of 6 plants m⁻¹ (approximately 120,000 plants ha⁻¹) for 68 days (Fig. 1).

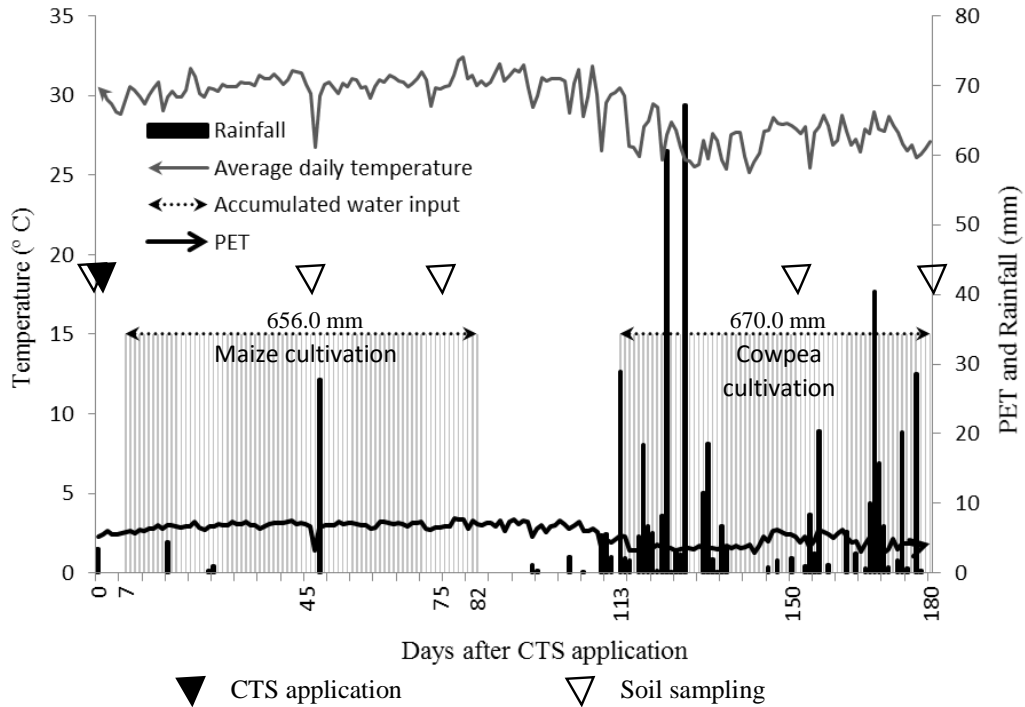


Fig. 1. Representation of climatic data, CTS application, soil sampling, maize cultivation, cowpea cultivation period and accumulated water input during the experimental period from 14 September 2015 to 12 March 2016. PET, potential evapotranspiration.

In order to measure the time-dependent effect of CTS, soil samples were collected from each plot at 0, 45, 75 (during maize growth), 150 and 180 (during cowpea growth) days after CTS application. For soil sampling, four soil samples were collected in each plot (0-20 cm), sieved (2-mm), and stored at 4 °C prior to analysis. Before the analysis, the soil was pre-incubated (with a 100-mL jar of soda lime and bottles containing deionised water) in sealed plastic containers for 7 days with a moisture content of 60-70% of the water-holding capacity to equilibrate the physiological activity of SMB.

The C levels of the soil microbial biomass (MBC) were determined by the method irradiation extraction (Islam and Weil, 1998; Ferreira et al., 1999), using 0.5 M K_2SO_4 as the extractant. Soil respiration (SR) was monitored with a daily measurement of CO_2 evolution under aerobic incubation at 25 °C for 7 days (Alef and Nannipieri, 1995). The metabolic quotient (qCO_2) was calculated from the ratio between SR and MBC and is expressed as $mg CO_2 kg^{-1} MBC day^{-1}$ (Anderson and Domsch, 1993). The microbial quotient ($qmic$) was calculated as the ratio of MBC to total organic carbon, expressed as percentage (%). Dehydrogenase (DHA) activity was determined according to Casida et al. (1965), based on the spectrophotometric

analysis of triphenyl tetrazolium formazan released by 5 g of soil after 24 h of incubation at 35 °C. Phosphatase (PHO) activity involved the colorimetric estimation of the p-nitrophenol released after 1 h of incubation at 37 °C (Tabatabai and Bremner, 1969). β -glucosidase (GLY) activity was measured according to the method described by Eivazi and Tabatabai (1988).

The soil samples for chemical analysis were air dried and sieved (2-mm). Soil pH, exchangeable Ca^{2+} , Mg^{2+} , K^{+} and Na^{+} , and the available P were estimated according to Donagema et al. (2011). Soil electric conductivity (EC) was evaluated in water (1:2; v:v) according to the method described by Richards (1954). Total organic C (TOC) was determined by wet combustion using a mixture of 5 mL of 0.167 mol L⁻¹ potassium dichromate and 7.5 mL of concentrated sulfuric acid under heating (170 °C for 30 min) (Yeomans and Bremner, 1988).

All data were evaluated with univariate statistical analysis (ANOVA), considering the CTS rates, sampling time and the interactions, through R software (R Core Team, 2016). For this analysis, SR data were converted into Log (X).

We used Principal Response Curve (PRC) (Van den Brink and Ter Braak, 1998; 1999) to show and test temporal changes in microbial and chemical properties caused by different rates of tannery sludge as compared with those in the control (CTS-free soil) and also to quantify the contribution of each property to separate the treatments from the control. The PRC method is a multivariate technique which is based on the redundancy analysis ordination technique and was performed using CANOCO (version 5) (Ter Braak and Smilauer, 2012). The PRC diagram shows the difference in the composition of the microbial and chemical properties of the treatments compared to the controls as they develop over time. This technique was specifically developed for analysing microcosm experiment data (Van den Brink and Ter Braak, 1998; 1999). The results of the PRC analysis can also be evaluated in terms of the fraction of the variance, that is explained by the factors' time and treatment. Only the fraction that is explained by treatment is shown in the PRC diagram. To assess the statistical significance of the effects of the treatments on the composition of the microbial and chemical properties a Monte Carlo permutation test was performed together with the redundancy analysis. Monte Carlo permutation of the plots was used to test the significance of the PRC diagram in terms of displayed treatment variance, by using an F type test statistically based on the eigenvalue of the component (Van den Brink and Ter Braak, 1999). For each sampling day Monte

Carlo permutation tests were conducted by testing the replicates of each treatment against those of the controls separately, to assess the significance of the treatment effects for each sample date. Within all analyses, the values of the microbial and chemical properties were centered and standardized.

3 Results

3.1 Soil chemical properties

CTS rates and sampling times had a significant influence on all of the chemical properties of the soil, except for CTS rates on the K content. Only the pH values were significantly influenced by the interaction between CTS rates and sampling time (Table 2).

Table 2. ANOVA table of p-values of the effect of CTS rates (0, 2.5, 5, 10 and 20 Mg ha⁻¹), sampling time (0, 45, 75, 150, and 180 days) on soil chemical properties.

Chemical attributes ¹	CTS rate	Sampling time	CTS rate x sampling time
p-values			
pH	6.28e-11	2e-16	0.0259
EC	0.00557	2e-16	0.892
TOC	0.00229	1.06e-10	0.404
P	2.96e-04	1.56e-11	0.279
Ca	0.000126	1.95e-08	0.142
Cr	6.58e-12	0.000174	6.78e-16
K	0.772	2e-16	0.564
Mg	0.0157	4.33e-09	0.846
Na	0.0396	2.28e-15	0.793

¹ EC (electrical conductivity); TOC (total organic carbon).

Soil pH increased with increasing CTS rates (Fig. 2a), and the values were significant at the highest rates of CTS (APPENDIX-A). The EC values showed a similar pattern than those observed for pH over time (Fig. 2b), but significant effects of CTS rates were only observed at 45 and 75 days (APPENDIX-A). TOC and P content increased with increasing CTS rates, showing the highest values in the application 20 Mg ha⁻¹ CTS. However, the results show a decrease in TOC and P at the end of experiment (Fig. 2c, d). The values of Ca, Cr and Mg increased with the

CTS rates and decreased over time (Fig. 3a, b, c). In contrast, the values of Na increased with the CTS application, but did not vary over time (Fig. 3d).

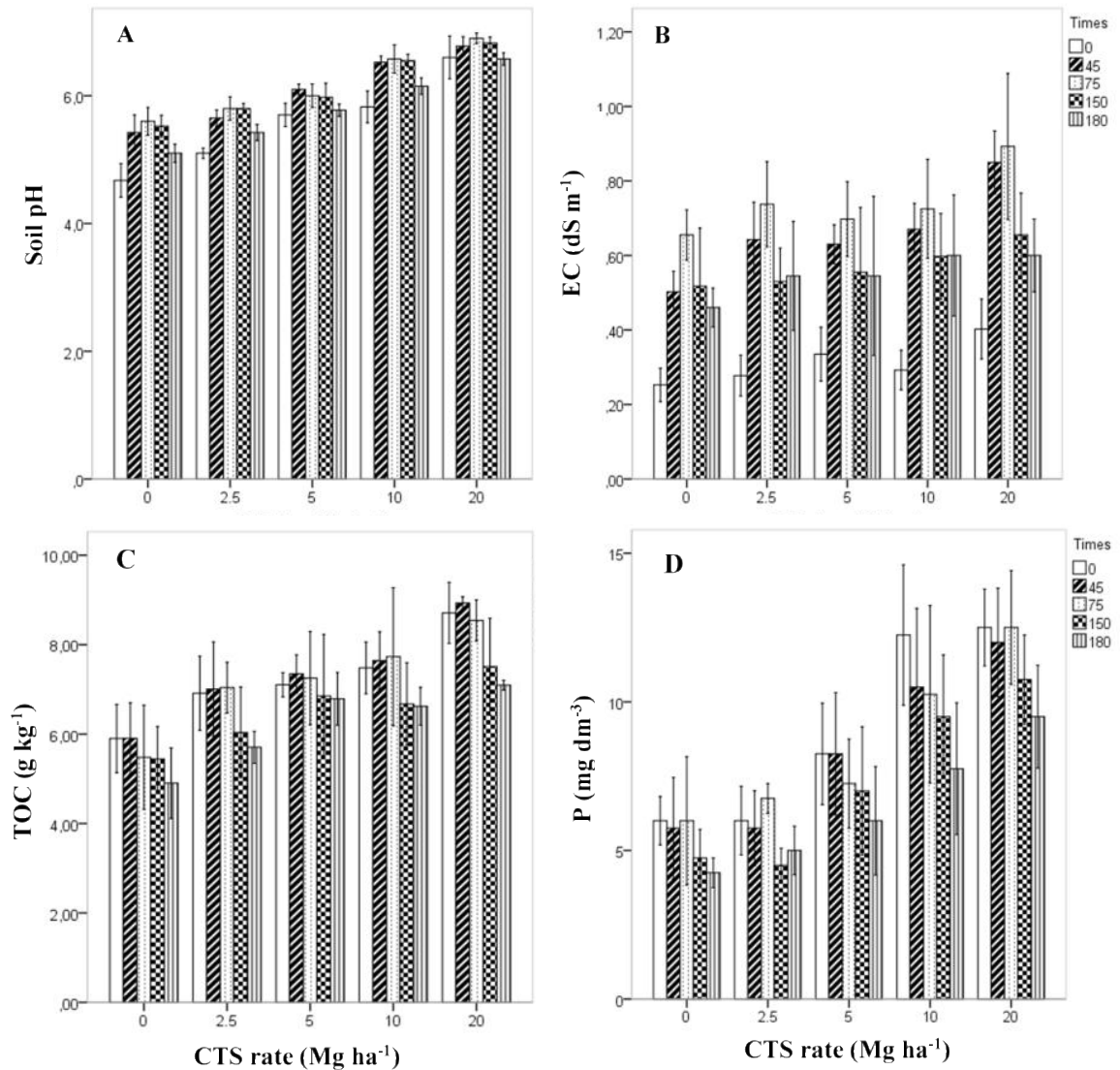


Fig. 2. Soil pH (A), electric conductivity-EC (B), total organic carbon-TOC (C) and Phosphorus-P (D) in soil samples of unamended soil (0 Mg ha⁻¹) and in amended soil with CTS (2.5, 5, 10, and 20 Mg ha⁻¹) during 180 days. Bars indicate the standard deviation

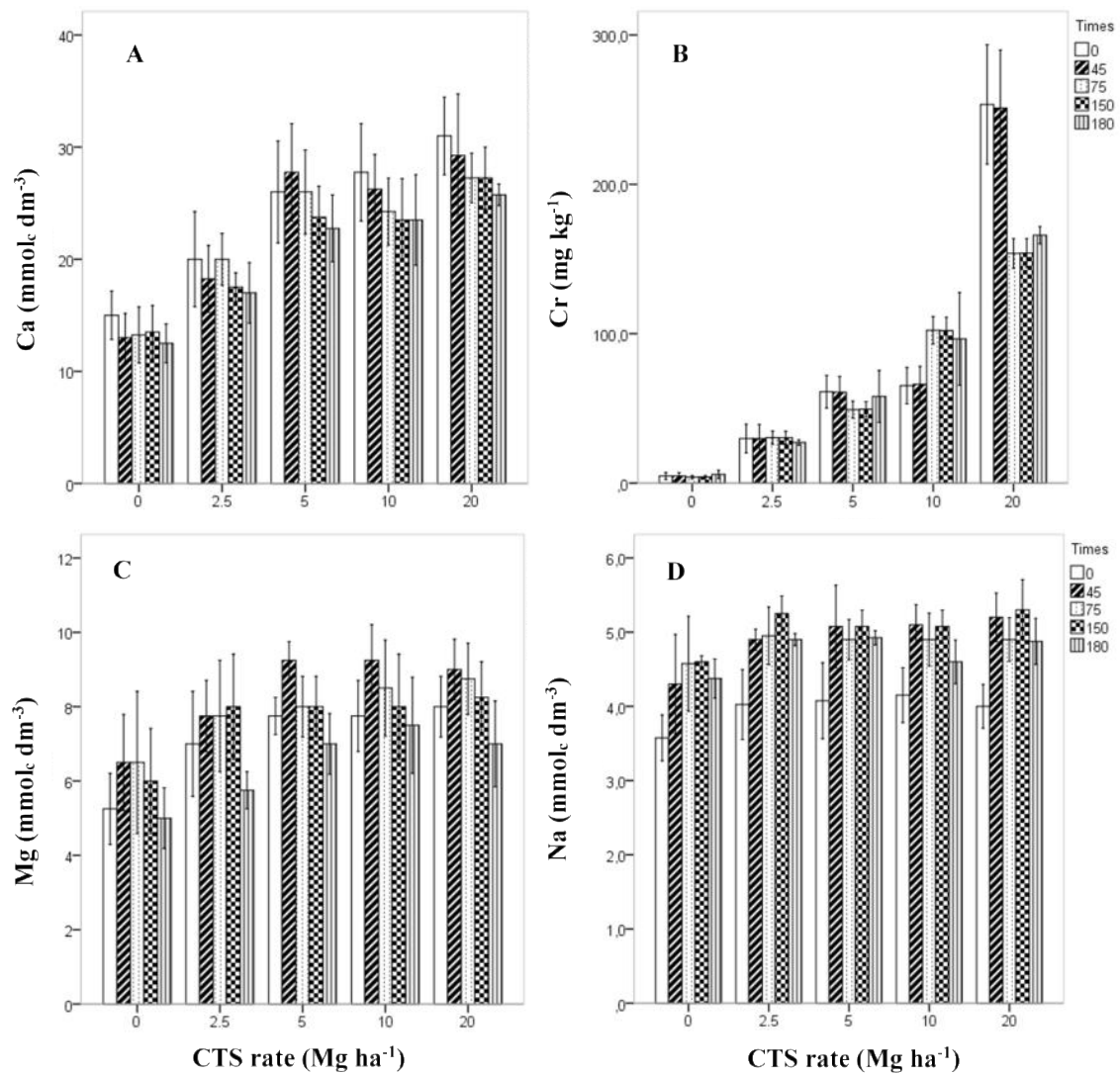


Fig. 3. Calcium-Ca (A), Chromium-Cr (B), Magnesium-Mg (C) and Sodium-Na (D) in soil samples of unamended soil (0 Mg ha⁻¹) and in amended soil with CTS (2.5, 5, 10, and 20 Mg ha⁻¹) during 180 days. Bars indicate the standard deviation

3.2 Soil microbial properties

CTS rates, sampling time and their interaction had a significant influence on all evaluated soil microbial properties, except for the CTS rates on the β -glucosidase activity, and the interaction of CTS and sampling time on dehydrogenase activity (Table 3).

Table 3. ANOVA table of p-values of the effect of CTS rates (0, 2.5, 5, 10 and 20 Mg ha⁻¹), sampling time (0, 45, 75, 150, and 180 days) on soil microbial properties.

Microbial attributes	p-values		
	CTS rate	Sampling time	CTS rate x sampling time
Microbial biomass C	0.0318	2e-16	1.69e-05
Soil respiration	6.02e-08	2e-16	2.57e-12
Metabolic quotient	0.0136	2e-16	8.8e-06
Microbial quotient	0.0414	2.22e-13	0.0374
Dehydrogenase activity	2.13e-04	2e-16	0.0916
Phosphatase activity	1.67e-08	2e-16	0.00422
β-glucosidase activity	0.0503	2e-16	1.45e-04

Initially, soil MBC increased with the application of CTS and this increase varied between 45 and 75 days (Fig. 4a). Therefore, the results showed that in the low rate treatments (2.5 and 5 Mg ha⁻¹) the MBC increased up to 75 days, while in the high rate treatments (10 and 20 Mg ha⁻¹) the values of MBC increased up to 45 days (APPENDIX-B). Afterward, the values of MBC decreased showing the largest decrease at 10 and 20 Mg ha⁻¹ CTS. Soil respiration showed similar pattern found for MBC over time (Fig. 4b). However, the values showed lower variation in the treatments with 0, 2.5 and 5 Mg ha⁻¹ than in the 10 and 20 Mg ha⁻¹ CTS.

The values of qCO₂ increased significantly in the plots that received the application of CTS (Fig. 4c); however, the greatest increase was found in soil amended with 20 Mg ha⁻¹ CTS. In contrast, the values of qmic presented similar pattern those observed for MBC, showing an increase up to 75 days, in low CTS rates (2.5 and 5 Mg ha⁻¹); in high rates (10 and 20 Mg ha⁻¹) the values increased up to 45 days (Fig. 4d).

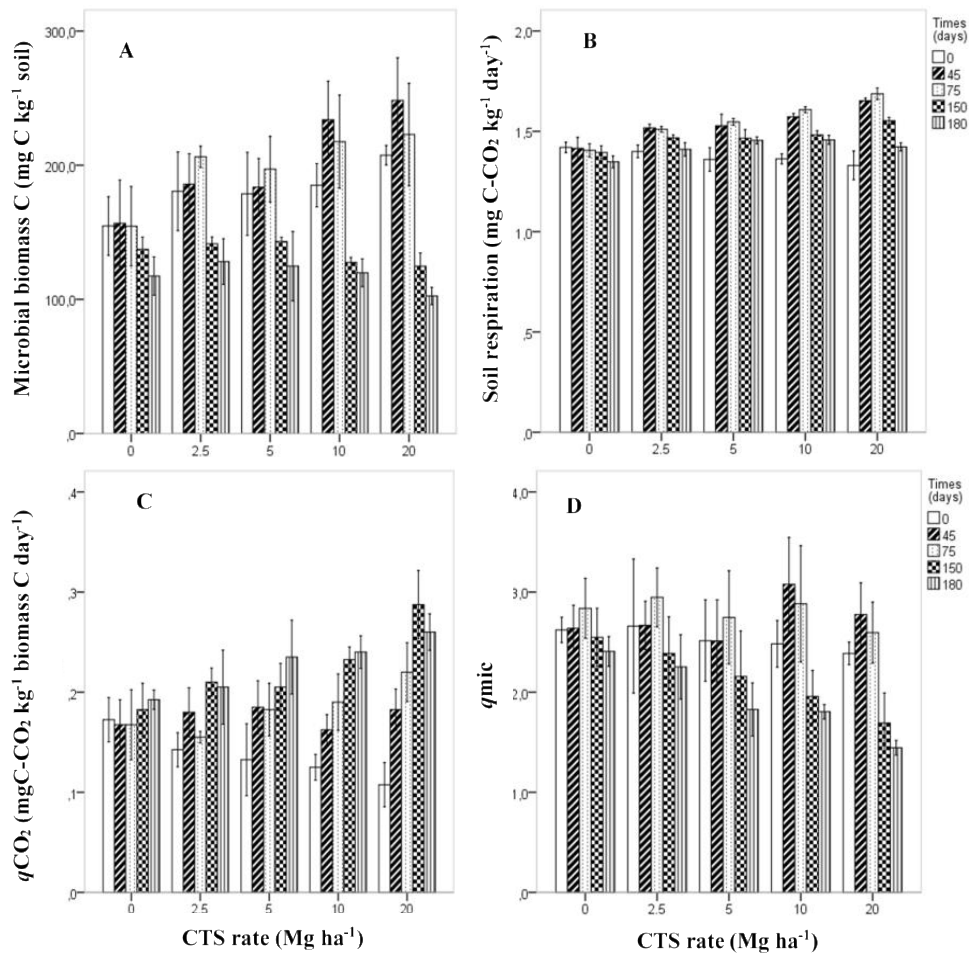


Fig. 4. Microbial biomass C (A), soil respiration (B), metabolic quotient- q_{CO_2} (C) and microbial quotient- q_{mic} (D) in soil samples of unamended soil (0 Mg ha⁻¹) and in amended soil with CTS (2.5, 5, 10, and 20 Mg ha⁻¹) during 180 days. Bars indicate the standard deviation

The results of the enzyme activity assays showed a different trend. Considering the pattern of responses over time, β -glucosidase and phosphatase showed an increase up to 45 days, while dehydrogenase increased up to 75 days after CTS application (Fig. 5). However, phosphatase increased while dehydrogenase decreased as a result of the CTS treatments. β -glucosidase did not respond to the CTS rates (Fig. 5; Table 3).

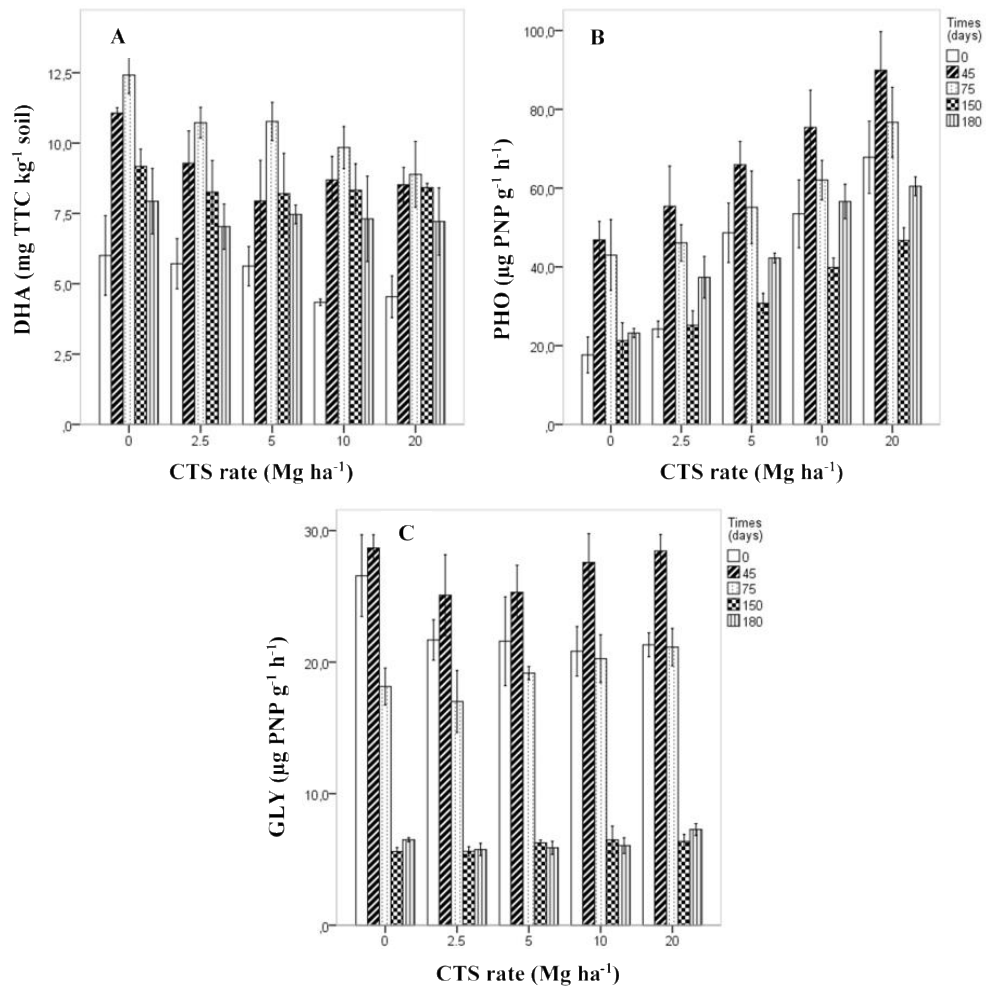


Fig. 5. Enzymes activity dehydrogenase-DHA (A), phosphatase-PHO (B) and β -glucosidase-GLY (C) in soil samples of unamended soil (0 Mg ha⁻¹) and in amended soil with CTS (2.5, 5, 10, and 20 Mg ha⁻¹) during 180 days. Bars indicate the standard deviation

3.3 Time-dependent effect of CTS on soil properties

The PRC analysis showed a significant effect ($P < 0.001$) of CTS rate on the microbial properties of the soil over time (Fig. 6). Of the variance, 39% could be attributed to sampling date; this is displayed on the horizontal axis. Forty percent of the variance could be attributed to the treatment, and the remaining variance (21%) is between-replicate variation. Of the treatment variance, 76% is displayed on the vertical axis of the first PRC (Fig. 6). The second PRC only explained 7% and is, therefore, not shown. The weight (b_k) can be interpreted as the affinity of the soil variable with the Principal Response Curves (C_{dt}). The treatment explained a significant part of the total variance ($P < 0.001$) and of the first PRC ($P < 0.001$,

Monte Carlo permutation test with permuting whole time series only). At all sampling dates, the treatments were significantly different from the controls (Monte Carlo permutation tests, $P = 0.023$).

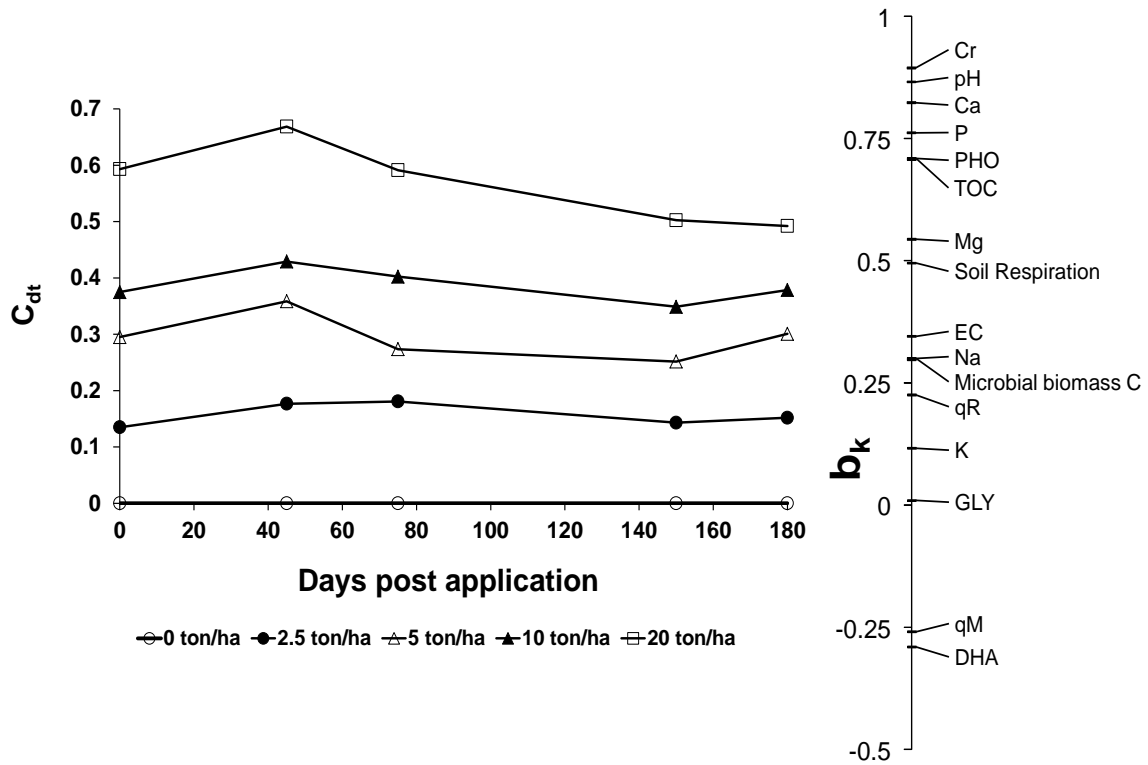


Fig. 6. Principal Response Curves diagram indicating the effects of the composted tannery sludge (CTS) into the soil on different soil parameters. The lines represent the course of the treatment levels in time. The weight (b_k) can be interpreted as the affinity of the variable with the Principal Response Curves (C_{dt}). Cr – Chromium; pH – soil pH; Ca – calcium; P – phosphorus; PHO - phosphatase activity; TOC - total organic carbon; Mg – magnesium; EC - electric conductivity; Na – sodium; qR – metabolic quotient; K – potassium; GLY - β -glucosidase activity; qM – microbial quotient; DHA - dehydrogenase activity

4 Discussion

The application of CTS changed the chemical properties of the soil and the parameters were influenced by the chemical composition of the CTS, as the waste had a high pH, organic C, Ca, Na, and Cr contents (Table 1). Generally, the application of CTS increased the organic matter and the nutrient content of the soil, including P, Ca, and Mg. Thus, CTS application was important for improving soil fertility and plant growth (Lee et al., 2004). However, the increase in soil pH, salinity,

and Cr accumulation can negatively influence the microbial properties of soil (Ben Achiba et al., 2009). Our results also showed that the values of chemical parameters usually decreased over time (Appendix-A), which can be explained by the following: a) the pH level of the soil decreased due to the release of H^+ from plants roots during their growth; b) total organic C decreased due to the utilization of C by soil microbes during the experiment, as soil microorganisms use organic matter as C and an energy source; and, c) P, Ca, and Mg decreased due to the uptake of these elements during the growth of maize and cowpea. Therefore, CTS application contributed to the growth and yield of cowpea and maize over time (data not shown). Similar findings were found by Adjia et al. (2008) who evaluated the long-term effect of municipal solid waste on the chemical properties of soil and observed a decrease in the chemical parameters over time.

The microbial properties of soil are a suitable and sensitive index for evaluation of soil disturbance after organic inputs (Ros et al., 2006) and waste application (Araujo et al., 2010). The study showed that CTS application affected the microbial properties of soil differently depending on the rate and the time of exposure to the waste. Generally, the values of the microbial properties of soil increased for nearly two months and decreased after this time. Previously, Santos et al. (2011) have shown in a laboratory experiment with tannery sludge that both rates and sampling time influence soil microbial biomass and activity in a pattern similar to our findings. Thus, our study, under field conditions, evaluating the long-term effects of CTS application, seems to confirm these findings.

The short increase in soil microbial biomass and respiration after CTS application, may be associated with the high input of fresh organic matter and nutrients from CTS, which fueled the soil microorganisms and contributed for their growth and activity (Selivanovskaya et al., 2006). In addition, the raw material used during the composting, such as sugarcane, straw and cattle manure, may have contributed additional C for increased soil microbial biomass and activity. Previous studies have shown that the application of organic waste, such as sewage (Ahlberg et al., 2006) and tannery sludge (Giacometti et al., 2012), can effectively increase soil microbial biomass. On the other hand, the soil microbial biomass decreased after 45 days (10 and 20 Mg ha⁻¹) and 75 days (2.5 and 5 Mg ha⁻¹) after CTS application, which may be a result of the decomposition of organic C during these periods; consequently, the extra C and energy sources for soil microbial biomass decreased.

Interestingly, the behavior of soil microbial biomass varied depending on the amount of CTS applied. The application of the highest CTS rates (10 and 20 Mg ha⁻¹) decreased the threshold for the increase of microbial biomass compared with the lowest CTS rates (2.5 and 5 Mg ha⁻¹). There would be two possible explanations for this pattern: a) although the decrease in organic C and energy source contributed to the lower microbial biomass over time, the microorganisms exposed to the highest rates of CTS had a decreased ability to grow with the presence of C and nutrients sources after several years; and b) this behavior suggests a limiting factor that affects soil microbial biomass at the highest CTS rate. The accumulation of high levels of Cr in soil after CTS application during these seven years is a probable limiting factor. In this case, Jones and Lennon (2010) suggested that the exposure of microbes to high metal accumulation might inhibit or maintain microbial biomass dormant until favorable conditions return. Our results agree with those of Onweremadu and Nwifo (2009) who found a significant reduction of microbial biomass due to high Cr concentration, suggesting that this element inhibits the accumulation of microbial biomass. A similar finding is also reported by Gough et al. (2008), who observed a decrease in soil microbial biomass in Cr-contaminated soil over time. This behavior of soil microbial biomass, mainly influenced by Cr accumulation, affected the microbial quotient (i.e., microbial biomass per unit of TOC), which decreased in the highly Cr-contaminated soil that was receiving CTS application in high rates. As shown in the results (Fig. 3d), the values of q_{mic} were higher and lower than 2% in the low and high CTS rates, respectively, which corroborates with Shi et al. (2002) who found q_{mic} of 1% versus 2%, in the Cr-contaminated and uncontaminated soils, respectively.

In contrast, soil qCO₂ increased over time with CTS application and it is associated with an elevation in soil respiration and a reduction of soil microbial biomass (i.e., an indication of soil disturbance) (Wardle and Ghani, 1995); this may occur when soil microbial biomass is under an unfavorable condition, such as metal-contaminated soil, and does not have the ability to physiologically cope with the stressor (Odum, 1985). Specifically, a high Cr concentration may exert a higher level of stress on soil microorganisms because the microbes have a low number of resistance genes to Cr (Sheik et al., 2012). Thus, these results confirm that Cr markedly reduced the physiological ability of soil microorganisms to grow, as also

reported by Sheik et al. (2012), who studied the effect of Cr, from tannery sludge, on soil microbial communities.

The response of soil enzymes to soil pollution depends on the type of contaminant and concentration. For example, metals can inhibit the soil enzymes by interacting with enzyme-substrate complexes, denaturing the enzyme protein and interacting with its active sites (Huang et al., 2009). Therefore, soil enzymes exhibited a variety of responses to the CTS application depending on the nature of the enzyme. Dehydrogenase activity was negatively affected by CTS application maybe due to the accumulation of Cr since this enzyme is highly sensitive to Cr contamination (Huang et al., 2009). Additionally, the reduction in SMB due to the strong accumulation of Cr contributed to the inhibition of dehydrogenase activity as this enzyme only exists within living cells (Dick, 1994). Similar findings were found by Wyszowska (2002) who evaluated the effect of chromium on soil enzymes and observed that the highest concentration of Cr (150 mg kg^{-1} of soil) caused a nearly complete inhibition of the dehydrogenase activity.

On the other hand, β -glucosidase and phosphatase are extracellular hydrolytic enzymes related to the soil C and P cycle (Gil-Sotres et al., 2005). Therefore, the levels of C and P in the soil contribute to the β -glucosidase and phosphatase activities. For soil phosphatase, the high activity level over time may have been influenced by the decrease in soil P during the experiment, since Nannipieri et al. (1979) reported that low availability of P in soil increases phosphatase activity. Our results also showed that a high amount of CTS stimulated phosphatase activity (Fig. 5b) as a response to the increase of available substrates in the soil. Similar findings are also reported by previous studies where increases in phosphatase activity after application of composted solid wastes were observed (Vinhai-Freitas et al., 2010; Lakhdar et al., 2010). In addition, the extracellular enzymes, β -glucosidase and phosphatase may not be influenced by factors controlling soil microorganisms (Nannipieri et al., 2011), such as the decrease in soil microbial biomass in Cr-contaminated soil. Usually, extracellular enzymes present lower turnovers compared to soil microbial biomass, thereby persisting in the soil during long periods after the decrease in the microbial biomass (Bonmati et al., 1991).

The PRC analysis showed how CTS application influenced soil properties over time, showing a positive correlation between the height of the CTS rate and the response of the chemical and microbial properties of the soil (Fig. 6). Therefore, CTS

application promoted different effects on the chemical and microbial properties, thereby changing the functioning of the soil ecosystem. In the PRC analysis, the weight (b_k) of each variable was used to find the more responsive and affected variables after CTS application over time. Thus, the results indicate that all soil properties, except β -glucosidase, dehydrogenase and microbial quotient, increased due to the CTS application, with Cr, pH, Ca, P, PHO and TOC as the most affected properties after CTS application. Particularly, these results confirm that Cr, pH, and Ca were strongly affected by CTS application and these factors may contribute to decreasing soil microbial biomass and activity over time. In contrast, the microbial properties of soil presented positive, negative or neutral responses to the CTS application. Therefore, CTS did not influence β -glucosidase, while negatively affecting dehydrogenase and microbial quotient. On the other hand, phosphatase, soil respiration and microbial biomass C were negatively affected by CTS over time. Given the magnitude of weight of the variable, these results indicate phosphatase and soil respiration as the most sensitive microbial indicators of CTS application to the soil.

5 Conclusions

The application of CTS in the soil changed the chemical and microbial properties of soil after seven years. However, CTS application influences the chemical and microbial properties of soil differently over time. Therefore, the more responsive and strongly affected variables after CTS application over time were Cr, pH, Ca, phosphatase, and soil respiration.

Acknowledgments

The authors thank “Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – CAPES” (grant 23038.007660/2011-51), and “Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico - CNPq” (grants 471347/2013-2; and 305102/2014-1) for financial support to this project.

6 References

- Adjia R, Fezeu WML, Tchatchueng JB, Sorho S, Echevarria G, Ngassoum MB (2008) Long term effect of municipal solid waste amendment on soil heavy metal content of sites used for periurban agriculture in Ngaoundere, Cameroon. *African Journal of Environmental Science and Technology* 2 (12):412-421.
- Ahlberg O, Gustafsson P, Wedel F (2006) Leaching of metals from sewage sludge during one year and their relation to particle size. *Environmental Pollution* 144:545-553.
- Alef K, Nannipieri P (1995) *Methods in soil microbiology and biochemistry*. Academic, New York.
- Anderson TH, Domsch KH (1993) The metabolic quotient for CO₂ (qCO₂) as a specific activity parameter to assess the effects of environmental conditions, such pH, on the microbial biomass of forest soils. *Soil Biology & Biochemistry* 25:393-395.
- Anikwe MAN, Nwobodo KCA (2002) Long term effect of municipal waste disposal on soil properties and productivity of site used for urban agriculture in Abakaliki, Nigeria. *Bioresource Technology* 83:241-250. [http://dx.doi.org/10.1016/S0960-8524\(01\)00154-7](http://dx.doi.org/10.1016/S0960-8524(01)00154-7).
- Araujo AS, Melo WJ, Singh RP (2010) Municipal solid waste compost amendment in agricultural soil: changes in soil microbial biomass. *Reviews in Environmental Science and Bio/Technology* 9:41-49. <http://dx.doi.org/10.1007/s11157-009-9179-6>.
- Araujo ASF, Miranda ARL, Oliveira MLJ, Santos VM, Nunes LAPL, Melo WJ, (2015) Soil microbial properties after 5 years of consecutive amendment with composted tannery sludge. *Environmental Monitoring and Assessment* 187:4153-4160. <http://dx.doi.org/10.1007/s10661-014-4153-3>.
- Araujo ASF, Lima LM, Santos VM, Schmidt R (2016) Repeated application of composted tannery sludge affects differently soil microbial biomass, enzymes activity, and ammonia-oxidizing organisms. *Environmental Science and Pollution Research* 23(19):19193-19200. <http://dx.doi.org/10.1007/s11356-016-7115-1>.
- APHA - American Public Health Association (2005). *Standard methods for the examination for water and wastewater*. American Public Health Association, Washington. 1600pp.
- Ben Achiba W, Gabteni N, Lakhdar A, Du Laing G, Verloo M, Jedidi N, Gallali T (2009) Effects of 5-year application of municipal solid waste compost on the distribution and mobility of heavy metals in a Tunisian calcareous soil. *Agriculture, Ecosystems & Environment* 130:156-163. <http://dx.doi.org/10.1016/j.agee.2009.01.001>.
- Bonmati M, Ceccanti B, Nannipieri P (1991) Spatial variability of phosphates, urease, organic carbon and total nitrogen in soil. *Soil Biology & Biochemistry* 23:391-396. [http://dx.doi.org/10.1016/0038-0717\(91\)90196-Q](http://dx.doi.org/10.1016/0038-0717(91)90196-Q).
- Bremner JM (1996) Nitrogen-total. In: Bigham JM (ed.) *Methods of soil analysis, part 3* Soil Science Society of America, American Society of Agronomy, Madison, pp 1085-1121.
- Casida LE, Klein DA & Santoro T (1965) Soil dehydrogenase activity. *Soil Science*, 98:371-376.

Condrón L, Stark C, O'Callaghan M, Clinton P, Huang Z (2010). The role of microbial communities in the formation and decomposition of soil organic matter. In: Dixon GR and Tilston EL (eds.) Soil microbiology and sustainable crop production, Springer Science+Business Media B.V, pp 81-118.

CONAMA - CONSELHO NACIONAL DO MEIO AMBIENTE. (2009). Resolução nº 420/2009, de 28 de dezembro de 2009. Diário Oficial da União, n. 249, de 30/12/2009, 81-84.

Crecchio C, Curci M, Pizzigallo MD, Ricciuti P, Ruggiero P (2004) Effects of municipal solid waste compost amendments on soil enzyme activities and bacterial genetic diversity. *Soil Biology & Biochemistry* 36(10):1595-605. <http://dx.doi.org/10.1016/j.soilbio.2004.07.016>.

Dick RP (1994) Soil enzyme activities as indicators of soil quality. In: Doran JW, Coleman DC, Bezdicek DF, Stewart BA (eds) Defining soil quality for a sustainable environment. Madison, SSSA, pp.107-124. (Special, 35).

Donagema GK, Campos DVB, Calderano SB, Teixeira WG, Viana JHM (2011) Manual de métodos de análise de solo, 2 ed. Embrapa Solos, Rio de Janeiro, 230pp.

Eivazi F, Tabatabai MA (1988) Glucosidases and galactosidases in soils. *Soil Biology & Biochemistry* 20:601-606. [http://dx.doi.org/10.1016/0038-0717\(88\)90141-1](http://dx.doi.org/10.1016/0038-0717(88)90141-1).

Ferreira AS, Camargo FAO, Vidor C (1999) Utilização de micro-ondas na avaliação da biomassa microbiana do solo. *Revista Brasileira de Ciência do Solo* 23:991-996. <http://dx.doi.org/10.1590/S0100-06831999000400026>.

Garcia-Gil JC, Plaza C, Soler-Rovira P, Polo A (2000) Long-term effects of municipal solid waste compost application on soil enzyme activities and microbial biomass. *Soil Biology & Biochemistry* 32:1907-1913. [http://dx.doi.org/10.1016/S0038-0717\(00\)00165-6](http://dx.doi.org/10.1016/S0038-0717(00)00165-6).

Giacometti C, Cavani L, Gioacchini P, Ciavatta C, Marzadori C (2012) Soil application of tannery land plaster, effects on nitrogen mineralization and soil biochemical properties. *Applied Environmental Soil Science* 1:1-9. <http://dx.doi.org/10.1155/2012/395453>.

Gil-Sotres F, Trasar-Cepeda C, Leirós MC, Seoane S (2005) Different approaches to evaluating soil quality using biochemical properties. *Soil Biology & Biochemistry* 37:877-887. <http://dx.doi.org/10.1016/j.soilbio.2004.10.003>.

Gough HL, Dahl AL, Nolan MA, Gaillard JF, Stahl DA (2008). Metal impacts on microbial biomass in the anoxic sediments of a contaminated lake. *Journal of Geophysical Research* 113, G02017. <http://dx.doi.org/10.1029/2007JG000566>.

Hargreaves JC, Adl MS, Warman PR (2008) A review of the use of composted municipal solid waste in agriculture. *Agriculture, Ecosystems and Environment* 123(1):1-4. <http://dx.doi.org/10.1016/j.agee.2007.07.004>.

Huang S, Peng B, Yang Z, Chai L, Zhou L (2009) Chromium accumulation, microorganism population and enzyme activities in soils around chromium-containing slag heap of steel alloy factory. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China* 19 (1):241-248. [http://dx.doi.org/10.1016/S1003-6326\(08\)60259-9](http://dx.doi.org/10.1016/S1003-6326(08)60259-9).

Islam KR, Weil RR (1998) Microwave irradiation of soil for routine measurement of microbial biomass carbon. *Biology and Fertility of Soils* 27:408-416.

Jones SE, Lennon JT (2010) Dormancy contributes to the maintenance of microbial diversity. *Proceedings of the National Academy of Sciences* 107(13):5881-5886. <http://dx.doi.org/10.1073/pnas.0912765107>.

Lakhdar A, Scelza R, Scotti R, Rao MA, Jedidi N, Gianfreda L, Abdelly C (2010) The effect of compost and sewage sludge on soil biologic activities in salt affected soil. *Revista de la ciencia del suelo y nutrición vegetal* 10(1):40-47. <http://dx.doi.org/10.4067/S0718-27912010000100005>.

Lavelle P, Spain A (2001) *Soil ecology*. Dordrecht: The Netherlands, Kluwer Academic Publishers.

Lee JJ, Park R D, Kim YW, Shim JH, Chae DH, Rim YS, Sohn BK, Kim TH, Kim KY (2004) Effect of food waste compost on microbial population, soil enzyme activity and lettuce growth. *Bioresource Technology* 93:21-28. <http://dx.doi.org/10.1016/j.biortech.2003.10.009>.

Madrid F, López R, Cabrera F (2007). Metal accumulation in soil after application of municipal solid waste compost under intensive farming conditions. *Agriculture, Ecosystems and Environment*, 119:249-256. <http://dx.doi.org/10.1016/j.agee.2006.07.006>.

Nannipieri P, Pedrazzini F, Arcara PG, Piovanelli C (1979) Changes in amino acids, enzyme activities and biomasses during soil microbial growth. *Soil Science* 127:26-34.

Nannipieri P, Giagnoni L, Landi L, Renella G (2011) Role of phosphatase enzymes in soil. In: Bunemann EK (ed) *Phosphorus in action*. *Soil Biology* 26. Springer-Verlag, Berlin, pp.215-243.

Nelson DW, Sommers LE (1996) Total carbon, organic carbon, and organic matter. In Page, A.L. (Ed.), *Methods of soil analysis, part 2* (2nd ed.) American Society of Agronomy, Madison.

Odum EP (1985) Trends expected in stressed ecosystems. *BioScience* 35:419-422. <http://dx.doi.org/10.2307/1310021>.

Onweremadu EU, Nwufu MI (2009) Pedogenetic activities of soil microbes as influenced by trivalent cationic chromium. *Research Journal of Soil Biology* 1:8-14. <http://dx.doi.org/10.3923/rjsb.2009.8.14>.

Patel A, Patra DD (2014) Influence of heavy metal rich tannery sludge on soil enzymes vis-à-vis growth of *Tagetes minuta*, an essential oil bearing crop. *Chemosphere* 112:323-332. <http://dx.doi.org/10.1016/j.chemosphere.2014.04.063>.

Pérez DV, Alcantara S, Ribeiro CC, Pereira RE, Fontes GC, Wasserman MA, Venezuela TC, Meneguelli NA, Macedo JR, Barradas CAA (2007) Composted municipal waste effects on chemical properties of a Brazilian soil. *Bioresource Technology*, 98:525-533. <http://dx.doi.org/10.1016/j.biortech.2006.02.025>.

R Core Team (2016) *R: A Language and Environment for Statistical Computing*. R Foundation for Statistical Computing. Vienna, Austria.

Richards LA (1954) *Diagnosis and improvement of saline and alkali soils*. Washington: US Department of Agriculture, 160pp (USDA Agricultural Handbook, 60).

Ros M, Klammer S, Knapp B, Aichberger K, Insam H (2006) Long-term effects of compost amendment of soil on functional and structural diversity and microbial activity. *Soil Use and Management* 22:209-218. <http://dx.doi.org/10.1111/j.1475-2743.2006.00027.x>.

Santos JA, Nunes LAPL, Melo WJ, Figueiredo MBV, Singh RP, Bezerra AAC, Araújo ASF (2011) Growth, nodulation and nitrogen fixation of cowpea in soils amended with composted tannery sludge. *Revista Brasileira de Ciência do Solo* 35:1865-1871. <http://dx.doi.org/10.1590/S0100-06832011000600003>.

Scherer HW, Metker DJ, Welp G (2011) Effect of long-term organic amendments on chemical and microbial properties of a Luvisol. *Plant, Soil and Environment*, 57(11):513-518.

Selivanovskaya SY, Latypova VZ (2006) Effects of composted sewage sludge on microbial biomass, activity and pine seedlings in nursery forest. *Waste Management* 26 (11):1253-1258. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wasman.2005.09.018>.

Sheik CS, Mitchell TW, Rizvi FZ, Rehman Y, Faisal M, Hasnain S, Krumholz LR (2012) Exposure of soil microbial communities to Chromium and Arsenic alters their diversity and structure. *PLoS ONE*, 7(6), e40059. <http://dx.doi.org/10.1371/journal.pone.0040059>.

Shi W, Bischoff M, Turco R, Konopka A (2002) Long-term effects of Chromium and lead upon the activity of soil microbial communities. *Applied Soil Ecology* 21(2):169-177. [http://dx.doi.org/10.1016/S0929-1393\(02\)00062-8](http://dx.doi.org/10.1016/S0929-1393(02)00062-8).

Silva MDM, Barajas-Aceves M, Araújo ASF, Araújo FF, Melo WJ (2014) Soil microbial biomass after three years of consecutive composted tannery sludge amendment. *Pedosphere* 24:469-475. [http://dx.doi.org/10.1016/S1002-0160\(14\)60033-3](http://dx.doi.org/10.1016/S1002-0160(14)60033-3).

Singh RP, Singh P, Araujo AS, Ibrahim MH, Sulaiman O (2011) Management of urban solid waste: Vermicomposting a sustainable option. *Resources Conservation and Recycling* 55(7):719-29. <http://dx.doi.org/10.1016/j.resconrec.2011.02.005>.

Tabatabai MA, Bremner JM (1969) Use of p-nitrophenyl phosphate for assay of soil phosphatase activity. *Soil Biology and Biochemistry* 1(4):301-307. [http://dx.doi.org/10.1016/0038-0717\(69\)90012-1](http://dx.doi.org/10.1016/0038-0717(69)90012-1).

Ter Braak CJF, Smilauer P (2012) *Canoco Reference Manual and User's Guide: Software for Ordination (Version 5.0)*. Microcomputer Power, Ithaca, NY, USA, 496 pp.

USEPA (1996) Acid digestion of sediments, sludge's and soils. Method 3050b. Washington, EPA, 12pp.

Van den Brink PJ, Ter Braak CJF (1998) Multivariate analysis of stress in experimental ecosystems by Principal Response Curves and similarity analysis. *Aquatic Ecology* 32:163-178. <http://dx.doi.org/10.1023/A:1009944004756>.

Van den Brink PJ, Ter Braak CJF (1999) Principal Response Curves: analysis of time-dependent multivariate responses of a biological community to stress. *Environmental Toxicology and Chemistry* 18:138-148. <http://dx.doi.org/10.1002/etc.5620180207>.

Vergara SE, Tchobanoglous G (2012) Municipal solid waste and the environment: a global perspective. *Annual Review of Environment and Resources* 37:277-309. <http://dx.doi.org/10.1146/annurev-environ-050511-122532>.

Vinhal-Freitas IC, Wangen DRB, Ferreira AS, Corrêa GF, Wendling B (2010) Microbial and enzymatic activity in soil after organic composting. *Revista Brasileira de Ciência do Solo* 34(3):757-764. <http://dx.doi.org/10.1590/S0100-06832010000300017>.

Wardle DA, Ghani A (1995) A critique of the microbial metabolic quotient (qCO_2) as a bioindicator of disturbance and ecosystem development. *Soil Biology & Biochemistry* 27:1601-1610. [http://dx.doi.org/10.1016/0038-0717\(95\)00093-T](http://dx.doi.org/10.1016/0038-0717(95)00093-T).

Wyszkowska J (2002) Soil contamination by Chromium and its enzymatic activity and yielding. *Polish Journal of Environmental Studies* 11(1):79-84.

Yeomans JC, Bremner JM (1988) A rapid and precise method for routine determination of organic carbon in soil. *Communication in Soil Science and Plant Analysis* 19:1467-1476. <http://dx.doi.org/10.1080/00103628809368027>.

Yuksel O (2015) Influence of municipal solid waste compost application on heavy metal content in soil. *Environmental Monitoring and Assessment* 187:313-320. <http://dx.doi.org/10.1007/s10661-015-4562-y>.

(Trabalho submetido a Acta Scientiarum)

CAPÍTULO II – Crescimento, acúmulo de Cr e produtividade de milho e feijão-caupi após sete anos de aplicações sucessivas de lodo de curtume compostado

Resumo

O acúmulo de cromo no solo tem sido relatado após aplicações sucessivas de lodo de curtume compostado. Este comportamento é motivo de preocupação, tendo em vista, que este elemento presente no solo pode ser absorvido pelas plantas e ser translocado para as partes comestíveis, entrando assim, na cadeia trófica. O trabalho avaliou o crescimento, o acúmulo de Cr e a produtividade do milho e feijão-caupi após sete anos de aplicações consecutivas de lodo de curtume compostado (LCC). O experimento foi montado em blocos casualizados, com quatro repetições, e os tratamentos consistiram de doses de LCC correspondentes a 0 (controle), 2,5, 5, 10 e 20 Mg ha⁻¹ (base seca). No solo de todos os tratamentos foram analisadas as propriedades químicas e a concentração de cromo. Na colheita, selecionou-se 10 plantas de milho (75 dias) e de feijão-caupi (68 dias) para avaliação da matéria seca da parte aérea (MSPA) e de raiz (MSR), produtividade e determinação das concentrações de Cr em diferentes partes das plantas. O fator de translocação (FT) e o fator de bioacumulação (FBA) também foram calculados. A aplicação do LCC aumentou a MSPA das plantas e a produtividade do milho e feijão-caupi em relação ao controle. Entretanto, não foi observada diferença significativa entre os tratamentos para MSR. As plantas de milho e feijão-caupi apresentam comportamento semelhante quanto à acumulação de Cr nos diferentes compartimentos, com maior bioacumulação nas raízes associada às maiores doses de LCC. Entretanto, divergiram quanto à translocação de Cr nas diversas partes. Enquanto o feijão-caupi aumentou no grão com as maiores doses de LCC, o milho reduziu a translocação para o grão. Assim, o LCC promove o crescimento e a produtividade das plantas com diferentes respostas das culturas quanto à transferência de cromo para a parte aérea após sete anos de aplicações sucessivas.

Palavras-chave: Manejo de resíduos, bioacumulação de cromo, translocação de cromo.

Abstract

Chromium accumulation in the soil have been reported after repeated applications of tannery sludge. This is concerning, given that this element can be absorbed by plants and be translocated to the edible parts, thus entering in the food chain. This study evaluated the growth, the accumulation of Cr and productivity of maize and cowpea after seven years of consecutive applications of composted tannery sludge (CTS). The experiment was a randomized block design with four replications and the treatments consisted of CTS rates corresponding to 0 (control), 2.5, 5, 10 and 20 Mg ha⁻¹ (dry basics) In the soil of all treatments were analyzed the chemical properties

and chromium concentration. At harvest, it selected 10 maize plants (75 days) and cowpea (68 days) for evaluation of shoot dry matter and root dry matter, productivity and Cr concentrations in different parts of the plant. Translocation factor (TF) and bioaccumulation factor (BAF) have been calculated to check the phytostabilization capability of studied plants. The application of CTS increased shoot dry matter and yield of maize and cowpea. While the cowpea increased in the grain with the highest rates of CTS, the maize reduced the translocation. Thus the CTS promotes the growth and yield of plants and reveals different responses of the crops for chromium transference to the shoot after seven years of successive CTS applications.

Keywords: waste management, chromium bioaccumulation, chromium translocation.

1 Introdução

O processamento industrial do couro bovino gera uma grande quantidade de resíduos sólidos, comumente conhecidos por lodo de curtume (MALAFAIA et al., 2016). O volume de lodo de curtume, em base seca, gerado pela indústria é de aproximadamente de 150 a 200 kg por tonelada de pele processada (PACHECO, 2005) contendo substâncias químicas tais como hidróxidos de cálcio e sódio e sais de cromo (Cr) (MARTINES, 2009). Geralmente, o lodo de curtume é disposto em aterros sanitários, resultando em elevado risco de contaminação do ambiente e danos para os seres humanos (GODECKE et al., 2012).

A compostagem do lodo de curtume vem sendo proposta como alternativa de tratamento do resíduo para utilização agrícola (ARAÚJO et al., 2015). Trabalhos anteriores têm mostrado que o uso de lodo de curtume compostado aumenta os teores de matéria orgânica, melhora a fertilidade do solo e eleva a produtividade das culturas (ARAÚJO et al., 2013; MIRANDA et al., 2014; GUIMARAES et al., 2015; OLIVEIRA; ARAUJO; MELO, 2015; ARAÚJO et al., 2016). Por outro lado, o composto apresenta elevados teores de Cr que podem limitar seu uso na agricultura (GUI-JU et al., 2006), uma vez que o elemento pode se acumular no solo e ser absorvido pelas plantas (GONDEK, 2008; GONÇALVES et al., 2014a; GUIMARÃES et al., 2015). Estudos têm mostrado que há acúmulo de cromo (Cr) no solo após adição consecutiva de lodo de curtume compostado (SANTOS et al., 2014; OLIVEIRA; ARAÚJO; MELO, 2015) e este comportamento é motivo de preocupação devido à sua eventual fitotoxicidade e potencial para a contaminação superficial e subterrânea (SUNITHA et al., 2014).

Em relação as plantas, diferentes espécies apresentam distintas capacidades de absorção e distribuição de Cr nos seus tecidos (TERFIE; ASFAW, 2015), podendo algumas plantas serem capazes de acumular alta quantidade de Cr sem serem danificadas (SINGH et al., 2013). Estudos têm mostrado comportamento diferenciado de plantas em relação a absorção e acúmulo de Cr após a aplicação de lodo de curtume (TUDUNWADA; ESSIET; MOHAMMED, 2007; CAVALLET; SELBACH; GIANELLO, 2007; OLIVEIRA; ARAÚJO; MELO, 2015; GUIMARÃES et al. 2015). Tudunwada, Essiet e Mohammed (2007) verificaram que após repetidas aplicações de lodo de curtume, houve aumento significativo da concentração de Cr na parte aérea do milho, mas não na do sorgo. Comportamento semelhante foi observado por Cavallet, Selbach e Gianello (2007) que avaliaram o efeito da aplicação de lodo de curtume sobre os teores de Cr no sistema solo-planta e verificaram aumento na concentração do elemento na parte aérea de rabanete, enquanto que em sorgo houve acúmulo de Cr nas raízes, sem transferência para a parte aérea e grãos. Recentemente, Guimarães et al. (2015) observaram que não houve aumento na concentração de Cr nos grãos de milho após três anos de aplicações consecutivas de lodo de curtume compostado. Por outro lado, Oliveira, Araújo e Melo (2015) avaliaram as concentrações de Cr no solo, nas frações da matéria orgânica, e em plantas de feijão-caupi, e observaram que, após quatro anos consecutivos de aplicação de lodo de curtume compostado, houve incremento do teor deste elemento nas folhas e grãos destas plantas.

Os trabalhos mostrados anteriormente sugerem que não há comportamento semelhante das plantas às aplicações consecutivas de lodo de curtume e consequente acúmulo de Cr no solo. Neste sentido, o comportamento distinto quanto à absorção e exportação de Cr pelas culturas, após aplicações sucessivas de lodo de curtume, indica influência de resposta das espécies de plantas para o acúmulo do elemento nas diferentes partes das plantas. Este estudo avaliou o crescimento, acúmulo de Cr e produtividade do milho e feijão-caupi após sete anos de aplicações consecutivas de lodo de curtume compostado.

2 Material e Métodos

O experimento foi conduzido na área experimental do Centro de Ciências Agrárias, Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina-PI (05° 05' S, 42° 48' W,

76 m de altitude) manejada há sete anos com repetidas aplicações anuais de lodo de curtume compostado (LCC). O solo da área é classificado como Neossolo Flúvico (EMBRAPA, 2006) e apresenta 100 g kg⁻¹ de argila, 280 g kg⁻¹ de silte e 620 g kg⁻¹ de areia na profundidade de 0,0-0,2 m. O clima do município, de acordo com a classificação climática de Thornthwaite e Mather (1955), é C1sA'a', caracterizado como subúmido seco, megatérmico, com excedente hídrico moderado no verão. As médias anuais de umidade relativa do ar e índice pluviométrico são: 69,4 % e 1.466, mm, respectivamente, sendo as maiores chuvas concentradas nos meses de janeiro a abril (BASTOS; ANDRADE JÚNIOR, 2014).

O LCC foi produzido pela mistura de lodo de curtume com bagaço de cana de açúcar e esterco bovino (1:3:1; v:v:v) e utilizou-se o processo de pilha revolvida (USDA, 1980) durante 90 dias. Para a caracterização química do LCC (Tabela 1), três amostras simples foram retiradas no composto, homogeneizadas e formaram uma amostra composta para análise. O teor de água foi determinado após secagem em estufa a 105 °C durante 24 h e o pH foi obtido diretamente por potenciometria (APHA, 2005). O carbono orgânico total (COT) foi avaliado por oxidação do dicromato de potássio sob aquecimento (NELSON; SOMMERS, 1996). O teor de N total foi determinado utilizando-se o método de Kjeldahl, após digestão com ácido sulfúrico (BREMNER, 1996). O teor total de Ca, Mg, K, P, S, Na, Zn, Cu, Cd, Pb, Ni, e a concentração de Cr foram determinadas por espectrofotometria de absorção atômica, após digestão com ácido nítrico concentrado em um forno de micro-ondas (USEPA, 1996).

Tabela 1. Propriedades do lodo de curtume compostado (LCC) utilizado no experimento.

pH	Umidade	COT ^a	N	P	K	Ca	Mg	Na	S	Cu	Ni	Cd	Cr	Pb
H ₂ O	%	-----g kg ⁻¹ -----							-----mg kg ⁻¹ -----					
7,5	68	201	15	4,9	2,9	121	7,2	49,1	10	16	23	1,9	1.943	40
CMP*	-	-	-	-	-	-	-	-	-	200	70	3	150	180

* Concentração máxima permitida (CMP) pela legislação para uso agrícola (CONAMA, 2009).

^aCOT – Carbono orgânico total.

O experimento foi instalado em blocos casualizados, com quatro repetições, e os tratamentos consistiram de doses de LCC correspondentes a 0, 2,5, 5, 10 e 20 Mg ha⁻¹ (base seca) distribuídas uniformemente nas parcelas (20 m² com área útil de 12 m²) e incorporadas ao solo na profundidade de 0,0-0,2 m manualmente com auxílio de enxada. No sétimo ano, a aplicação do LCC no solo foi realizada dez dias

antes da semeadura do milho (*Zea mays* L.) AG 1051. O milho foi semeado com densidade de 5 plantas m^{-1} , totalizando 62.000 plantas ha^{-1} . A colheita do milho foi realizada 75 dias após a emergência das plantas. Posteriormente, o feijão-caupi [*Vigna unguiculata* (L.) Pers.] cv. BRS Tumucumaque, foi semeado na densidade de 6 plantas m^{-1} , totalizando 120.000 plantas ha^{-1} . A colheita do feijão-caupi foi realizada 68 dias após a emergência das plantas. Durante o experimento, as plantas foram irrigadas por aspersão convencional, aplicando-se lâminas d'água crescentes de acordo com a exigência hídrica nos diferentes estágios fisiológicos destas plantas. Foram utilizados 656 mm e 670 mm de água para o milho e o feijão-caupi, respectivamente (Figura 1).

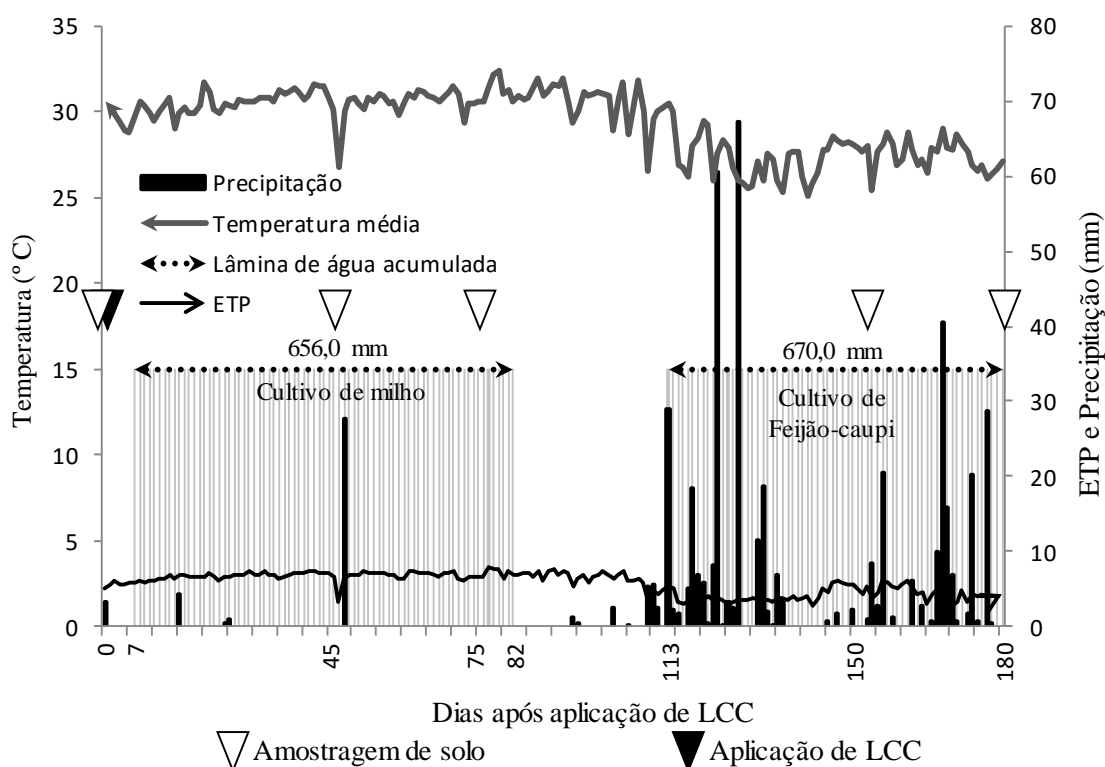


Figura 1. Representação dos dados climáticos, aplicação de LCC, amostragem de solo, períodos de cultivo de milho e feijão-caupi e lâmina de água acumulada durante o período experimental de 14 setembro de 2015 a 12 de março de 2016. ETP – Evapotranspiração potencial.

As coletas das amostras de solo (0,0-0,2 m) e das partes das plantas foram realizadas na aplicação do LCC (0 dias) e nos períodos de colheitas do milho (75 dias) e do feijão-caupi (68 dias). Para amostragem do solo, cinco subamostras foram coletadas por parcela para formar uma amostra composta. As amostras foram secas ao ar e peneiradas (2 mm) e analisou-se o pH ($CaCl_2$), cátions trocáveis (Ca^{2+} , Mg^{2+} ,

K⁺ e Na⁺) e fósforo disponível (P) de acordo com Donagema et al. (2011). A condutividade elétrica do solo (CE) foi avaliada em água (1:2; v:v) de acordo com o método descrito por Richards (1954). O C orgânico total (COT) foi determinado por via úmida utilizando uma mistura de 5 mL de dicromato de potássio (0,167 mol L⁻¹) e 7,5 mL de ácido sulfúrico concentrado, sob aquecimento (170 °C durante 30 min) (YEOMANS; BREMNER, 1988). O Cr foi extraído pelo método DTPA-TEA (LINDAY e NORVELL, 1978) e mensurado pelo método USEPA-3050 (USEPA, 1986).

Para avaliação da produtividade, 10 plantas de milho e de feijão-caupi foram selecionadas aleatoriamente. No milho, foram determinados o número de espigas verdes por parcela convertido em rendimento de espigas verdes por hectare (REV ha⁻¹) e o número de grãos por espiga (NGESP). No feijão-caupi foram obtidos, o número de grãos por vagem (NGV) e a produtividade de grãos (PG) convertida em kg ha⁻¹ (umidade de 13%). Para análise de matéria seca da parte aérea (MSPA) e de raiz (MSR) e do teor de Cr nas partes destas plantas, foram coletadas aleatoriamente dez plantas inteiras de cada cultura, que foram acondicionadas em sacos de papel e colocadas em estufa de circulação forçada de ar à temperatura de 65 °C até atingir massa constante. Para determinação dos teores totais de Cr, as plantas de milho foram separadas em raízes, colmos, folhas e grãos. As plantas de feijão-caupi foram separadas em raízes, folhas, vagens e grãos. As amostras foram moídas e a concentração de Cr foi determinada pela metodologia proposta por USEPA (1986). O fator de translocação (FT), que descreve a capacidade da planta translocar Cr da raiz até a parte aérea em diferentes concentrações, foi calculado como: $FT = \text{teor de Cr na parte aérea (mg kg}^{-1}) / \text{teor de Cr na raiz (mg kg}^{-1})$ (PATEL; PANDEY; PATRA, 2016). Fatores de bioacumulação (FBA) foram calculados como a razão entre a concentração de Cr em cada partição e a concentração total de Cr no solo (CARBONELL et al., 2011).

Os dados foram estatisticamente analisados pela análise de variância (ANOVA) e as médias foram comparadas pelo teste Tukey. Os dados relacionados à produtividade do milho (REV ha⁻¹, NGESP) e feijão-caupi (PG e NGV) foram submetidos à análise de regressão. Todos os dados foram analisados utilizando o software R (R Core Team, 2016).

3 Resultados e Discussão

A aplicação de lodo de curtume compostado aumentou a matéria seca da parte aérea do milho e do feijão-caupi (Figura 2A). Houve incremento na ordem de 107% e 76%, na dose de 20 Mg ha⁻¹ em relação ao controle para o milho e feijão-caupi, respectivamente. Este aumento pode estar relacionado com maior disponibilidade de nutrientes no solo após a adição de LCC (Apêndice A). O LCC apresenta elevados teores de matéria orgânica e elementos químicos que melhoram a fertilidade do solo e, conseqüentemente, a disponibilidade de nutrientes (Tabela 1). Comportamento semelhante das plantas foram observados por outros autores (ARAUJO et al., 2008; CARBONELL et al., 2011; GONÇALVES et al., 2014; GUIMARÃES et al., 2015) quando aplicaram diferentes doses de lodo de curtume e observaram aumento significativo na produção de biomassa das plantas. A MSR não apresentou diferença significativa após a aplicação do LCC (Figura 2B). O resíduo não contribui para o aumento das raízes e que, este não apresenta toxidez para o crescimento radicular. Isto pode estar relacionado com a baixa mobilidade do Cr através da membrana celular, tendo como resultado rara ocorrência de toxicidade nas plantas (PANDA; CHOUDHURY, 2005). Resultado semelhante foi obtido por Berilli et al. (2014) quando avaliaram a influência de diferentes proporções de lodo de curtume, para a produção de mudas de café Conilon.

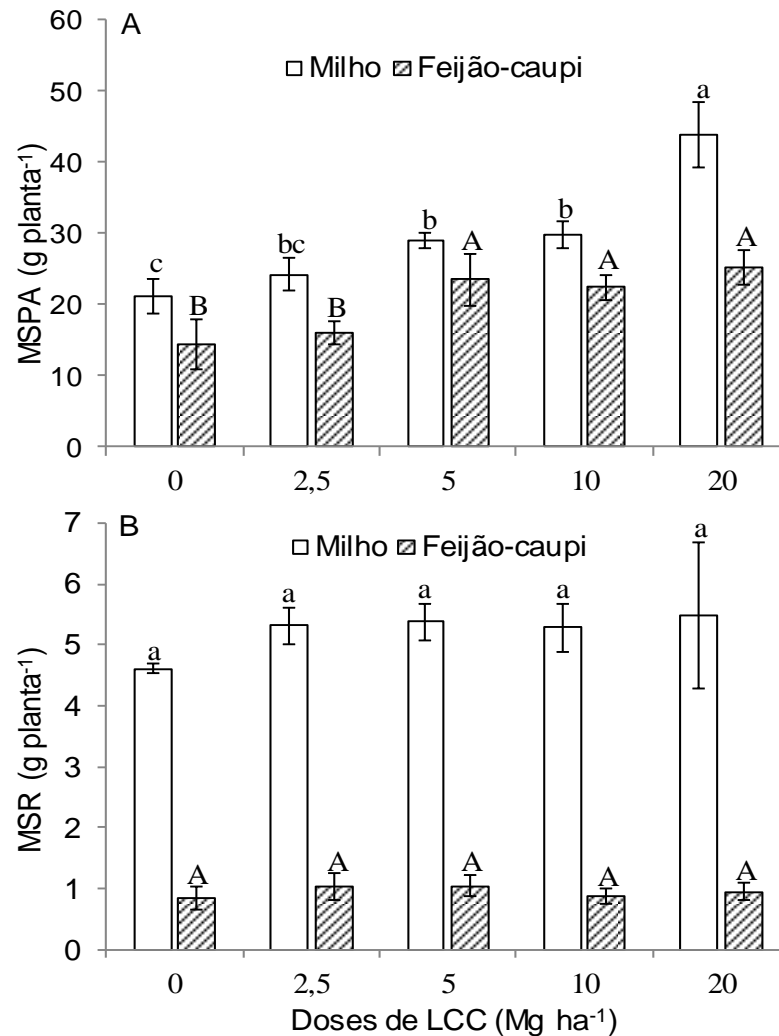


Figura 2. (A) Matéria seca da parte aérea – MSPA e (B) matéria seca de raiz – MSR de plantas de milho e feijão-caupi em função de doses de lodo curtume compostado. Letras minúsculas diferentes indicam diferença significativa ($P<0,01$) entre os tratamentos para a cultura do milho. Letras maiúsculas diferentes indicam diferença significativa ($P<0,01$) entre os tratamentos para a cultura do feijão-caupi. As barras representam o erro padrão da média ($n=4$)

As variáveis relacionadas à produtividade do milho e feijão-caupi apresentaram ajuste quadrático significativo pela adição de LCC, exceto o número de grãos por vagem (Tabela 2). De acordo com a equação de regressão, o NGESP máximo estimado foi de 277 grãos na maior dose (20 Mg ha⁻¹). Por outro lado, o REV apresentou rendimento máximo estimado de 26.130 espigas comerciais ha⁻¹ na dose de 15,3 Mg ha⁻¹ de LCC. Para PG foi observado máximo de 664,48 kg ha⁻¹ com a dose de 12,7 Mg ha⁻¹ de LCC. Estes resultados podem ser associados à melhoria da fertilidade do solo e, conseqüentemente, ao aumento de matéria seca da parte

aérea, que é responsável pela produção e exportação de fotoassimilados ao resto da planta, principalmente à formação dos grãos (WUBS et al., 2009).

Tabela 2. Parâmetros produtivos do milho e feijão-caupi, equações de regressão e coeficiente de determinação em resposta a doses de lodo curtume compostado. Teresina-PI, 2016.

Doses (Mg ha ⁻¹)	Milho ^a	
	REV (mil ha ⁻¹)	NGESP
0	7,515 ± 1,0	152,35 ± 8,6
2,5	15,865 ± 2,2	175,45 ± 9,6
5	17,952 ± 0,8	208,85 ± 9,4
10	23,380 ± 2,7	244,10 ± 13,6
20	24,633 ± 2,5	277,05 ± 6,7
Eq. regressão (\hat{y} =)	$-74,4x^2 + 2278,2x + 8690,4$ $R^2 = 0,97^{**}$	$-0,309x^2 + 12,49x + 150,68$ $R^2 = 0,99^{**}$
Doses (Mg ha ⁻¹)	Feijão-caupi ^b	
	PG (kg ha ⁻¹)	NGV
0	424,36 ± 70,02	10,70 ± 0,74
2,5	625,92 ± 63,59	11,05 ± 1,18
5	605,17 ± 94,60	10,88 ± 1,30
10	615,08 ± 77,11	9,78 ± 2,29
20	611,45 ± 63,94	9,68 ± 1,61
Eq. regressão (\hat{y} =)	$-1,149x^2 + 29,11x + 480,095$ $R^2 = 0,61^*$	$\bar{Y} = 10,42^{ns}$

^a REV – Rendimento de espigas verdes; NGESP – Número de grãos por espiga;

^b PG – Produtividade de grãos; NGV – Número de grãos por vagem;

± significa erro padrão da média (n=4).

Estudos prévios têm demonstrado que a aplicação de lodo de curtume compostado proporcionou aumentos na produtividade das plantas, tais como rabanete (NABAVINIA et al. 2015), feijão-caupi (GONÇALVES et al., 2014) e milho (MALAFAIA et al., 2016). Entretanto, o monitoramento do acúmulo de elementos traço, principalmente o Cr, no solo e nas plantas deve ser realizado em virtude da possível translocação deste metal na planta e entrada na cadeia trófica. As parcelas submetidas às maiores doses de LCC apresentaram teores de Cr no solo superior ao tratamento controle, evidenciando que adição deste resíduo promoveu maior teor do elemento no solo. Esse aumento está relacionado à composição química do LCC que apresenta elevado teor de Cr. Resultados semelhantes foram observados por Miranda et al. (2014) após cinco anos de aplicações sucessivas de lodo de curtume compostado.

Independentemente da cultura, a concentração de Cr variou nas diferentes partes das plantas. Nas raízes de milho, aumentou significativamente com a

aplicação das doses de LCC, onde os valores variaram de 47,17 a 152,07 mg kg⁻¹ para o controle e 10 Mg ha⁻¹, respectivamente. Não houve aumento significativo na concentração de Cr no colmo, sendo o valor médio de Cr 2,44 mg kg⁻¹. Entretanto, houve aumento na concentração de Cr nas folhas de milho nos tratamentos com adição de LCC, em que os valores variaram de 4,39 a 10,77 no controle e 20 Mg ha⁻¹, respectivamente. Interessantemente, a concentração de Cr nos grãos diminuiu com a adição de LCC (Figura 3).

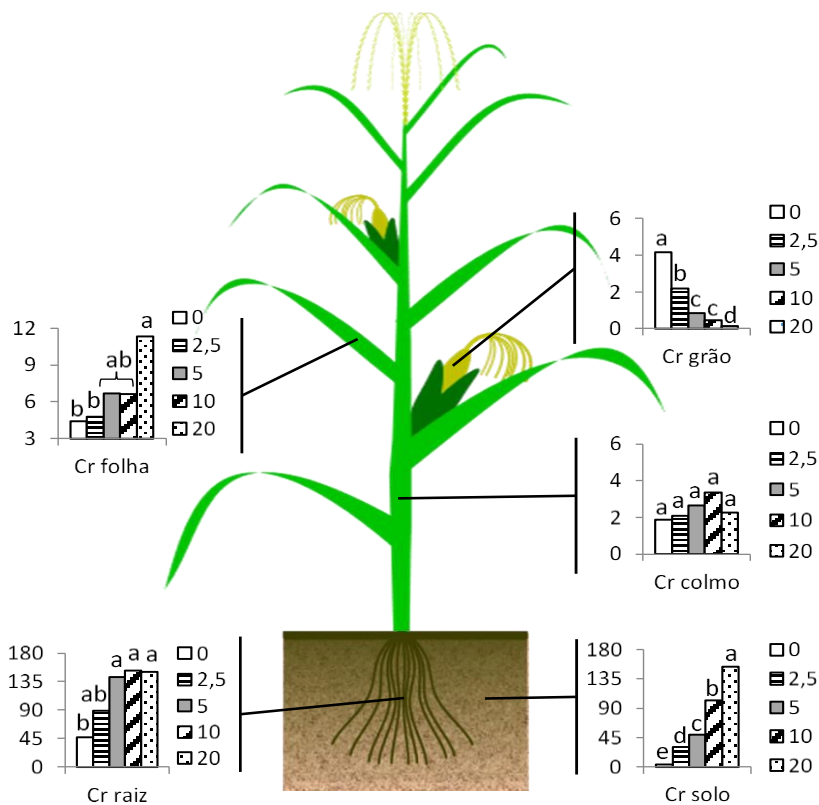


Figura 3. Concentração total de Cr (mg kg⁻¹) nas partições da planta de milho cultivado em solo submetido a diferentes doses de lodo de curteume compostado (Mg ha⁻¹). Letras iguais em cada particionamento não diferem entre si pelo teste Tukey a 5% de probabilidade

No feijão-caupi a concentração de Cr aumentou significativamente com a aplicação das diferentes doses de LCC no solo, exceto na vagem com valor médio de 4,99 mg kg⁻¹. Nas raízes a concentração de Cr variou de 31,17 mg kg⁻¹ a 93,26 mg kg⁻¹ para o controle e 20 Mg ha⁻¹, respectivamente. Entretanto, foram observadas diferenças significativas nas folhas com valores variando de 11,31 a 29,92 mg kg⁻¹ no controle e 20 Mg ha⁻¹, respectivamente. Diferentemente do milho, a concentração de Cr no grão de feijão-caupi aumentou com a aplicação de LCC (Figura 4).

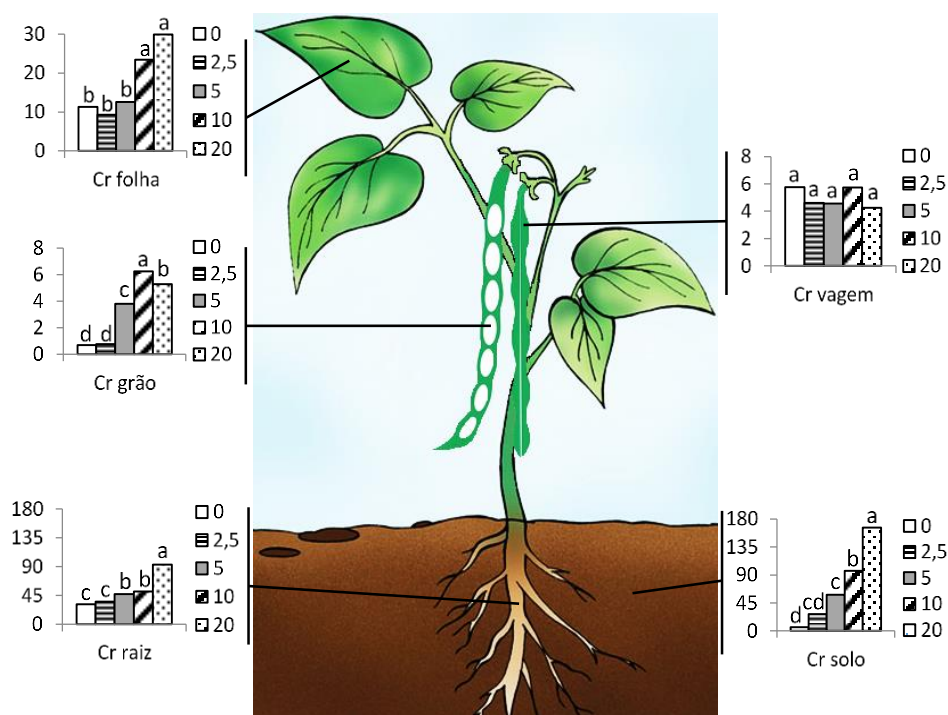


Figura 4. Concentração total de Cr (mg kg^{-1}) nas partições da planta de feijão-caupi cultivado em solo submetido a diferentes doses de lodo de curtume compostado (Mg ha^{-1}). Letras iguais em cada particionamento não diferem entre si pelo teste Tukey a 5% de probabilidade

Em todos os tratamentos a concentração de Cr nas plantas de milho e feijão-caupi foi relativamente maior nas raízes do que na parte aérea. O maior teor de Cr na raiz pode ser devido ao seu contato direto com o elemento no solo (SAMPANPANISH, TIPPAYASAK; CHAIRAT-UTAI, 2010). Além disso, pode existir uma quantidade significativa de íons Cr associados com a raiz, e fisicamente adsorvida aos sítios extracelulares carregados negativamente com os grupos carboxílicos (COO^-) das paredes das células das raízes (WEISA; WEISB, 2003; GOMES et al., 2011) e outra parte seria absorvida pelas células e imobilizada no vacúolo (SHANKER et al., 2004; NEMATSHAHI et al. 2012). Considerando ainda que houve incremento da parte aérea e não foi verificado efeito negativo às raízes das plantas com o aumento das doses de LCC, é provável que a retenção de Cr nas raízes represente uma estratégia de defesa natural empregada pelas plantas (SINHA; GUPTA; BHATT, 2007).

Cavallet, Selbach e Gianello (2007) avaliaram o efeito da aplicação de lodo de curtume sobre os teores de Cr no sistema solo-planta-percolado e verificaram aumento na concentração do elemento nos tecidos de *Raphanus sativus* L.,

enquanto que em *Sorghum vulgare* Pers. o maior acúmulo ocorreu nas raízes, sem transferência para a parte aérea e grãos. Além disso, os autores observaram que os teores de Cr nos grãos de *Sorghum vulgare* Pers. diminuíram nos tratamentos com lodo. Tudunwada, Essiet e Mohammed (2007) verificaram o efeito do uso de lodo de curtume sobre os teores de elementos traço nas plantas de sorgo e milho e concluíram que as repetidas aplicações do resíduo aumentaram a concentração de Cr em ambas as culturas. Esta diferença de resultados pode estar relacionada com o pH, presença de sítios de ligação coloidal e complexos de Cr-orgânicos (DESPINA, 2012), capacidade de troca de cátions e os teores de argila dos solos (ANTONIADIS; ROBINSON; ALLOWAY, 2008). O estado de oxidação e concentração do Cr também influenciam a biodisponibilidade e absorção do Cr pelas plantas (BABULA et al., 2008).

Os resultados mostram que há comportamento semelhante das plantas de milho e feijão-caupi quanto ao acúmulo de Cr nas suas partições (Tabela 3). Em todos os tratamentos, os maiores fatores de bioacumulação aparecem para raízes, indicando boa capacidade das plantas de acumular este metal nesta partição. Resultados semelhantes foram obtidos por Patel, Pandey e Patra (2016) quando avaliaram a absorção de cromo por *Mentha spicata* cultivada sob diferentes níveis de lodo de curtume. Observou-se ainda, que houve redução dos FBA com a aplicação das maiores doses de LCC, com resultados interessantes para os grãos (FBA<1), indicando baixa absorção de Cr (CARBONELL et al., 2011). É possível que a redução da absorção de Cr com a aplicação das maiores doses de LCC, esteja relacionada com o aumento da matéria orgânica do solo, que atua como imobilizador e regulador da disponibilidade deste elemento tóxico para as plantas (SINGH; AGRAWAL, 2007; KABATA-PENDIAS, 2011; BRANZINI; ZUBILLAGA, 2012), bem como pelo aumento do pH do solo, que potencializa a imobilização (POSSATO et al., 2014). Assim, a adição de LCC pode contribuir para estes mecanismos pelo aumento dos teores de matéria orgânica e pH do solo.

Tabela 3. Fator bioacumulação de Cr em diferentes partes da planta de milho cultivado em solo submetido a aplicações consecutivas de lodo de curtume compostado. Teresina-PI, 2016.

LCC (Mg ha ⁻¹)	Milho			
	Raiz	Colmo	Folha	Grão
0	12,26 ± 3,64	0,46 ± 0,26	1,14 ± 0,30	1,08 ± 0,23
2,5	2,98 ± 0,53	0,07 ± 0,03	0,16 ± 0,05	0,08 ± 0,04
5	2,89 ± 0,44	0,05 ± 0,03	0,13 ± 0,04	0,02 ± 0,02
10	1,51 ± 0,42	0,03 ± 0,00	0,06 ± 0,02	< 0,01
20	0,98 ± 0,36	0,01 ± 0,01	0,07 ± 0,02	< 0,01
	Feijão-caupi			
	Raiz	Vagem	Folha	Grão
0	5,53 ± 1,59	1,02 ± 0,26	2,00 ± 0,70	0,12 ± 0,03
2,5	1,31 ± 0,16	0,17 ± 0,03	0,34 ± 0,04	0,03 ± 0,00
5	0,88 ± 0,29	0,09 ± 0,05	0,23 ± 0,07	0,07 ± 0,01
10	0,60 ± 0,28	0,07 ± 0,05	0,26 ± 0,06	0,07 ± 0,03
20	0,56 ± 0,05	0,03 ± 0,00	0,18 ± 0,04	0,03 ± 0,01

± significa erro padrão da média (n=4).

Houve variação entre as plantas de milho e feijão-caupi quanto a translocação de Cr da raiz à parte aérea. Embora os maiores FT tenham sido observados nas folhas, para ambas espécies, nas plantas de milho a translocação de Cr no grão foi reduzida com a aplicação das maiores doses de LCC (Figura 5A), enquanto que no feijão-caupi, houve maior translocação no grão com o aumento das doses de LCC (Figura 5B). Neste sentido, o comportamento distinto quanto a exportação de Cr pelas culturas, após aplicações sucessivas de lodo de curtume compostado pode indicar influência de resposta das espécies para o acúmulo do elemento nas diferentes partes das plantas. Isto pode estar relacionado com modificação no metabolismo destas plantas para se adaptarem ao excesso de Cr (WANG et al., 2013). As plantas de milho acumularam, relativamente maior teor de cromo nas raízes que as planta de feijão-caupi. Isto pode explicar a baixa translocação para a parte aérea, tendo em vista que a fração de Cr ligada à parede celular das raízes não pode ser translocada para a parte aérea e, portanto, não poderia ser removida na colheita da biomassa aérea (TERFIE; ASFAW, 2015). Para Hossner et al. (1998), as dicotiledôneas absorvem e transportam mais Cr à parte aérea do que monocotiledôneas, possivelmente pelas diferenças no padrão de enraizamento, taxa de transpiração e metabolismo entre os dois grupos de plantas. Entretanto, observou-se que para as duas culturas, os FT de todas as partições foram menores

que 1, sugerindo baixa translocação de Cr da raiz para a parte aérea e, assim indicando imobilização eficiente deste elemento nas raízes (CARBONELL et al., 2011).

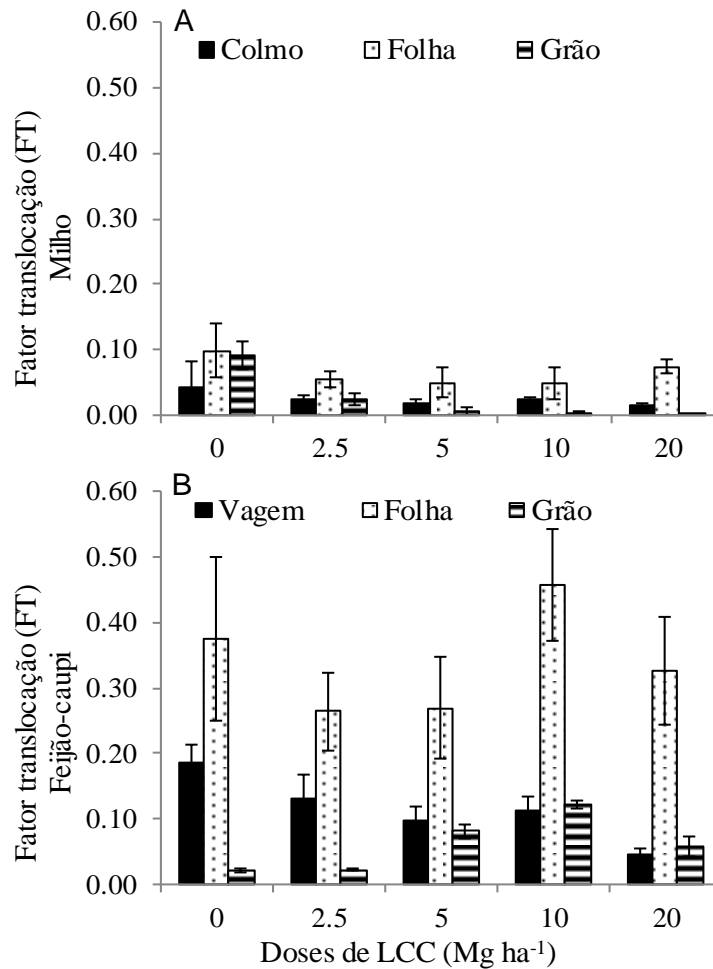


Figura 5. Fator translocação de Cr na parte aérea de plantas de milho (A) e feijão-caupi (B) após aplicação de diferentes doses de LCC (Mg ha⁻¹) ao solo. As barras representam o erro padrão da média (n=4)

4 Conclusões

Após sete anos, a aplicação de LCC proporcionou aumento no desenvolvimento e produtividade de plantas de milho e feijão-caupi. As plantas apresentam comportamento semelhante quanto à bioacumulação de cromo nos diferentes compartimentos vegetais. Entretanto, mostram diferentes respostas quanto à translocação de cromo para a parte aérea.

5 Referências bibliográficas

- ANTONIADIS, V.; ROBINSON, J. S.; ALLOWAY, B. J. Effects of short-term pH fluctuations on cadmium, nickel, lead, and zinc availability to ryegrass in a sewage sludge-amended field. **Chemosphere**, v. 71, p. 759-764, 2008.
- APHA - American Public Health Association. **Standard methods for the examination for water and wastewater**. Washington: American Public Health Association, 2005. 1600 p.
- ARAUJO, F. F.; TIRITAN, C. S.; PEREIRA, H. M.; CAETANO JÚNIOR, O. Desenvolvimento do milho e fertilidade do solo após aplicação de lodo de curtume e fosforita. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 12, n. 5, p. 507-511, 2008.
- ARAÚJO, A. S. F.; SILVA, M. D. M.; LEITE, L. F. C.; ARAUJO, F. F.; DIAS, N. S. Soil pH, electric conductivity and organic matter after three years of consecutive amendment of composted tannery sludge. **African Journal of Agricultural Research**, v. 8, n. 14, p. 1204-1208, 2013.
- ARAÚJO, A. S. F.; MIRANDA, A. R. R.; OLIVEIRA, M. L. J.; SANTOS, V. M.; NUNES, L. A. P. L.; MELO, W. J. Soil microbial properties after 5 years of consecutive amendment with composted tannery sludge. **Environmental Monitoring and Assessment**, v. 187, p. 4153-4160, 2015.
- ARAÚJO, A. S. F.; LIMA, L. M.; SANTOS, V. M.; SCHMIDT, R. Repeated application of composted tannery sludge affects differently soil microbial biomass, enzymes activity, and ammonia-oxidizing organisms. **Environmental Science and Pollution Research**, p. 1-8, 2016.
- BABULA, P.; ADAM, V.; OPATRILOVA, R.; ZEHNALEK, J.; HAVEL, L.; KIZEK, R. Uncommon heavy metals, metalloids and their plant toxicity: a review. **Environmental Chemistry Letters**, v. 6, p. 189-213, 2008.
- BASTOS, E. A.; ANDRADE JÚNIOR, A. S. **Boletim agrometeorológico de 2013 para o município de Teresina, Piauí**. Teresina: Embrapa Meio-Norte, 38 p. (Embrapa Meio-Norte. Documentos, 228). 2014.
- BERILLI, S. S.; QUIUQUI, J. P. C.; REMBINSKI, J.; SALLA, P. H. H.; GABRIEL BERILLI, A. P. C.; LOUZADA, J. M. Utilização de lodo de curtume como substrato alternativo para a produção de mudas de café conilon. **Coffee Science**, v. 9, n. 4, p. 472-479, 2014.
- BRANZINI A; ZUBILLAGA M. S. Comparative use of soil organic and inorganic amendments in heavy metals stabilization. **Applied and Environmental Soil Science**, v. 2012, Article ID 721032, 2012.
- BREMNER, J. M. Nitrogen-total. In J. M. BIGHAM (ed.). **Methods of soil analysis**. Madison: Soil Science Society of America, American Society of Agronomy, 1996. Part 3, p. 1085-1121.
- CARBONELL, G; IMPERIAL, R. M.; TORRIJOS, M.; DELGADO, M.; RODRIGUEZ, J. A. Effects of municipal solid waste compost and mineral fertilizer amendments on soil properties and heavy metals distribution in maize plants (*Zea mays* L.). **Chemosphere**, v. 85, p. 1614-1623, 2011.

CAVALLET, L. E.; SELBACH, P. A.; GIANELLO, C. Concentração de cromo no sistema solo-planta-percolado em função da aplicação de resíduos de curtume em um Argissolo de Estância Velha (RS). **Scientia Agraria**, v. 8, n. 1, p. 87-93, 2007.

DESPINA, M. B. Chromium levels in soils and vegetables from Timis County Romania. **Journal of Horticulture, Forestry and Biotechnology**, v. 16, n. 2, p. 106-111, 2012.

DONAGEMA, G. K.; CAMPOS, D. V. B.; CALDERANO, S. B.; TEIXEIRA, W. G.; VIANA, J. H. M. **Manual de métodos de análise de solo**, 2 ed. Rio de Janeiro: Embrapa Solos, 2011. 230p.

GODECKE, M. V., RODRIGUES, M. A. S., NAIME, R. H. Resíduos de curtume: estudo das tendências de pesquisa. **Revista Eletrônica em Gestão, Educação e Tecnologia Ambiental**, v. 7, n. 7, p. 1357-1378, 2012.

GOMES, M. P.; MARQUES, T. C. L. L. S. M.; NOGUEIRA, M. O. G.; CASTRO, E. M.; SOARES, Â. M. Ecophysiological and anatomical changes due to uptake and accumulation of heavy metal in *Brachiaria decumbens*. **Scientia Agricola**, v. 68, n. 5, p. 566-573, 2011.

GONDEK, K. Chromium bioaccumulation from composts and vermicomposts based on tannery sludges. **Journal of Central European Agriculture**, v. 9, n. 1, p. 129-140, 2008.

GONÇALVES, I. C. R.; ARAÚJO, A. S. F.; NUNES, L. A. P. L.; BEZERRA, A. A. C.; MELO, W. J. Heavy metals and yield of cowpea cultivated under composted tannery sludge amendment. **Acta Scientiarum Agronomy**, v. 36, n. 4, p. 443-448, 2014.

GUI-JU, L.; CHUAN-BO, Z.; JING, Z.; FENG, W. Chrome sludge compost: Effects on crops and soils. **Journal of the Society of Leather Technologists and Chemists**, v. 90, n. 1, p. 10-13, 2006.

GUIMARÃES, W. P.; ARAÚJO, A. S. F.; OLIVEIRA, M. L. J.; ARAÚJO, F. F.; MELO, W. J. Efeito residual de lodo de curtume compostado sobre os teores de cromo e produtividade do milho verde. **Científica**, v. 43, n. 1, p. 37-42, 2015.

HOSSNER, L. R.; LOEPPERT, R. H.; NEWTON, R. J.; SZANISZLO, P. J. **Literature review**: Phytoaccumulation of chromium, uranium, and plutonium in plant systems. United States. UNT Digital Library. Disponível em: <<http://digital.library.unt.edu/ark:/67531/metadc692326/>>. Acesso em: 26 jul. 2016.

KABATA-PENDIAS, A. **Trace elements in soils and plants**. 4 ed. CRC Press LLC, Boca Raton, Florida, 2011. 505 p. Disponível em: <http://www.petronet.ir/documents/10180/2323242/Trace_Elements_in_Soils_and_Plants>. Acesso em: 20 de jul. de 2016.

LINDAY, W. L.; NORVELL, W. A. Development of a DTPA soil test for zinc, iron, manganese and copper. **Soil Science Society of American Journal**, v. 42, p. 421-428, 1978.

MALAFAIA, G.; ARAÚJO, F. G.; ESTRELA, D. C.; GUIMARÃES, A. T. B.; LEANDRO, W. M.; RODRIGUES, A. S. L. Corn production in soil containing *in natura* tannery sludge and irrigated with domestic wastewater. **Agricultural Water Management**, v. 163, p. 212-218, 2016.

- MARTINES, A. M. **Avaliação ambiental e agrônômica do uso de lodo de curtume no solo**. 2009. Tese (Doutorado em Solos e Nutrição de Plantas) - Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2009.
- MIRANDA, A. R. L.; NUNES, L. A. P. L.; OLIVEIRA, M. L. J.; MELO, W. J.; ARAÚJO, A. S. F. Growth and nodulation of cowpea after 5 years of consecutive composted tannery sludge amendment. **Spanish Journal of Agricultural Research**, v. 12, n. 4, p. 1175-1179, 2014.
- NABAVINIA, F.; EMAMI, H.; ASTARAEI, A.; LAKZIAN, A. Effect of tannery wastes and biochar on soil chemical and physicochemical properties and growth traits of radish. **International Agrophysics**, v. 39, p. 333-339, 2015.
- NELSON, D. W.; SOMMERS, L. E. Total carbon, organic carbon, and organic matter. In PAGE, A.L. (ed.). **Methods of soil analysis**. 2 ed. Madison: American Society of Agronomy, 1996.
- NEMATSHAHI, N.; LAHOUTI, M.; GANJEALI, A. Accumulation of chromium and its effect on growth of *Allium cepa* cv Hybrid. **European Journal of Experimental Biology**, v. 2, n.4, p. 969-974, 2012.
- OLIVEIRA, M. L. J.; ARAUJO, A. S. F.; MELO, W. J. Chromium in soil organic matter and cowpea after four consecutive annual applications of composted tannery sludge. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 39, n. 1, p. 297-302, 2015.
- PACHECO, J. W. F. **Curtumes**. São Paulo: CETESB, 2005. 76 p.
- PANDA, S. K.; CHOUDHURY, S. Chromium stress in plants. **Brazilian Journal of Plant Physiology**, v. 17, p. 95-102, 2005.
- PATEL, A.; PANDEY, V.; PATRA, D. D. Metal absorption properties of *Mentha spicata* grown under tannery sludge amended soil-its effect on antioxidant system and oil quality. **Chemosphere**, v. 147, p. 67-73, 2016.
- POSSATO, E. L.; SCARAMUZZA, W. L. M. P.; WEBER, O. L. S.; NASCENTES, R.; BRESSIANI, A. L.; CALEGARIO, N. Atributos químicos de um Cambissolo e crescimento de mudas de eucalipto após adição de lodo de curtume contendo cromo. **Revista Árvore**, v. 38, n. 5, p. 847-856, 2014.
- R Core Team. **R: A Language and Environment for Statistical Computing**. R Foundation for Statistical Computing. Vienna, Austria. 2016.
- RICHARDS, L.A. **Diagnosis and improvement of saline and alkali soils**. Washington: US Department of Agriculture, USDA Agricultural Handbook, 60, 1954. 160p.
- SAMPANPANISH, P.; TIPPAYASAK, K.; CHAIRAT-UTAI, P. Chromium accumulation by phytoremediation with monocot weed plant species and a hydroponic sand culture system. **Journal of Environmental Research and Development**, v. 4, n. 3, p. 654-667, 2010.
- SANTOS, J. L.; ARAÚJO, A. S. F.; NUNES, L. A. P. L.; OLIVEIRA, M. L. J.; MELO, W. J. Chromium, cadmium, nickel and lead in a tropical soil after 3 years of consecutive applications of composted tannery sludge. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, v. 45, p. 1658-1666, 2014.
- SHANKER, A. K.; DJANAGUIRAMAN, M.; SUDHAGAR, R.; CHANDRASHEKAR, C. N.; PATHMANABHAN, G. Differential antioxidative response of ascorbate glutathione

pathway enzymes and metabolites to chromium speciation stress in green gram (*Vigna radiata* (L.) R. Wilczek. cv CO 4) roots. **Plant Science**, v. 166, n. 4, p. 1035-1043, 2004.

SINGH, R. P.; AGRAWAL, M. Effects of sewage sludge amendment on heavy metal accumulation and consequent responses of *Beta vulgaris* plants. **Chemosphere**, v. 67, p. 2229-2240, 2007.

SINGH, R. P.; AGRAWAL, M. Variations in heavy metal accumulation, growth and yield of rice plants grown at different sewage sludge amendment rates. **Ecotoxicology and Environmental Safety**, v. 73, p. 632-641, 2010.

SINGH, H. P.; MAHAJAN, P.; KAUR, S.; BATISH, D. R.; KOHLI, R. K. Chromium toxicity and tolerance in plants. **Environmental Chemistry Letters**, v. 11, p. 229-254, 2013.

SINHA, S.; GUPTA, A. K.; BHATT, K. Uptake and translocation of metals in fenugreek grown on soil amended with tannery sludge: Involvement of antioxidants. **Ecotoxicology and Environmental Safety**, v. 67, p. 267-277, 2007.

SUNITHA, R.; MAHIMAIRAJA, S.; BHARANI, A.; GAYATHRI, P. Enhanced phytoremediation technology for chromium contaminated soils using biological amendments. **International Journal of Science and Technology**, v. 3, n. 3, p. 153-162, 2014.

TERFIE, T. A.; ASFAW, S. L. Evaluation of selected wetland plants for removal of chromium from tannery wastewater in constructed wetlands, Ethiopia. **African Journal of Environmental Science and Technology**, v. 9, n. 5, p. 420-427, 2015.

THORNTHWAITE, C. W.; MATHER, J. R. **The water balance**. Centerton, NJ: Drexel Institute of Technology - Laboratory of Climatology, 1955. 104p. (Publications in Climatology, vol. VIII, n.1)

TUDUNWADA, I. Y.; ESSIET, E. U.; MOHAMMED, S. G. The effects of tannery sludge on heavy metals concentration in cereals on small-holder farms in Kano, Nigeria. **Notulae Botanicae Horti Agrobotanici Cluj-Napoca**, v. 35, n. 2, p. 55-60, 2007.

USDA - United States Department of Agriculture. **Manual for Composting of Sewage Sludge by the Beltsville Aerated-pile Method**. USDA-EPA. 1980. 65p.

USEPA - United States Environmental Protection Agency. **Test method for evaluating solid waste**. Washington, 1986. 152p.

WANG, R.; GAO, F.; GUO, B-Q.; HUANG, J-C.; WANG, L.; ZHOU, Y-J. Short-term chromium-stress-induced alterations in the maize leaf proteome. **International Journal of Molecular Sciences**, v. 14, p. 11125-11144, 2013.

WUBS, A. M.; M. A, Y.; HEUVELINK, E.; MARCELIS, L. F. M. Genetic differences in fruit-set patterns are determined by differences in fruit sink strength and a source: sink threshold for fruit set. **Annals of Botany**, v. 104, p. 957-964, 2009.

YEOMANS, J. C.; BREMNER, J. M. A rapid and precise method for routine determination of organic carbon in soil. **Communication in Soil Science and Plant Analysis**, v. 19, p. 1467-1476, 1988.

APÊNDICES/APPENDICES

Apêndice A/Appendix A. Média de atributos químicos do solo sob aplicação de diferentes doses de lodo de curtume compostado - LCC (0, 2,5, 5, 10 e 20 Mg ha⁻¹) e tempo de amostragem (0, 45, 75, 150 e 180 dias). Teresina-PI, 2016.

LCC (Mg ha ⁻¹)	Tempo de amostragem (dias de experimento)				
	0	45	75	150	180
Cr (mg kg⁻¹)					
0	1,9 dA	1,9 dA	1,7 eA	1,8 eA	2,3 eA
2,5	6,2 cA	6,2 cA	6,4 dA	6,3 dA	6,0 dA
5	8,8 bA	8,8 bA	8,0 cA	8,0 cA	8,5 cA
10	9,0 bB	9,1 bB	11,0 bA	11,0 bA	10,6 bA
20	15,9 aA	15,9 aA	13,1 aB	13,1 aB	13,5 aB
pH (CaCl₂)					
0	4,7 dC	5,4 cAB	5,6 dA	5,5 cA	5,1 dB
2,5	5,1 cC	5,7 cAB	5,8 cdA	5,8 bcA	5,4 dBC
5	5,7 bB	6,1 bA	6,0 cAB	6,0 bAB	5,8 cB
10	5,8 bC	6,5 aA	6,6 bA	6,6 aA	6,2 bBC
20	6,6 aB	6,8 aAB	6,9 aA	6,8 aAB	6,6 aB
EC (dS m⁻¹)					
0	0,3 aB	0,5 bA	0,7 bA	0,5 aA	0,5 aAB
2,5	0,3 aB	0,6 abA	0,7 abA	0,5 aA	0,5 aA
5	0,3 aB	0,6 abA	0,7 abA	0,6 aA	0,5 aAB
10	0,3 aB	0,7 abA	0,7 abA	0,6 aA	0,6 aA
20	0,4 aD	0,9 aAB	0,9 aA	0,7 aBC	0,6 aCD
TOC (g kg⁻¹)					
0	5,9 bAB	5,9 cAB	5,5 bAB	5,4 bAB	4,9 bB
2,5	6,9 bAB	7,0 bcAB	7,0 abA	6,0 abBC	5,7 abC
5	7,1 abA	7,3 abcA	7,3 aA	6,9 abA	6,8 aA
10	7,5 abABC	7,6 abAb	7,7 aA	6,7 abBC	6,6 aC
20	8,7 aA	8,9 aA	8,5 aA	7,5 aB	7,1 aB
P (mg dm⁻³)					
0	6,0 cA	5,8 bAB	6,0 cA	4,8 cAB	4,3 cB
2,5	6,0 cAB	5,8 bAB	6,8 bcA	4,5 cB	5,0 bcB
5	8,3 bcA	8,3 abA	7,3 bcAB	7,0 bcAB	6,0 abcB
10	12,3 abA	10,5 aAB	10,3 abAB	9,5 abBC	7,8 abC
20	12,5 aA	12,0 aA	12,5 aA	10,8 aAB	9,5 aB
Ca (mmolc dm⁻³)					
0	15,0 cA	13,0 bA	13,3 bA	13,5 cA	12,5 cA
2,5	20,0 bcA	18,3 bA	20,0 abA	17,5 bcA	17,0 bcA
5	26,0 abAB	27,8 aA	26,0 aAB	23,8 abB	22,8 abB
10	27,8 aA	26,3 aAB	24,3 aB	23,5 abB	23,5 abB
20	31,0 aA	29,3 aAB	27,3 aBC	27,3 aBC	25,8 aC
K (mmolc dm⁻³)					
0	2,2 aA	2,3 aA	2,2 aA	2,2 aA	1,9 aB
2,5	2,3 aA	2,5 aA	2,2 aA	2,4 aA	1,8 aB
5	2,4 aA	2,7 aA	2,3 aA	2,5 aA	1,9 aB
10	2,3 aB	2,7 aA	2,2 aB	2,3 aAB	1,9 aC
20	2,2 aB	2,7 aA	2,2 aB	2,3 aAB	1,8 aC

APÊNDICE A/APPENDIX A, continua

LCC (Mg ha ⁻¹)	Tempo de amostragem (dias de experimento)				
	0	45	75	150	180
Mg (mmolc dm⁻³)					
0	5,3 bA	6,5 bA	6,5 aA	6,0 aA	5,0 bA
2,5	7,0 abAB	7,8 abA	7,8 aA	8,0 aA	5,8 abB
5	7,8 aAB	9,3 aA	8,0 aAB	8,0 aAB	7,0 abB
10	7,8 aAB	9,3 aA	8,5 aAB	8,0 aAB	7,5 abB
20	8,0 aAB	9,0 aA	8,8 aA	8,3 aAB	7,0 abB
Na (mmolc dm⁻³)					
0	3,6 aB	4,3 bA	4,6 aA	4,6 bAB	4,4 aA
2,5	4,0 aB	4,9 abA	5,0 aA	5,3 abA	4,9 aA
5	4,1 aB	5,1 aA	4,9 aA	5,1 abA	4,9 aA
10	4,2 aB	5,1 aAB	4,9 aA	5,1 abA	4,6 aA
20	4,0 aB	5,2 aA	4,9 aA	5,3 aA	4,9 aA

Médias seguidas de mesma letra maiúscula na linha e letra minúsculas na coluna não diferem entre si ao nível de 5% de significância pelo teste Tukey.

Apêndice B/Appendix B. Média de atributos microbiológicos do solo sob aplicação de diferentes doses de lodo de curtume compostado - LCC (0, 2,5, 5, 10 e 20 Mg ha⁻¹) e tempo de amostragem (0, 45, 75, 150 e 180 dias). Teresina-PI, 2016.

LCC (Mg ha ⁻¹)	Tempo de amostragem (dias de experimento)				
	0	45	75	150	180
Carbono da biomassa microbiana (mg C kg⁻¹ solo)					
0	154,7 bAB	156,7 bA	154,5 bAB	137,2 aAB	117,4 aB
2,5	180,5 abAB	185,8 bA	206,2 aA	141,5 aBC	128,2 aC
5	178,7 abAB	183,6 bA	197,1 abA	143,1 aBC	124,8 aC
10	185,0 abB	233,9 aA	217,6 aAB	127,5 aC	119,8 aC
20	207,4 aB	248,3 aA	222,9 aAB	124,7 aC	102,5 aC
Respiração do solo - Log (x) (mg C-CO₂ kg⁻¹ dia⁻¹)					
0	1,42 aA	1,42 cAb	1,40 dAb	1,40 cAb	1,35 bB
2,5	1,40 aB	1,52 bA	1,51 cA	1,47 bAb	1,41 abB
5	1,36 abD	1,53 bAB	1,55 bcA	1,46 bBC	1,45 aC
10	1,36 abC	1,57 bA	1,61 bA	1,48 bB	1,46 aB
20	1,33 bD	1,65 aA	1,69 aA	1,55 aB	1,42 aC
qCO₂ (mg C-CO₂ kg⁻¹ C da biomassa dia⁻¹)					
0	0,173 aA	0,168 aA	0,168 bA	0,183 cA	0,183 bA
2,5	0,143 abB	0,180 aAB	0,155 bB	0,210 bcA	0,205 bA
5	0,133 abC	0,185 aB	0,183 abB	0,205 bcAB	0,235 abA
10	0,125 abD	0,163 aCD	0,190 abBC	0,233 bAB	0,240 abA
20	0,108 bD	0,183 aC	0,220 aBC	0,288 aA	0,260 aAB
qMic (%)					
0	2,62 aA	2,64 aA	2,84 aA	2,55 aA	2,41 aA
2,5	2,66 aAB	2,67 aAB	2,85 aA	2,39 aAB	2,25 aA
5	2,52 aA	2,51 aA	2,75 aA	2,16 abAB	1,83 abB
10	2,48 aAB	3,08 aA	2,88 aA	1,96 abBC	1,81 abC
20	2,39 aA	2,78 aA	2,60 aA	1,69 bB	1,45 bB
Desidrogenase (mg TTC kg⁻¹ solo)					
0	6,0 aD	11,1 aAB	12,4 aA	9,2 aBC	7,9 aC
2,5	5,7 aD	9,3 abAB	10,7 abcA	8,3 aBC	7,0 aCD
5	5,6 aC	7,9 bB	10,8 abA	8,2 aB	7,5 aBC
10	4,3 aC	8,7 bAB	9,8 bcA	8,3 aAB	7,3 aB
20	4,5 aB	8,5 bA	8,9 cA	8,4 aA	7,2 aA
Fosfatase ácida (µg PNP g⁻¹ solo h⁻¹)					
0	17,7 cB	46,8 dA	43,0 cA	21,3 cB	23,2 cB
2,5	24,2 cC	55,4 cdA	46,1 cAB	25,2 cB	37,4 bB
5	48,7 bBC	65,9 bcA	55,1 bcAb	30,8 bcD	42,2 bcD
10	53,5 bB	75,4 bA	62,0 bB	39,9 abC	56,6 aB
20	67,8 aBC	89,9 aA	76,7 aB	46,7 aD	60,5 aC
β-glicosidase (µg PNP g⁻¹ solo h⁻¹)					
0	26,6 aA	28,7 aA	18,2 abB	5,6 aC	6,5 aC
2,5	21,7 bB	25,1 cA	17,0 bC	5,6 aD	5,8 aD
5	21,6 bB	25,3 bcA	19,2 abB	6,3 aC	5,9 aC
10	20,8 bB	27,6 abcA	20,3 abB	6,5 aC	6,1 aC
20	21,3 bB	28,4 abA	21,1 aB	6,4 aC	7,3 aC

Médias seguidas de mesma letra maiúscula na linha e letra minúsculas na coluna não diferem entre si ao nível de 5% de significância pelo teste Tukey.