

RENNAN DO AMARAL BASTOS

**EMIÇÃO DE AMÔNIA, RETENÇÃO DE NITROGÊNIO E VALOR FERTILIZANTE
DE CAMA DE FRANGO TRATADA COM ADITIVOS QUÍMICOS**

Tese apresentada à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Solos e Nutrição de Plantas, para obtenção do título de *Doctor Scientiae*.

Orientador: Reinaldo Bertola Cantarutti

Coorientador: Edson Marcio Mattiello

**VIÇOSA - MINAS GERAIS
2021**

**Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Central da Universidade
Federal de Viçosa - Campus Viçosa**

T

B327e
2021

Bastos, Rennan do Amaral, 1988-

Emissão de amônia, retenção de nitrogênio e valor
fertilizante de cama de frango tratada com aditivos químicos
[recurso eletrônico] / Rennan do Amaral Bastos. – Viçosa, MG,
2021.

1 tese eletrônica (142 f.): il. (algumas color.).

Orientador: Reinaldo Bertola Cantarutti.

Tese (doutorado) - Universidade Federal de Viçosa.

Inclui bibliografia.

DOI: <https://doi.org/10.47328/ufvbbt.2021.009>

Modo de acesso: World Wide Web.

1. Solos - Respiração. 2. Solos - Absorção. 3. Urease.
4. Amônia. 5. Volatização. 6. Nitrogênio. 7. Resíduos orgânicos
como fertilizantes. I. Universidade Federal de Viçosa.
Departamento de Solos. Programa de Pós-Graduação em Solos e
Nutrição de Plantas. II. Título.

CDD 22. ed. 631.4

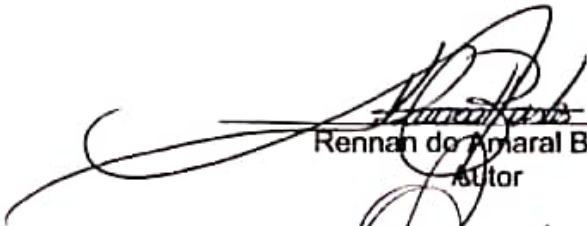
RENNAN DO AMARAL BASTOS

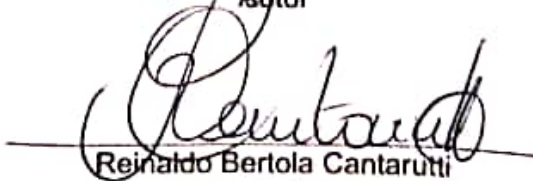
**EMISSÃO DE AMÔNIA, RETENÇÃO DE NITROGÊNIO E VALOR FERTILIZANTE
DE CAMA DE FRANGO TRATADA COM ADITIVOS QUÍMICOS**

Tese apresentada à Universidade Federal
de Viçosa, como parte das exigências do
Programa de Pós-Graduação em Solos e
Nutrição de Plantas, para obtenção do título
de *Doctor Scientiae*.

APROVADA: 14 de julho de 2021.

Assentimento:


Rennan do Amaral Bastos
Autor


Reinaldo Bertola Cantarutti
Orientador

À vovó Ilma do Amaral Costa (*in memoriam*), por seu empenho em prol da minha educação,
dedico esta Tese de Doutorado.

AGRADECIMENTOS

A Deus, que se manifestou em minha vida através do amparo de mulheres aguerridas, agradeço por lograr mais uma conquista acadêmica.

À Nardele Campos Felício Bastos, que me motivou a cursar o Doutorado na UFV, sou grato pela dedicação à nossa família, companheirismo e auxílio ininterrupto durante a condução dos experimentos apresentados nesta obra. Certamente essa Tese também lhe pertence.

Ao Professor Reinaldo Bertola Cantarutti, agradeço por ter-me apresentado novas perspectivas de pesquisa no âmbito da Ciência do Solo, pelo marcante exemplo de dedicação ao trabalho docente e grande amparo ao longo do Curso de Doutorado. Também se faz necessário agradecê-lo por compreender minhas especificidades docentes e pelas valiosas contribuições durante o planejamento, execução dos experimentos e escrita da Tese.

Ao Professor Raphael Bragança Alves Fernandes, manifesto minha gratidão pelo auxílio prestado enquanto Coordenador de Curso, sem o qual não seria possível superar as adversidades que enfrentei ao longo de meu afastamento para qualificação profissional. Sua conduta solidária é um exemplo para os demais Docentes desta Universidade e não será esquecida.

Aos colegas de trabalho Ademir Pereira Leite e Klever Cristiano Silveira, manifesto minha estima e reconhecimento pelo fundamental auxílio durante a condução dos experimentos, pelas horas de trabalho compartilhadas durante as análises e necessários momentos de descontração.

Aos Srs. André Feres Lopes Cardoso e José Lopes Cardoso, agradeço pela possibilidade de utilizar as instalações de produção comercial do Sítio Bonsucesso e pela cessão de materiais para os experimentos conduzidos na Universidade.

Às Técnicas Adriana Corrêa Mendonça e Poliana Gonçalves da Silva, agradeço pelo grande auxílio durante o planejamento e execução das análises químicas, pelas instruções práticas que otimizaram a rotina de trabalho e demais suportes.

Ao Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Acre, agradeço pela licença para qualificação.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001.

A Bailarina (A Beatriz)

Esta menina
Tão pequenina
Quer ser bailarina.

Não conhece nem dó nem ré
Mas sabe ficar na ponta do pé.

Não conhece nem mi nem fá
mas inclina o corpo para cá e para lá.

Não conhece nem lá nem si,
mas fecha os olhos e sorri.

Roda, roda, roda com os bracinhos no ar
e não fica tonta nem sai do lugar.

Põe no cabelo uma estrela e um véu
e diz que caiu do céu.

Esta menina
tão pequenina
quer ser bailarina.

Mas depois esquece todas as danças,
e também quer dormir como as outras crianças.

Cecília Meireles.

BIOGRAFIA

Rennan do Amaral Bastos colou grau como Engenheiro Agrônomo na Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro em 2011. Durante a graduação foi bolsista de Iniciação Científica no PIBIC/CNPq, integrou as diretorias do Centro de Estudos Agronômicos (CEA) e do Núcleo de Estudos Agronômicos (NEAGRO). Em 2016 concluiu o Mestrado no Programa de Pós-Graduação em Agronomia - Ciência do solo, na Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro. Em 2017 iniciou o Curso de Doutorado no Programa de Pós-Graduação em Solos e Nutrição de Plantas, na Universidade Federal de Viçosa. Entre 2011 e 2012 foi Professor no Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Minas Gerais. Desde 2013 é Professor no Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Acre.

RESUMO

BASTOS, Rennan do Amaral, D.Sc., Universidade Federal de Viçosa, julho de 2021. **Emissão de amônia, retenção de nitrogênio e valor fertilizante de cama de frango tratada com aditivos químicos.** Orientador: Reinaldo Bertola Cantarutti. Coorientador: Edson Marcio Mattiello.

A mineralização de compostos orgânicos da cama de frango acarreta perda de N via volatilização de NH_3 e, conseqüentemente, reduz o valor deste resíduo para seu aproveitamento como fertilizante. Uma alternativa para minorar essa perda é tratar a cama com aditivos químicos que desfavoreçam os processos associados à decomposição do N. O objetivo da Tese foi compreender como os aditivos químicos aumentam a retenção de N na cama de frango e as implicações que a utilização desse material como fertilizante traz para o solo e para a planta. A Tese foi dividida em três capítulos. No primeiro capítulo foram selecionados aditivos químicos e doses de aplicação com base no potencial de retenção de N e, posteriormente, avaliado o efeito dos produtos em ambiente de produção comercial. Em experimento de incubação laboratorial, combinando cinco aditivos [$Al_2(SO_4)_3$, fosfogesso, $CuSO_4$, $FeSO_4$ e $ZnSO_4$] e três doses, verificou-se que a acidificação é proporcional a quantidade de aditivo aplicada e que as maiores doses diminuíram a perda de NH_3 nas camas tratadas com $CuSO_4$ e $FeSO_4$, enquanto aumentou naquela tratada com fosfogesso. Em ambiente de produção comercial, dois experimentos (1 – cama nova de maravalha e 2 - cama de frango reutilizada) foram montados conforme delineamento em blocos casualizados sob esquema fatorial $4 \times 2 + 1$ e dez repetições, onde se combinaram a aplicação de $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$ e $ZnSO_4$ à aplicação inicial ou reaplicação dos aditivos, acrescidos de uma testemunha (cama sem aditivo). A reaplicação de $Al_2(SO_4)_3$ e de $ZnSO_4$ otimizou a retenção de N nas camas, enquanto a de $CuSO_4$ foi necessária para aumentar o teor de N. A reaplicação de $FeSO_4$ não alterou o teor de N na maravalha, mas foi necessária para aumentar a retenção na cama reutilizada. Com o segundo capítulo da Tese objetivou-se avaliar a retenção de N em camas de frango tratadas com aditivos químicos e os efeitos da aplicação desses materiais sobre o solo e plantas de milho. Dois experimentos em frascos abertos (1 - cama de frango de primeiro e 2 - cama de frango de segundo lote) foram realizados sob delineamento inteiramente casualizado com dez repetições, avaliando-se cinco aditivos químicos e uma testemunha: $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$, $ZnSO_4$, NBPT e ausência de aditivos. Todos os aditivos aumentaram a retenção de N nas camas. As aplicações de $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$ e $ZnSO_4$ acidificaram as duas camas, enquanto a de NBPT apenas

reduziu a atividade da urease. Dois experimentos com plantas em vasos com solo (1 - cama de frango de segundo lote e 2 - cama de frango de terceiro lote) foram montados conforme um delineamento em blocos casualizados com 10 repetições, onde se avaliaram as camas de frango enriquecidas com aditivos químicos [$Al_2(SO_4)_3$, $FeSO_4$, $ZnSO_4$ e NBPT] e duas testemunhas (cama de frango sob ausência de aditivos químicos e ausência de adubação). As camas tratadas com $Al_2(SO_4)_3$ aumentaram a acidez potencial e o teor de S no solo, além do acúmulo de biomassa, conteúdo N e de S e índice de balanço de N. As adubações com as camas tratadas com $CuSO_4$, $FeSO_4$ e $ZnSO_4$ acidificaram o solo, aumentaram o acúmulo de biomassa e o conteúdo de N nas plantas, assim como o de Cu, Fe e Zn, respectivamente. As adubações com as camas tratadas com NBPT aumentaram o conteúdo de N nas plantas. No terceiro capítulo da Tese objetivou-se avaliar os processos associados à mineralização do N em cama de frango tratada com aditivos químicos. Quatro experimentos de incubação foram montados conforme um delineamento inteiramente casualizado com cinco repetições, avaliando-se nove aditivos químicos e uma testemunha: $Al_2(SO_4)_3$, fosfogesso, S^0 , H_3BO_3 , $ZnSO_4$, $FeSO_4$, $CuSO_4$, sais combinados ($H_3BO_3 + ZnSO_4 + FeSO_4 + CuSO_4$), NBPT e ausência de aditivos. Nas camas tratadas com $Al_2(SO_4)_3$ e $FeSO_4$ a acidificação diminuiu a emissão de NH_3 e, consequentemente, aumentou a retenção de N. O fosfogesso manteve os valores de respiração basal e de atividade da urease elevados ao longo do tempo e acarretou grande perda de NH_3 . O S^0 favoreceu a respiração microbiana e causou lenta acidificação da cama. As aplicações de H_3BO_3 e $ZnSO_4$ diminuíram a respiração basal e a quantidade de NH_3 volatilizada. As aplicações de $CuSO_4$ e de sais combinados reduziram o pH, a respiração basal e a atividade da urease, resultando em baixa emissão de NH_3 . O NBPT inibiu a atividade da urease e acarretou grande acúmulo de ureia na cama, mas possibilitou perda gradual de NH_3 ao longo do tempo. O N mineralizado na cama de frango pode ser retido na estrutura dos minerais Tschermigita e Amôniojarosita.

Palavras-chave: pH. Urease. Respiração microbiana. Volatilização de NH_3 .

ABSTRACT

BASTOS, Rennan do Amaral, D.Sc., Universidade Federal de Viçosa, July, 2021. **Ammonia emission, nitrogen retention and fertilizer value of poultry litter treated with chemical additives.** Adviser: Reinaldo Bertola Cantarutti. Co-adviser: Edson Marcio Mattiello.

The mineralization of organic compounds from chicken litter can lead to N loss via NH_3 volatilization and, consequently, reduce the value of this residue for use as fertilizer. An alternative to mitigate this loss is to treat the litter with chemical additives that undermine the processes associated with the decomposition of N. The purpose of this Thesis was to understand how chemical additives increase N retention in chicken litter and what implications for the soil and the plant the use of this material as a fertilizer brings. The Thesis was divided into three parts. The first part selected chemical additives and application doses based on the potential for N retention and, later, evaluated the effect of the products in a commercial production environment. In a laboratory incubation test, combining five additives [$Al_2(SO_4)_3$, phosphogypsum, $CuSO_4$, $FeSO_4$ e $ZnSO_4$] and three doses, it was found that acidification is proportional to the amount of additive applied and that the highest doses decreased the loss of NH_3 in the treated beds with $CuSO_4$ and $FeSO_4$, while increasing in that treated with phosphogypsum. In a commercial production environment, two trials (1 - wood shavings and 2 - reused chicken litter) were set up according to a randomized block design under a factorial scheme $4 \times 2 + 1$ and ten repetitions, Where the application of $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$ e $ZnSO_4$ was combined with the initial application or reapplication of the additives, plus an absolute control. The reapplication of Al and Zn optimized the retention of N in the beds, while that of Cu was necessary to increase the N content. The reapplication of $Al_2(SO_4)_3$ and $ZnSO_4$ optimized the retention of N in the poultry litter, while that of $CuSO_4$ was necessary to increase the N content. The reapplication of $FeSO_4$ did not change the N content in the wood shaving, but it was necessary to increase the yield in the reused poultry litter. The second part of the Thesis aimed to evaluate the N retention in poultry litter treated with chemical additives and the effects of the application of these materials on the soil and corn plants. Two testing on open flasks (1 - poutry litter first flock and 2 - poutry litter second flock) were carried out in a completely randomized design with ten replications, evaluating six chemical additives and one control: $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$ and $ZnSO_4$, NBPT and absence additives. All additives increased N retention in the beds. The applications of $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$ and $ZnSO_4$

acidified the two poultry litter, while that of NBPT only reduced urease activity. Two experiments with plants in pots with soil (1 - poultry litter second flock and 2 - poultry litter third flock) were assembled according to a randomized block design with 10 repetitions, where poultry litters enriched with chemical additives were evaluated [$Al_2(SO_4)_3$, $FeSO_4$, $ZnSO_4$ and NBPT] and two witnesses (poultry litter under absence of chemical additives and absence of fertilization). The poultry litter treated with $Al_2(SO_4)_3$ increased the potential acidity and the S content in the soil, in addition to the accumulation of biomass, N and S content and N balance index. Fertilization with poultry litter treated with $CuSO_4$, $FeSO_4$ and $ZnSO_4$ acidified the soil, increased the accumulation of biomass and the N content in plants, as well as that of Cu, Fe and Zn, respectively. Fertilization with NBPT treated litter increased the N content in the plants. The third part of the Thesis aimed to evaluate processes associated with the mineralization of N in poultry litter treated with chemical additives. Four incubation tests were carried out according to a completely randomized design with five replications, evaluating nine chemical additives and a control: $Al_2(SO_4)_3$, phosphogypsum, S^0 , H_3BO_3 , $ZnSO_4$, $FeSO_4$, $CuSO_4$, combined salts (H_3BO_3 , $ZnSO_4$, $FeSO_4$ and $CuSO_4$), NBPT and absence of additives. In litters treated with $Al_2(SO_4)_3$ and $FeSO_4$, acidification favored the emission of NH_3 and increased the retention of N. Phosphogypsum kept baseline respiration and urease activity values high over time and resulted in a large loss of NH_3 . The S^0 favored microbial respiration and caused slow acidification of the litter. The applications of H_3BO_3 and $ZnSO_4$ decreased baseline respiration and the amount of volatilized NH_3 . The applications of $CuSO_4$ and combined salts reduced the pH, baseline respiration and urease activity, enabling low NH_3 emissions. The NBPT inhibited urease activity and caused a large accumulation of urea in the litter, but allowed for a gradual loss of NH_3 over time. The mineralized N in the poultry litter can be retained in the structure of the minerals Tschermigite and Ammoniumjarosite.

Keywords: pH. Urease. Microbial respiration. Volatilization of NH_3 .

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Esquema representando a degradação do ácido úrico.....	39
Figura 2. Imagens das unidades experimentais de PVC vazias e preenchidas com maravalha ou cama de segundo lote sobre o piso em instação de produção comercial.....	35
Figura 3. Valores médios e erros padrões da média do pH-H ₂ O da cama de frango de acordo com as doses e aditivos químicos e de acordo com o desdobramento das doses para cada aditivo	39
Figura 4. Quantidades médias de $N - NH_3$ volatilizada da cama de frango, de acordo com os aditivos químicos e com as doses para cada aditivo e teores médios de N total de acordo com os aditivos, com respectivos erros padrões da média	40
Figura 5. Correlação de Pearson entre pH e N total em cama de frango de maravalha nova e de segundo lote com aplicação única ou duas aplicações dos aditivos químicos $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$ e $ZnSO_4$	45
Figura 6. Visão geral dos experimentos 1 e 2, após 45 dias de condução.....	64
Figura 7. Visão geral dos experimentos 3 e 4, após 45 dias de condução.....	68
Figura 8. Teores médios de ureia com respectivos erro-padrões da média, em camas de frango de segundo e terceiro lote, 25 d após a aplicação dos aditivos químicos $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$, $ZnSO_4$ e $NBPT$ ou sem aplicação de aditivos.	72
Figura 9. Atividade da urease com respectivos erro-padrões da média, em camas de frango de segundo e terceiro lote, 25 d após a aplicação dos aditivos químicos $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$, $ZnSO_4$ e $NBPT$ ou sem aplicação de aditivos	73
Figura 10. pH com respectivos erro-padrões da média, em camas de frango de segundo e terceiro lote, com aplicação dos aditivos químicos $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$, $ZnSO_4$ e $NBPT$ ou sem aplicação de aditivos	74
Figura 11. Teores médios de N total com respectivos erro-padrões da média, em camas de frango de segundo e terceiro lote, com aplicação dos aditivos químicos $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$, $ZnSO_4$ e $NBPT$ ou sem aplicação de aditivos	75
Figura 12. Alocação porcentual de massa seca entre os componentes vegetativos de milho adubado ou não com camas de frango de segundo e terceiro lotes tratadas ou não com os aditivos químicos $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$, $NBPT$ e $ZnSO_4$	79
Figura 13. Valores de índice de clorofila (CHL) (a e b), índice de flavonoides (FLV) (c e d) e índice de balanço de nitrogênio (NBI) (e e f) nas folhas de plantas de milho adubadas ou não	

com camas de frango de segundo e terceiro lotes tratadas ou não com aditivos químicos, aos 42 dias após a emergência.	81
Figura 14. Correlação de Pearson calculada para a biomassa, composição química e índices fisiológicos de plantas milho adubadas com cama de frango de segundo lote tratada ou não com os aditivos químicos $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$, NBPT ou $ZnSO_4$	83
Figura 15. Correlação de Pearson calculada para a biomassa, composição química e índices fisiológicos de plantas milho adubadas com cama de frango de terceiro lote tratada ou não com os aditivos químicos $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$, NBPT ou $ZnSO_4$	84
Figura 16. Visão geral dos experimentos 2 e 3	107
Figura 17. pH, pH médio, volatilização cumulativa de NH_3 e acúmulo de NH_3 volatilizada com os respectivos erros-padrão da média em cama de frango tratada com aditivos químicos [$Al_2(SO_4)_3$, fosfogesso, S^0 , H_3BO_3 , $ZnSO_4$, $FeSO_4$, $CuSO_4$, sais combinados e NBPT] ou sem aplicação de aditivo	112
Figura 18. Respiração basal e respiração basal média com os respectivos erros-padrão da média em cama de frango tratada com aditivos químicos [$Al_2(SO_4)_3$, fosfogesso, S^0 , H_3BO_3 , $ZnSO_4$, $FeSO_4$, $CuSO_4$, sais combinados e NBPT] ou sem aplicação de aditivo	114
Figura 19. Atividade da urease, atividade média da urease, teor de ureia e teor final de ureia com os respectivos erros-padrão da média em cama de frango tratada com aditivos químicos [$Al_2(SO_4)_3$, fosfogesso, S^0 , H_3BO_3 , $ZnSO_4$, $FeSO_4$, $CuSO_4$, sais combinados e NBPT] ou sem aplicação de aditivo	116
Figura 20. Difrátogramas de raios X das camas de frango sem aditivo químico (BL) e tratada com $ZnSO_4$ e $CuSO_4$	117
Figura 21. Difrátograma de raios X da cama de frango tratada com fosfogesso	117
Figura 22. Difrátogramas de raios X da cama de frango sem aditivo (BL) e tratada com H_3BO_3 , S^0 e NBPT.	118
Figura 23. Difrátograma de raios X da cama de frango tratada com $Al_2(SO_4)_3$	119
Figura 24. Difrátograma de raios X da cama de frango tratada com $FeSO_4$	119
Figura 25. Difrátograma de raios X da cama de frango tratada com sais combinados	120
Figura 26. Experimento com plantas em vasos com solo, plantas representativas dos tratamentos aos 45 dias de crescimento e comparativo entre as plantas que cresceram sob ausência de aditivos ou de cama e aquelas adubadas com camas enriquecidas com $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$, NBPT e $ZnSO_4$	140
Figura 27. Continuação	141

Figura 28. Imagens da instalação de produção comercial e das unidades experimentais aos 20 e 45 dias de crescimento dos frangos	142
--	-----

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Aditivos químicos e respectivas doses de aplicação utilizadas no experimento 1 ..	31
Tabela 2. Doses por aplicação de acordo com o aditivo químico e número de aplicações	33
Tabela 3. pH, teor de água e de N total na maravalha e cama de segundo lote.....	34
Tabela 4. Coeficientes de correlação de Pearson (r) entre pH e teor de elementos químicos na cama de frango com aplicação de doses de aditivos químicos, com as respectivas significâncias	41
Tabela 5. pH nas camas de frango de maravalha nova e reutilizada em dois lotes de frangos (cama de segundo lote) com uma ou duas aplicações de aditivos químicos e valores dos contrastes médios comparando os valores de pH das respectivas camas com e sem aditivos .	43
Tabela 6. Teor de ureia nas camas de frango de maravalha nova e reutilizada em dois lotes de frangos (cama de segundo lote) com uma ou duas aplicações de aditivos químicos e valores dos contrastes médios comparando os teores de ureia das respectivas camas com e sem aditivos.	43
Tabela 7. Teor de N total nas camas de frango de maravalha nova e reutilizada em dois lotes de frangos (cama de segundo lote) com uma ou duas aplicações de aditivos químicos e valores dos contrastes médios comparando os teores de N total das respectivas camas com e sem aditivos	44
Tabela 8. Características químicas da excreta e das camas de frango de primeiro e segundo lotes.....	63
Tabela 9. Características físicas e químicas do solo.....	67
Tabela 10. Características químicas do solo após 45 dias de cultivo de milho adubado com camas de frango de segundo e terceiro lotes tratadas ou não com os aditivos químicos $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$, NBPT ou $ZnSO_4$	77
Tabela 11. Massa seca de raiz, massa seca total e conteúdo de N, Al, Cu, S, Zn e Fe de milho adubado com camas de frango de segundo e terceiro lotes tratadas ou não com aditivos químicos $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$, NBPT e $ZnSO_4$, aos 45 dias após o plantio.....	78
Tabela 12. Características químicas da excreta e das camas de frango de primeiro e segundo lotes.....	106
Tabela 13. Características químicas da cama de frango tratada com aditivos químicos [$Al_2(SO_4)_3$, fosfogesso, S^0 , H_3BO_3 , $ZnSO_4$, $FeSO_4$, $CuSO_4$, sais combinados e NBPT] ou sem aplicação de aditivo	121

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO GERAL	18
2 CAPÍTULO I. EFEITO DO NÚMERO DE APLICAÇÕES DE ADITIVOS QUÍMICOS NA RETENÇÃO DE NITROGÊNIO EM CAMAS DE FRANGO.....	26
2.1 RESUMO.....	27
2.2 ABSTRACT.....	28
2.3 INTRODUÇÃO	29
2.4 MATERIAL E MÉTODOS	31
2.4.1 Experimento 1. Seleção de aditivos químicos e definição de doses para retenção de N em cama de frango	31
2.4.2 Experimentos 2 e 3. Retenção de N em cama de frango nova e reutilizada com aplicação de aditivos químicos	33
2.5 RESULTADOS	38
2.5.1 Experimento 1. Seleção de aditivos químicos e definição de doses para retenção de N em cama de frango	38
2.5.2 Experimentos 2 e 3. Retenção de N em cama de frango nova e reutilizada com aplicação de aditivos químicos	41
2.6 DISCUSSÃO	46
2.6.1 Experimento 1. Seleção de aditivos químicos e definição de doses para retenção de N em cama de frango	46
2.6.2. Experimentos 2 e 3. Retenção de N em cama de frango nova e reutilizada com aplicação de aditivos químicos	48
2.7 CONCLUSÃO	53
2.8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	54
3 CAPÍTULO II. ENRIQUECIMENTO DE CAMA DE FRANGO PELA APLICAÇÃO DE ADITIVOS QUÍMICOS E SEU EFEITO NO SOLO E NA PLANTA	58
3.1 RESUMO.....	59
3.2 ABSTRACT.....	60
3.3 INTRODUÇÃO	61
3.4 MATERIAL E MÉTODOS	63
3.4.1 Experimentos 1 e 2. Retenção de N em camas de frango tratadas com aditivos químicos.....	63
3.4.1.1 Condições experimentais	63
3.4.1.2 Coletas e determinações	64
3.4.1.3 Análises estatísticas	65

3.4.2 Experimentos 3 e 4. Valor fertilizante de camas de frango enriquecidas com aditivos químicos	67
3.4.2.1 Condições experimentais	67
3.4.2.2 Coletas e determinações	69
3.4.2.3 Análises estatísticas	70
3.5 RESULTADOS	71
3.5.1 Experimentos 1 e 2. Retenção de N em camas de frango tratadas com aditivos químicos.....	71
3.5.2 Experimentos 3 e 4. Valor fertilizante de camas de frango enriquecidas com aditivos químicos.....	75
3.6 DISCUSSÃO	85
3.6.1 Experimentos 1 e 2. Retenção de N em camas de frango tratadas com aditivos químicos.....	85
3.6.2 Experimentos 3 e 4. Valor fertilizante de camas de frango enriquecidas com aditivos químicos.....	87
3.7 CONCLUSÕES	94
3.8 REFERÊNCIAS.....	95
4 CAPÍTULO III. RETENÇÃO DE NITROGÊNIO EM CAMA DE FRANGO TRATADA COM ADITIVOS QUÍMICOS.....	101
4.1 RESUMO.....	102
4.2 ABSTRACT.....	103
4.3 INTRODUÇÃO	104
4.4 MATERIAL E MÉTODOS	106
4.4.1 Condições experimentais	106
4.4.2 Coletas e determinações	108
4.4.3 Análises estatísticas	110
4.5 RESULTADOS	111
4.6 DISCUSSÃO	122
4.6.1 Efeitos da aplicação de $Al_2(SO_4)_3$	122
4.6.2. Efeitos da aplicação de Fosfogesso	123
4.6.3 Efeitos da aplicação de S0	124
4.6.4 Efeitos da aplicação de H_3BO_3	125
4.6.5 Efeitos da aplicação de $ZnSO_4$	126
4.6.6 Efeitos da aplicação de $FeSO_4$	127
4.6.7 Efeitos da aplicação de $CuSO_4$	128
4.6.8 Efeitos da aplicação de NBPT	129

4.6.9 Efeitos da aplicação de sais combinados	130
4.7 CONCLUSÕES	132
4.8 REFERÊNCIAS.....	133
5 ANEXOS	140

1 INTRODUÇÃO GERAL

A avicultura é uma das atividades mais desenvolvidas e dinâmicas da economia brasileira, tendo o setor evoluído e se consolidado com base em avançadas tecnologias ao longo das últimas décadas (Costa et al., 2015), com destaque para o aprimoramento do sistema de criação em confinamento (Ferreira, 2011), que corresponde a forma mais eficiente de produção de carne de frango (Lima & Nääs, 2005). Por conseguinte, o Brasil se tornou o segundo maior produtor e o maior exportador de carne de frango de corte do mundo (CONAB, 2018), abatendo aproximadamente 5,84 bilhões de animais em 2017 (IBGE, 2018). A expansão do sistema intensivo de criação de frangos foi acompanhada pelo aumento da produção de resíduos sólidos, com destaque para os materiais sobrepostos aos pisos dos galpões (Rinaldi et al., 2012), genericamente denominados cama de frango.

Na avicultura, na maioria dos sistemas produtivos, os frangos permanecem toda a sua vida em instalações com pisos recobertos por cama, materiais que evitam seu contato direto com o assoalho e auxiliam na absorção de água, na incorporação de excretas, penas e restos de ração (Castro, 2018). Considerando uma produção média total de cama de 1,18 kg por unidade de frango de corte (Moore Jr. et al., 2011) e um plantel de 5,84 bilhões de animais (IBGE, 2018), estima-se que aproximadamente 6,85 Tg de cama de frango foi gerada no país ao longo de 2018. Essa grande quantidade de resíduos deve ser gerenciada, de forma a evitar impactos adversos resultantes de seu descarte inapropriado, como a eutrofização de águas superficiais e do lençol freático, a poluição atmosférica e a disseminação de microrganismos patogênicos (Oviedo-Rondón, 2008). Dentre as práticas admitidas pela Política Nacional de Resíduos Sólidos (Brasil, 2010) está o aproveitamento da cama de frango como fertilizante, que se consolidou como a principal destinação deste resíduo após a proibição de seu uso para a alimentação animal em função da veiculação de encefalopatia espongiforme bovina, comumente conhecida como mal da vaca louca (Brasil, 2004).

A cama de frango possui grande potencial para ser aproveitada como adubo (Bolan et al., 2010), uma vez que é rica em nutrientes essenciais para as plantas e está disponível nas propriedades a baixo custo (Moore Jr. et al., 1998; Costa et al., 2009; Tomlinson et al., 2015). Dentre os resíduos da produção animal, é o que apresenta maior teor de N, que pode variar de 25,0 a 54,0 g kg⁻¹ (CFSEMG, 1999), dependendo principalmente da densidade de animais no aviário (Hernandes et al., 2002), do pH, da umidade e da relação C/N do material utilizado como cama (Nahm, 2003). Seu valor fertilizante pode ser melhorado com o aumento do teor de

N pela redução da perda de NH_3 (Li et al., 2013) e, para isso, é necessário restringir os processos de decomposição dos componentes orgânicos nitrogenados (Rothrock Jr. et al., 2010).

Os frangos excretam o N na forma de ácido úrico e de compostos nitrogenados não digeridos (Nelson & Cox, 2009) que, em contato com a cama, são decompostos pelos microrganismos (Rothrock Jr. et al., 2010). A decomposição microbiana do ácido úrico, principal forma de N na excreta (Koerkamp, 1994), conduz a formação de ureia, que por hidrólise catalisada pela urease produz NH_4^+ e CO_2 (Figura 1) (Vogels & Van Der Drift, 1976). Após a hidrólise, o N estará nas formas de íon NH_4^+ ou de gás NH_3 , dependendo do pH da cama, que determina a relação NH_3/NH_4^+ (Blake et al., 2008, Burns et al., 2008), considerando que para cada aumento de uma unidade do pH, aumenta-se em 10 vezes a concentração de NH_3 até pH 9 (Ni et al., 1999).

Normalmente, a cama de frango apresenta pH acima de 8, que é favorável à formação de NH_3 (Moore Jr. et al., 2008). Uma alternativa para diminuir a volatilização de NH_3 é a aplicação de aditivos químicos que favoreçam a retenção do N por meio de processos químicos (Neme et al., 2000). Os compostos acidulantes são os mais utilizados para esta finalidade. A produção de prótons pela hidrólise dos aditivos favorece a conversão da NH_3 em NH_4^+ ($NH_3 + H^+ \leftrightarrow NH_4^+$) (Cook et al., 2011) e inibe as atividades microbiana e enzimática envolvidas na decomposição dos compostos orgânicos nitrogenados (Rothrock Jr. et al., 2010) o que, por consequência, contribui para aumentar o valor fertilizante da cama (Oliveira et al., 2003). Dentre os produtos avaliados para este fim, pode-se destacar: sulfato de alumínio (Oliveira et al., 2003), sulfato de zinco (Kim & Patterson, 2003), enxofre (Medeiros et al., 2008), sulfato de ferro (Kim, 2011) e sulfato de cobre (Younis et al., 2016). Além destes aditivos, o NBPT, molécula análoga à ureia que satura os sítios ativos da urease (Cook et al., 2011) e o fosfogesso, que favorece a formação de $(NH_4)_2SO_4$ (Bruno et al., 1999), também reduzem a perda de N via volatilização de NH_3 .

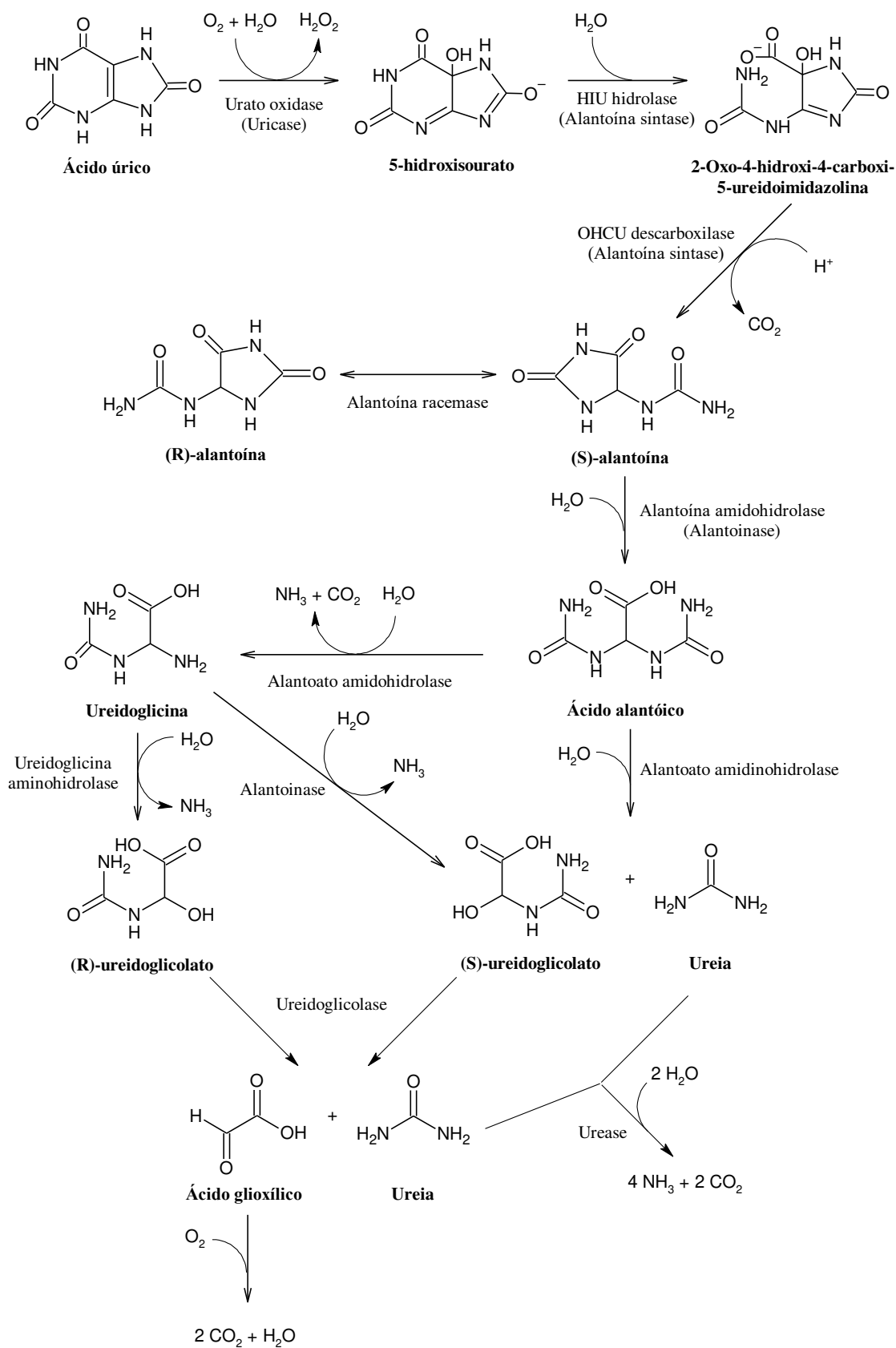


Figura 1. Esquema representando a degradação do ácido úrico. Adaptado de Vogels & Van Der Drift (1976), Werner & Witte (2011).

A maioria dos estudos de cama de frango tratada com aditivos relaciona o aumento da retenção de N com a acidificação. Entretanto, esta relação parece simplista ao observar-se as rotas de decomposição dos compostos orgânicos nitrogenados e, mais especificamente, as reações químicas entre as moléculas formadas e os aditivos químicos aplicados. O ácido úrico não é totalmente decomposto em ureia e esta, por sua vez, em NH_3 . Na realidade, os aditivos químicos afetam diversos fatores associados à decomposição dos compostos orgânicos nitrogenados, tais como: a população (Choi et al., 2008) e atividade microbiana (Kim & Patterson, 2003), a produção (Rothrock Jr. et al., 2010) e a atividade de enzimas hidrolíticas (Nanda & Jagadeesh Babu, 2014). Além disso, a aplicação de aditivos químicos na cama de frango pode resultar na formação de minerais (Peak et al., 2002) e precipitados (Burt et al., 2018) que retém NH_4^+ em suas estruturas.

Diante deste cenário, a hipótese é de que diversos processos simultâneos contribuem para a retenção do N e que estes variam de acordo com a dose e composição química do aditivo aplicado. Assim, propôs-se avaliar o potencial de aditivos químicos para aumentar a retenção do N na cama de frango, os processos envolvidos e o valor fertilizante da cama enriquecida.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Blake JP, Hess JB, Mackin KS. Effectiveness of litter treatments for reduction of ammonia volatilization in broiler production. In: Muhlbauer E, Moody L, Burns R. Mitigating air emissions from animal feeding operations - Conference Proceedings, Des Moines: Iowa State University, College of Agriculture and Life Sciences, 2008, 300 p.

Bolan NS, Szogi AA, Chuasavathi T, Seshadri B, Rothrock Jr. MJ, Panneerselvam P. Uses and management of poultry litter. *Worlds Poult Sci J.* 2010; 66:673-98. <https://doi.org/10.1017/S0043933910000656>

Brasil. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa Nº 8, de 25 de março de 2004. *Diário Oficial da União*, Brasília, 26 de março de 2004, Seção 1, p.5.

Brasil. Presidência da República, Departamento da Casa Civil. Lei nº 12.305, de 2 de agosto de 2010. *Diário Oficial da União*, Brasília, 3 de agosto de 2010, Seção 1, p.3.

Bruno LDG, Moraes VMB, Ariki J, Kronka SN. Efeitos da adição de gesso agrícola à cama aviária sobre o desempenho de frangos de corte. *Rev Bras Zootec.* 1999; 28:320-25. <https://doi.org/10.1590/S1516-35981999000200015>

Burns R, Moore P, Moody L. Using liquid aluminum sulfate to reduce poultry housing ammonia emissions. In: Muhlbauer E, Moody L, Burns R. Mitigating air emissions from animal feeding operations - Conference Proceedings, Des Moines: Iowa State University, College of Agriculture and Life Sciences, 2008, 300 p.

Burt CD, Cabrera ML, Rothrock Jr MJ, Kissel DE. Urea hydrolysis and calcium carbonate precipitation in gypsum-amended broiler litter. *J Environ Qual.* 2018; 47:162-69. <https://doi.org/10.2134/jeq2017.08.0337>

Castro CM. Manejo da cama aviária e impactos na produção avícola. In.: *Anais do Simpósio Brasil Sul de Avicultura*, 19., 2018, Concórdia. Anais... Painéis, p. 21-32.

Comissão de Fertilidade do Solo do Estado de Minas Gerais - CFSEMG. Adubação Orgânica. In: In: Ribeiro AC, Guimarães PTG, Alvarez V VH, editores. *Recomendações para o uso de corretivos e fertilizantes em Minas Gerais*. Viçosa: Comissão de Fertilidade do Solo do Estado de Minas Gerais; 1999. p. 87-92.

Choi IH, Kim JN, Kwon YM. Effects of chemical treatments on pH and bacterial population in poultry litter: a laboratory experiment. *Br Poult Sci.* 2008; 49:497-501, 2008.

Companhia Nacional de Abastecimento - CONAB. Análise mensal - Carne de Frango; 2018 [acesso 2018 Ago 31]. Disponível em: <https://www.conab.gov.br/info-agro/analises-do-mercado-agropecuário-e-extrativista/analises-do-mercado/historico-mensal-de-carne-de-aves>.

Cook KL, Rothrock Jr MJ, Eiteman MA, Lovanh N, Sistani K. Evaluation of nitrogen retention and microbial populations in poultry litter treated with chemical, biological or adsorbent amendments. *J Environ Manage.* 2011; 92:1760-66. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2011.02.005>

Costa AM, Borges EM, Silva AA, Nolla A, Guimarães EC. Potencial de recuperação física de um latossolo vermelho, sob pastagem degradada, influenciado pela aplicação de cama de frango. *Ciênc agrotec.* 2009; 33:1991-98. <http://dx.doi.org/10.1590/S1413-70542009000700050>

Costa LS, Garcia LAF, Brene PRA. Panorama do setor de frango de corte no Brasil e a participação da indústria avícola paranaense no complexo dado seu alto grau de competitividade. In.: Simpósio Internacional de Gestão de Projetos, Inovação e Sustentabilidade, 4., 2015, São Paulo. Anais... Artigo, p. 1-16.

Koerkamp PWGG. Review on emissions of ammonia from housing systems for laying hens in relation to sources, processes, building design and manure handling. *J Agric Eng Res.* 1994; 59:73-87.

Ferreira M. A saga da avicultura brasileira: como o Brasil se tornou o maior exportador mundial de carne de frango. São Paulo: UBABEF; 2011.

Hernandes R, Cazetta JO, Moraes VMB. Frações nitrogenadas, glicídicas e amônia liberada pela cama de frangos de corte em diferentes densidades e tempos de confinamento. *Rev Bras Zootec.* 2002; 31:1795-802. <https://doi.org/10.1590/S1516-35982002000700023>

Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística - IBGE. Quantidade de frangos abatidos, no trimestre (Cabeças), 1º trimestre 1997 - 1º trimestre 2018; 2018 [acesso 2018 Ago 31]. Disponível em: <https://www.ibge.gov.br/estatisticas/economicas/agricultura-e-pecuaria/9203-pesquisas-trimestrais-do-abate-de-animais.html?edicao=20755&t=series-historicas>.

- Kim WK, Patterson PH. Effect of minerals on activity of microbial uricase to reduce ammonia volatilization in poultry manure. *Poult Sci.* 2003; 82:223-31. <https://doi.org/10.1093/ps/82.2.223>
- Kim SC, Yi SJ, Choi IH. Reducing volatile fatty acids in poultry litter with chemical additives: a laboratory experiment. *J Poult Sci.* 2011; 48:139-43. <https://doi.org/10.2141/jpsa.010071>
- Li H, Xin H, Liang Y, Burns RT. Reduction of ammonia emissions from stored laying hen manure through topical application of zeolite, Al⁺Clear, Ferix-3, or Poultry Litter Treatment. *J Appl Poult Res.* 2008; 17:421-31. <https://doi.org/10.3382/japr.2007-00076>
- Lima AMC, Nääs IA. Evaluating two systems of poultry production: conventional and free-range. *Rev. Bras. Cienc. Avic.* 2005; 7:215-220. <http://dx.doi.org/10.1590/S1516-635X2005000400004>
- Medeiros R, Santos BJM, Freitas M, Silva OA, Alves FF, Ferreira E. A adição de diferentes produtos químicos e o efeito da umidade na volatilização de amônia em cama de frango. *Cienc. Rural.* 2008; 38:2321-26. <http://dx.doi.org/10.1590/S0103-84782008000800035>
- Moore Jr. PA, Daniel TC, Gilmour JT, Shere BR, Edwards DR, Wood BH. Decreasing metal runoff from poultry litter with aluminum sulfate. *J. Environ. Qual.* 1998; 27:92-99. <https://doi.org/10.2134/jeq1998.00472425002700010014x>
- Moore Jr PA, Miles D, Burns R. Reducing ammonia emissions from poultry litter with alum. In: Muhlbauer E, Moody L, Burns R. Mitigating air emissions from animal feeding operations - Conference Proceedings, Des Moines: Iowa State University, College of Agriculture and Life Sciences, 2008, 300 p.
- Moore Jr PA, Miles D, Burns R, Pote D, Berg K, Choi H. Ammonia emission factors from broiler litter in barns, in storage, and after land application. *J. Environ. Qual.* 2011; 40:1395-404. <https://www.doi.org/10.2134/jeq2009.0383>
- Nahm KH. Evaluation of the nitrogen content in poultry manure. *Worlds Poult Sci J.* 2003; 59:77-88. <https://doi.org/10.1079/WPS20030004>
- Nanda P, Jagadeesh Babu PE. Isolation, screening and production studies of uricase producing bacteria from poultry sources. *Prep Biochem Biotech.* 2014; 44:811-21. <https://www.doi.org/10.1080/10826068.2013.867875>
- Nelson DL, Cox MM. *Lehninger: principles of biochemistry*, 5. ed. New York: W. H. Freeman and Company; 2009.

- Neme R, Sakomura NK, Oliveira MDS, Longo FA, Figueiredo AN. Adição de gesso agrícola em três tipos de cama de aviário na fixação de nitrogênio e no desempenho de frango de corte. *Cienc. Rural*. 2000; 30:687-92. <https://doi.org/10.1590/S0103-84782000000400022>
- Ni J. Mechanistic models of ammonia release from liquid manure: a review. *J Agric Eng Res*. 1999; 72:1-17. <https://doi.org/10.1006/jaer.1998.0342>
- Oliveira MC, Almeida CV, Andrade DO, Rodrigues SMM. Teor de matéria seca, pH e amônia volatilizada da cama de frango tratada ou não com diferentes aditivos. *R Bras Zootec*. 2003; 32:951-54. <https://doi.org/10.1590/S1516-35982003000400022>
- Oviedo-Rondón EO. Tecnologias para mitigar o impacto ambiental da produção de frangos de corte. *R. Bras. Zootec*. 2008; 37:239-52. <https://doi.org/10.1590/S1516-35982008001300028>
- Peak D, Sims JT, Sparks DL. Solid-state speciation of natural and alum-amended poultry litter using XANES spectroscopy. *Environ Sci Technol*. 2002; 36:4253-61. <https://doi.org/10.1021/es025660d>
- Rinaldi CR, Schoenhals M, Passig FH, Follador FC. Diagnóstico inicial do consumo de insumos e geração de resíduos da avicultura de corte. *Engenharia Ambiental: Pesquisa e Tecnologia*. 2012; 9:161-82.
- Rothrock Jr MJ, Cook KL, Warren JG. Microbial mineralization of organic nitrogen forms in poultry litters. *J Environ Qual*. 2010; 39:1848-57. <https://doi.org/10.2134/jeq2010.0024>
- Tomlinson PJ, Savin MC, Moore Jr. PA. Long-term applications of untreated and alum-treated poultry litter drive soil nitrogen concentrations and associated microbial community dynamics. *Biol. Fertil. Soils*. 2014; 51:43-55. <https://doi.org/10.1007/s00374-014-0949-0>
- Vogels GD, Van der Drift C. Degradation of purines and pyrimidines by microorganisms. *Bacteriol. Rev*. 1976; 40:403-68.
- Werner AK, Witte CP. The biochemistry of nitrogen mobilization: purine ring catabolism. *Trends Plant Sci*. 2011; 16:381-87. <https://doi.org/10.1016/j.tplants.2011.03.012>
- Younis Mem, Bazh EKA, Ahmed HA, Elbestawy AR. Broiler performance, carcass characters and litter composition after management of fresh litter with two types of acidifier amendments. *Int J Agric Innov Res*. 2016; 4:1050-56.

2 CAPÍTULO I

EFEITO DO NÚMERO DE APLICAÇÕES DE ADITIVOS QUÍMICOS NA RETENÇÃO DE NITROGÊNIO EM CAMAS DE FRANGO

2.1 RESUMO

Tratar a cama de frango com aditivos químicos antes da entrada dos animais no galpão é uma prática comumente recomendada para reduzir a emissão de NH_3 durante o crescimento das aves. No entanto, os efeitos da reaplicação do aditivo durante a fase de maior produção de excreta são desconhecidos. Com o objetivo de selecionar aditivos químicos e doses de aplicação, assim como avaliar o efeito do número de aplicações na retenção de N, foram conduzidos um experimento de incubação em laboratório e dois experimentos em ambiente de produção comercial. O experimento laboratorial teve delineamento inteiramente casualizado, em fatorial $5 \times 3 + 1$, com cinco repetições, composto por cinco aditivos [$Al_2(SO_4)_3$, fosfogesso, $CuSO_4$, $FeSO_4$ e $ZnSO_4$], três doses de aplicação e uma testemunha (ausência de aditivos). Em média, a maior dose de aditivo aplicada resultou no menor valor de pH. Após o período de incubação, a aplicação de fosfogesso resultou no menor teor de N na cama. Os experimentos em ambiente de produção comercial, respectivamente realizados em cama nova de maravalha e cama de frango reutilizada, tiveram delineamento inteiramente casualizado, em fatorial $4 \times 2 + 1$, com dez repetições, compostos por quatro aditivos químicos [$Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$ e $ZnSO_4$], duas épocas de aplicação (inicial e reaplicação) e uma testemunha (ausência de aditivos). A aplicação inicial e a reaplicação foram realizadas antes da entrada dos animais no galpão e aos 25 dias de crescimento dos frangos, respectivamente. A aplicação inicial de $Al_2(SO_4)_3$ aumentou o teor de ureia na cama nova de maravalha e o diminuiu na cama reutilizada, enquanto a aplicação inicial de $CuSO_4$ aumentou o teor de ureia nas duas camas. As reaplicações de $Al_2(SO_4)_3$ e de $ZnSO_4$ otimizaram a retenção de N na maravalha e na cama reutilizada. A reaplicação de $CuSO_4$ foi necessária para aumentar o teor de N nas duas camas. A reaplicação de $FeSO_4$ não alterou o teor de N na maravalha, mas foi indispensável para aumentar a retenção de N na cama reutilizada. Existe uma relação direta entre a redução do pH e o aumento da retenção de N nas camas, sendo a magnitude deste efeito superior com a reaplicação dos aditivos.

Palavras-chave: pH. Ureia. Volatilização de NH_3 .

2.2 ABSTRACT

Treating poultry litter with chemical additives before the chicks enter the house is a commonly recommended practice to reduce NH_3 emissions during bird growth. However, the effects of reapplying the additive during the phase of increased excreta production are unknown. In order to select chemical additives and application doses, as well as to evaluate the effect of the application epoch on N retention, a laboratory incubation test and two tests in a commercial production environment were conducted. The laboratory test had a completely randomized design, in a factorial $5 \times 3 + 1$, with five replications, composed of five additives [$Al_2(SO_4)_3$, phosphogypsum, $CuSO_4$, $FeSO_4$ and $ZnSO_4$], three application doses and a control (absence of additives). On average, the highest dose of additive applied resulted in the lowest pH value. After the incubation period, the application of phosphogypsum resulted in the lowest N content in the litter. The testing in a commercial production environment, respectively carried out on wood shavings and reused chicken litter, had a completely randomized design, in a $4 \times 2 + 1$ factorial, with ten repetitions, composed of four chemical additives [$Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$ and $ZnSO_4$], two application epoch (initial and reapplication) and one control (absence of additives). The initial application and reapplication were carried out before the animals entered the house and at 25 days of growth of the poultry, respectively. The initial application of $Al_2(SO_4)_3$ increased the urea content in the wood shavings and decreased it in the reused litter, while the initial application of $CuSO_4$ increased the urea content in the two litters. The reapplications of $Al_2(SO_4)_3$ and $ZnSO_4$ optimized the retention of N in the wood shavings and in the reused litter. Reapplication $CuSO_4$ was necessary to increase the N content in the two litters. The reapplication of Fe did not change the N content in the wood shavings, but it was indispensable to increase the retention in the reused litter. There is a direct relationship between reducing pH and increasing N retention in litters, the magnitude of this effect being higher under reapplication of additives.

Keywords: pH. Urea. Volatilization of NH_3 .

2.3 INTRODUÇÃO

A composição química da cama de frango, material que recobre o piso do aviário, é alterada pela deposição e incorporação da excreta produzida ao longo do ciclo de crescimento dos frangos. Por receberem dieta com alto teor de proteína, as aves não conseguem reter todo o N consumindo (Graña et al., 2013), excretando mais de 70 % nas fezes e urina (Cook et al., 2011), razão pela qual ocorre considerável aumento no conteúdo de compostos nitrogenados da cama. Porém, grande parte do N excretado é perdido pela volatilização da NH_3 (Belloir et al., 2017). Essa emissão aumenta gradualmente com a idade das aves (Miles et al., 2014), como um reflexo da quantidade de excreta produzida, podendo alcançar uma perda acumulada superior a 37 g por animal (Moore Jr. et al., 2011). Este processo é extremamente desvantajoso para o aproveitamento da cama de frango como fonte de N na agricultura, pois reduz seu valor como fertilizante.

Um método eficiente para diminuir a perda de NH_3 é tratar a cama de frango com aditivos químicos capazes de retardar a hidrólise dos compostos orgânicos nitrogenados e favorecer a formação de NH_4^+ . Os aditivos acidificam a cama, reduzem a população microbiana e a atividade enzimática (Kim & Patterson, 2003; Choi et al., 2008; Toledo et al., 2020). Disso resultam reduções nas taxas de hidrólise do ácido úrico e da ureia, assim como da conversão do NH_4^+ em NH_3 , aumentando, conseqüentemente, a retenção de N na cama de frango (Rothrock Jr et al., 2010; Madrid et al., 2012; Mowrer et al., 2014; Eugene et al., 2015).

Não obstante, à medida em que os animais crescem e produzem maiores quantidades de excretas, o pH da cama e a volatilização de NH_3 aumentam, inclusive nas camas com a aplicação de aditivo (Moore Jr. et al., 2000). Sendo assim, surgem incertezas quanto à adequação das doses recomendadas do produto que favoreçam maior retenção do N na cama de frango. Ademais, mesmo quando a dose aplicada é maior que a recomendada pelo fabricante, tratar a cama antes da entrada dos animais no aviário não garante maior retenção de N (Rothrock Jr. et al., 2010), sugerindo a importância de aumentar o número de aplicações do aditivo na cama para reduzir a perda de NH_3 (Li et al., 2013).

A maioria das pesquisas investiga a eficiência dos aditivos para reter N em camas novas (Moore Jr. et al., 2000; Madrid et al., 2012; Younis et al., 2016), o que pode estar relacionado à recomendação técnica de sua troca após a retirada de cada lote de frangos, que é uma prática comum na Europa e Estados Unidos (Moore Jr. et al., 2011). No Brasil o mais usual é a reutilização da mesma cama por vários lotes de frango de corte. Esse manejo não afeta o pH nem causa expressiva alteração na taxa de emissão de NH_3 , de forma que o teor de N é pouco

alterado (Miles et al., 2014). Em camas reutilizadas a deposição contínua de excreta só proporciona aumento do teor de N quando a aplicação do aditivo antecede a entrada de cada novo lote (Eugene et al., 2015). Porém, ainda se desconhece o efeito da reaplicação desses produtos durante o período de crescimento dos frangos em aviários comerciais.

Diversas pesquisas foram realizadas para avaliar a influência dos aditivos químicos sobre a retenção de N em cama de frango. Dentre os materiais avaliados, pode-se destacar: $ZnSO_4$ (Kim & Patterson, 2003), $Al_2(SO_4)_3$ (Cook et al., 2011), $FeSO_4$ (Fabao et al., 2011), $CaSO_4$ (Loch et al., 2011) e $CuSO_4$ (Younis et al., 2016). No entanto, nenhum estudo realizado em aviário comercial demonstrou a influência desses aditivos e de sua reaplicação antecedendo a fase de maior produção de excretas sobre a retenção de N na forma de ureia. Nesse contexto, o objetivo deste trabalho foi avaliar o efeito do número de aplicações de aditivos sobre a retenção de N em camas de frango nova e de segundo lote.

2.4 MATERIAL E MÉTODOS

2.4.1 Experimento 1. Seleção de aditivos químicos e definição de doses para retenção de N em cama de frango

O experimento foi conduzido em laboratório na Universidade Federal de Viçosa, no mês de janeiro de 2019. Os fatores avaliados foram: aditivo químico e dose (Tabela 1). As doses foram selecionadas com base no levantamento de 50 artigos científicos, que avaliaram a aplicação de $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$, fosfogesso e $ZnSO_4$ em cama de frango. Para cada aditivo, a dose III corresponde à média daquelas que aumentaram a retenção de N na cama. As doses I e II correspondem a 50 e 75 % da dose III, respectivamente. Incluiu-se ainda a cama sem a aplicação de aditivos. Assim, os tratamentos resultaram do arranjo fatorial $5 \times 3 + 1$, que foram dispostos em delineamento experimental inteiramente casualizado com cinco repetições.

Tabela 1. Aditivos químicos e respectivas doses de aplicação utilizadas no experimento 1

Aditivo químico	Dose		
	I	II	III
	—— mg g cama ⁻¹ ——		
$Al_2(SO_4)_3 \cdot 18 H_2O$	130,0	195,0	260,0
$CuSO_4 \cdot 5H_2O$	15,0	22,5	30,0
$FeSO_4 \cdot 7H_2O$	105,0	157,5	210,0
Fosfogesso	125,0	187,5	250,0
$ZnSO_4 \cdot 7H_2O$	109,2	163,8	218,5

A cama de frango proveio de aviário comercial tipo dark-house, onde três lotes com 12 frangos de corte por metro quadrado da raça Coob foram criados sucessivamente por 45 dias sobre a mesma cama de maravalha. Nos intervalos entre os lotes a cama foi amontoada e o galpão permaneceu sob vazio sanitário por sete dias. O material usado no experimento foi coletado imediatamente após à retirada do terceiro lote, peneirado em malha de 4 mm e homogeneizado. A análise da cama indicou pH-H₂O (relação 1:5) de 7,11; teor de água por

secagem a 65 °C de 22,11 % e N total por digestão sulfúrica e destilação Kjeldhal de 26,12 g kg⁻¹.

Amostras de 50,0 g da cama de frango e 20,0 mL de solução de aditivo químico foram homogeneizados e, posteriormente, acondicionados em frasco de vidro de 500 cm³. Um tripé foi fixado sobre a cama para sustentar um béquer contendo 40,0 mL de solução de H₃BO₃ 20,0 g L⁻¹ (solução de captura). Os frascos foram hermeticamente fechados e incubados a 25,0 °C, sendo abertos a cada cinco dias para substituição dos béqueres com a solução de captura. Antes do fechamento, os frascos foram mantidos abertos por 15 min para possibilitar a troca de ar. A NH₃ foi quantificada por titulação potenciométrica da solução de captura para pH 4,2 com HCl 80 mmol L⁻¹, conforme a equação 1. A quantidade total de NH₃ volatilizada foi obtida pela soma dos valores determinados em três coletas sucessivas, realizadas em 15 dias de avaliação.

$$NH_3 \text{ volatilizada (mg kg}^{-1} \text{ N - NH}_3\text{)} = \frac{(v * [HCl] * 14) * 1000}{50} \quad \text{Eq. 1}$$

onde: v = volume de HCl gasto na titulação (mL); [HCl] = concentração do HCl (mmol mL⁻¹); 14 = massa atômica do N (mg mmol⁻¹); 50 = quantidade de cama de frango (g); 1000 = para conversão de g para kg.

Decorrido o período de incubação, as camas foram homogeneizadas dentro dos frascos. Em seguida, amostras foram coletadas e postas a secar em estufa de circulação forçada a 65 °C até atingirem massa constante. Determinou-se o pH-H₂O na relação 1:5 (cama não moída/água deionizada). Em seguida, amostras foram moídas e submetidas à digestão sulfúrica seguida de destilação Kjeldahl para a determinação dos teores de N, segundo a metodologia descrita pela Embrapa (2017). Amostras das camas foram submetidas à digestão nítrico-perclórica para a dosagem de Al, Ca, S, Cu, Fe e Zn por espectrometria de emissão ótica por plasma acoplado indutivamente (ICP-OES).

Os resultados foram submetidos à análise de variância, avaliando-se os efeitos de aditivo químico e dose de aplicação pelo teste F ($p < 0,05$). Os resultados médios foram comparados pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). O grau e a direção da correlação entre os teores dos elementos químicos dos aditivos e o pH da cama foi determinado pelo coeficiente de correlação de Pearson (r).

2.4.2 Experimentos 2 e 3. Retenção de N em cama de frango nova e reutilizada com aplicação de aditivos químicos

O experimento 2, com cama nova de maravalha, e o experimento 3, com cama de maravalha reutilizada em dois lotes de frangos de corte, foram conduzidos simultaneamente entre novembro e dezembro de 2019, em granja comercial localizada em Viçosa, Zona da Mata de Estado de Minas Gerais ($20^{\circ}45'14''\text{S}$ e $42^{\circ}52'54''\text{W}$). Os experimentos foram realizados em aviário do tipo dark house, forrado com cama de maravalha nova.

Com base nos resultados do experimento 1, apenas $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, CuSO_4 , FeSO_4 e ZnSO_4 foram utilizados nesses experimentos e aplicados com as doses III. Os fatores avaliados foram aditivo químico e número de aplicações [uma (inicial) ou duas (inicial e reaplicação aos 25 dias)] (Tabela 2). Além disso, em cada experimento foi incluída a respectiva cama sem a aplicação de aditivos. Assim, cada experimento foi composto de nove tratamentos decorrentes do esquema fatorial $4 \times 2 + 1$ e montado em delineamento experimental de blocos casualizados com dez repetições.

Tabela 2. Doses por aplicação de acordo com o aditivo químico e número de aplicações

Aditivo químico	Número de aplicações	
	Uma	Duas
	mg g cama ⁻¹	
$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18 \text{H}_2\text{O}$	260,0	260,0
$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	30,0	30,0
$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	210,0	210,0
$\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	218,5	218,5

A maravalha foi produzida por trituração de madeira de eucalipto, seguida de peneiramento em malha de 2,5 cm e secagem ao ar livre por dez dias. A cama de frango de maravalha reutilizada (cama de segundo lote) proveio de aviário comercial tipo dark-house, onde dois lotes com 12 frangos de corte por metro quadrado da raça Ross 308 foram criados sucessivamente por 45 dias com a mesma cama. Entre os lotes de frango, a cama foi revirada e o aviário permaneceu sob vazio sanitário por sete dias. A maravalha e a cama de segundo lote

foram analisadas quanto ao pH-H₂O (relação 1:5), teor de água por determinação gravimétrica após secagem a 65 °C e N total por digestão sulfúrica e destilação Kjeldhal (Tabela 3).

Tabela 3. pH, teor de água e de N total na maravalha e cama de segundo lote

Material	pH	Teor de água	N total
		— % —	— g kg ⁻¹ —
Maravalha	5,00	10,11	0,84
Cama de segundo lote	7,39	33,45	16,31

As unidades experimentais foram cilindros de PVC de 10,0 cm de altura e 15,0 cm de diâmetro fixados no piso do galpão e envoltos pela cama do aviário (Figura 2a), contendo 400,0 g da maravalha (Figura 2b) ou cama de segundo lote (Figura 2c). Os aditivos foram aplicados mediante a adição de 100,0 mL de solução às camas e homogeneizados em sacos plásticos. As camas sem aditivos químicos receberam aplicação de 100,0 mL de água e foram igualmente homogeneizadas. No dia anterior à entrada dos pintinhos no aviário os sacos plásticos contendo as camas foram acomodados no interior dos cilindros de PVC; as bordas dos sacos plásticos foram dobradas rente à face externa dos cilindros. As unidades experimentais com os mesmos tratamentos foram agrupadas em duas linhas de cinco cilindros dispostos lado a lado (Figura 2c). Os grupos de cilindros por tratamento foram distanciados de 1 m para evitar a contaminação pela movimentação e ciscar das aves. As unidades experimentais dos dois experimentos foram separadas por uma faixa de cama de 2,0 m. A circulação das aves foi livre possibilitando a deposição de fezes sobre as camas contidas nos cilindros (Figura 2d).

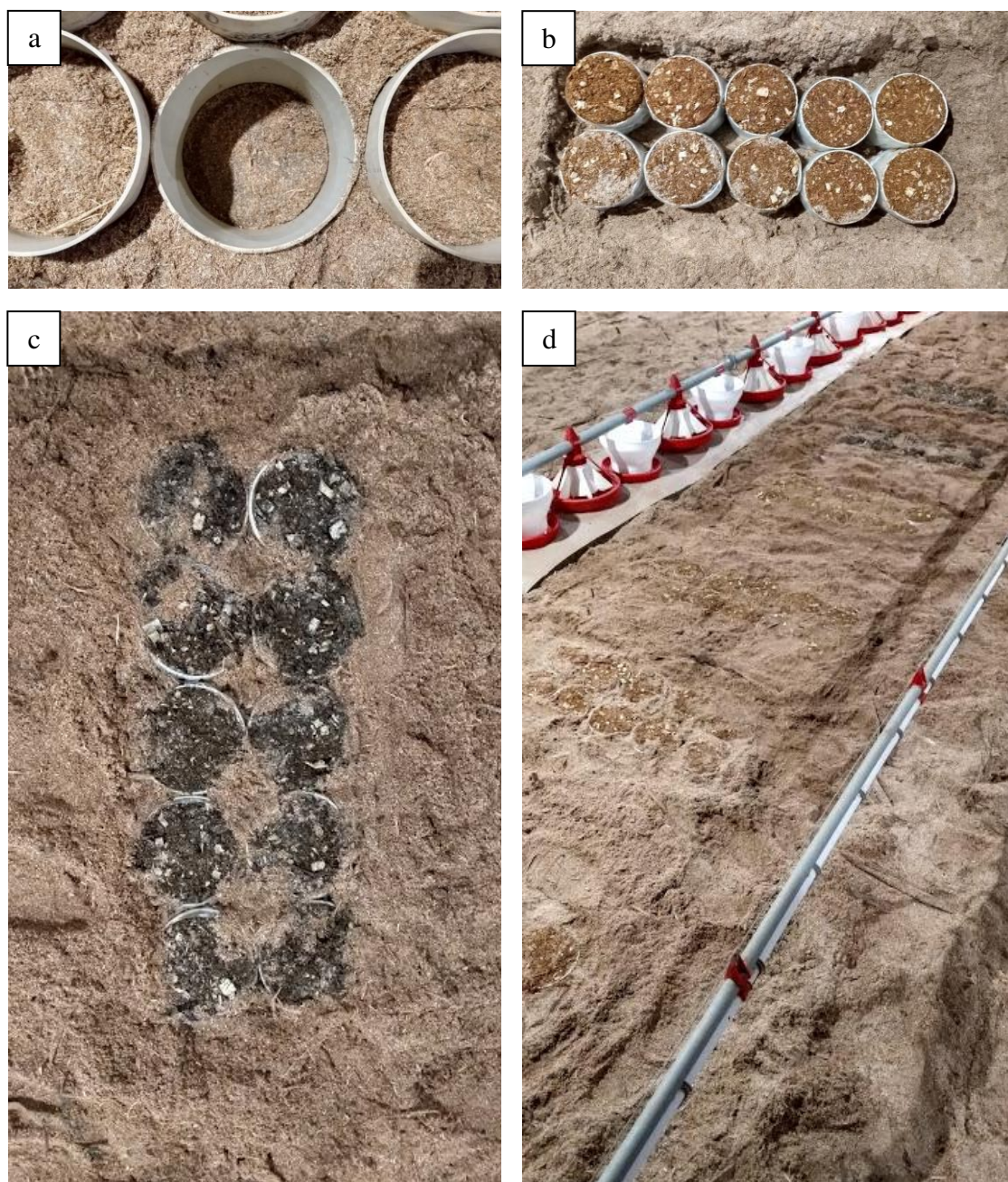


Figura 2. Imagens das unidades experimentais de PVC vazias (a) e preenchidas com maravalha (b) ou cama de segundo lote (c) sobre o piso em instalação de produção comercial (d).

No aviário foram criados 30.000 frangos da raça Ross 308 por 45 dias. Os frangos receberam, *ad libitum*, água e ração com teores de proteína bruta de 22,0 % na fase pré-inicial e 18,0 % na fase de crescimento e acabamento.

Aos 25 dias de crescimento dos frangos as camas foram retiradas dos cilindros e acondicionadas em novos sacos plásticos. As camas dos tratamentos com apenas a aplicação inicial de aditivos químicos e dos tratamentos sem aditivos foram homogeneizadas com 100,0 mL de água. As camas dos tratamentos com duas aplicações receberam 100,0 mL de solução com as doses dos respectivos aditivos químicos. Em seguida, foram novamente acondicionadas nos cilindros.

Imediatamente após a retirada do lote de frangos as camas foram homogeneizadas. Em seguida, amostras foram coletadas, acondicionadas em sacos de papel e secas em estufa de circulação forçada à 65,0 °C até atingirem massa constante. Para determinação do pH 10,0 g das amostras não trituradas foram transferidas para béqueres, onde foram adicionados 50,0 mL de água deionizada. As misturas foram agitadas por 1 min e após 30 min de repouso, foi efetuada a leitura do pH na suspensão.

A ureia foi determinada usando o método da diacetil monoxima (Mulvaney & Bremner, 1979), adaptado. Amostras de 1,0 g de cama de frango moídas foram acondicionadas em tubos de polipropileno do tipo Falcon (50 ml) contendo 30,0 mL de solução de acetato de fenilmercúrio (PMA). Os tubos foram submetidos a agitação circular a 220 rpm por 1 h. O extrato foi filtrado em papel filtro quantitativo. Em seguida, alíquotas de 0,1 mL do extrato, 1,9 mL de solução de PMA e 3,0 mL de reagente colorimétrico foram pipetadas em tubo de ensaio. A solução colorimétrica foi preparada diluindo-se 50,0 mL de solução de diacetilmonoxima juntamente a 30,0 mL de solução de tiossemicarbazida para 1 L com reagente ácido. O reagente ácido foi preparado diluindo-se 40,0 mL de H_2SO_4 concentrado juntamente a 1 L de H_3PO_4 para 2 L com água deionizada. Os tubos foram submetidos a agitação em vortex e depois aquecidos em banho-maria a 85 °C por 30 min na ausência de luz. Em seguida, os tubos foram resfriados em água corrente por 10 min. A ureia foi quantificada no extrato por espectrofotometria de absorção molecular a 527 nm.

Para determinação do N total, as amostras das camas de frango foram submetidas à digestão sulfúrica, seguida de destilação Kjeldahl, segundo a metodologia descrita pela Embrapa (2017).

Os resultados foram submetidos à análise de variância, avaliando-se os efeitos dos aditivos químicos, do número de aplicações e de suas interações considerando a significância do teste F ($p < 0,05$). Os resultados médios para aditivos químicos e número de aplicações dentro de cada aditivo foram comparadas pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). Os resultados de pH,

de teores de ureia e de N total nas camas de frango com uma ou duas aplicações dos aditivos químicos foram comparados com os resultados obtidos nas camas sem aplicação dos aditivos por meio do teste de Dunnett ($p < 0,05$). Estabeleceu-se a correlação de Pearson (r) entre os teores de N total e os valores de pH.

2.5 RESULTADOS

2.5.1 Experimento 1. Seleção de aditivos químicos e definição de doses para retenção de N em cama de frango

O pH da cama foi influenciado pela dose e pelo aditivo químico. Em média, o aumento das doses promoveu maior acidificação da cama (Figura 3a), reduzindo o pH de 6,62 (dose I) para 5,89 (dose III) ($p < 0,05$). O menor valor de pH resultou da aplicação de $Al_2(SO_4)_3$, enquanto o maior derivou das aplicações de $CuSO_4$ e fosfogesso ($p < 0,05$) (Figura 3b). Houve interação significativa entre os fatores dose e aditivo químico em relação ao pH da cama ($p < 0,05$) (Figura 3c). O desdobramento do efeito das doses para cada aditivo indicou que o aumento da dose não afetou o pH das camas tratadas com fosfogesso e $ZnSO_4$, enquanto que reduziu o das demais.

Houve efeito significativo dos aditivos sobre a quantidade de $N - NH_3$ volatilizada ($p < 0,05$) (Figura 4a). A perda de $N - NH_3$ variou de 2,04 mg kg⁻¹, na cama que recebeu aplicação de $Al_2(SO_4)_3$, à 58,92 mg kg⁻¹, naquela tratada com $CuSO_4$. A aplicação de fosfogesso resultou no menor teor de N na cama, seguida pela de $Al_2(SO_4)_3$, não havendo diferença significativa entre os aditivos ($p < 0,05$) (Figura 4b). Pelo desdobramento dos efeitos observou-se que doses crescentes dos aditivos diminuíram a volatilização de $N - NH_3$ nas camas que receberam aplicação de $CuSO_4$ e $FeSO_4$. O aumento da dose de fosfogesso resultou em maior emissão de $N - NH_3$ ($p < 0,05$) (Figura 4c).

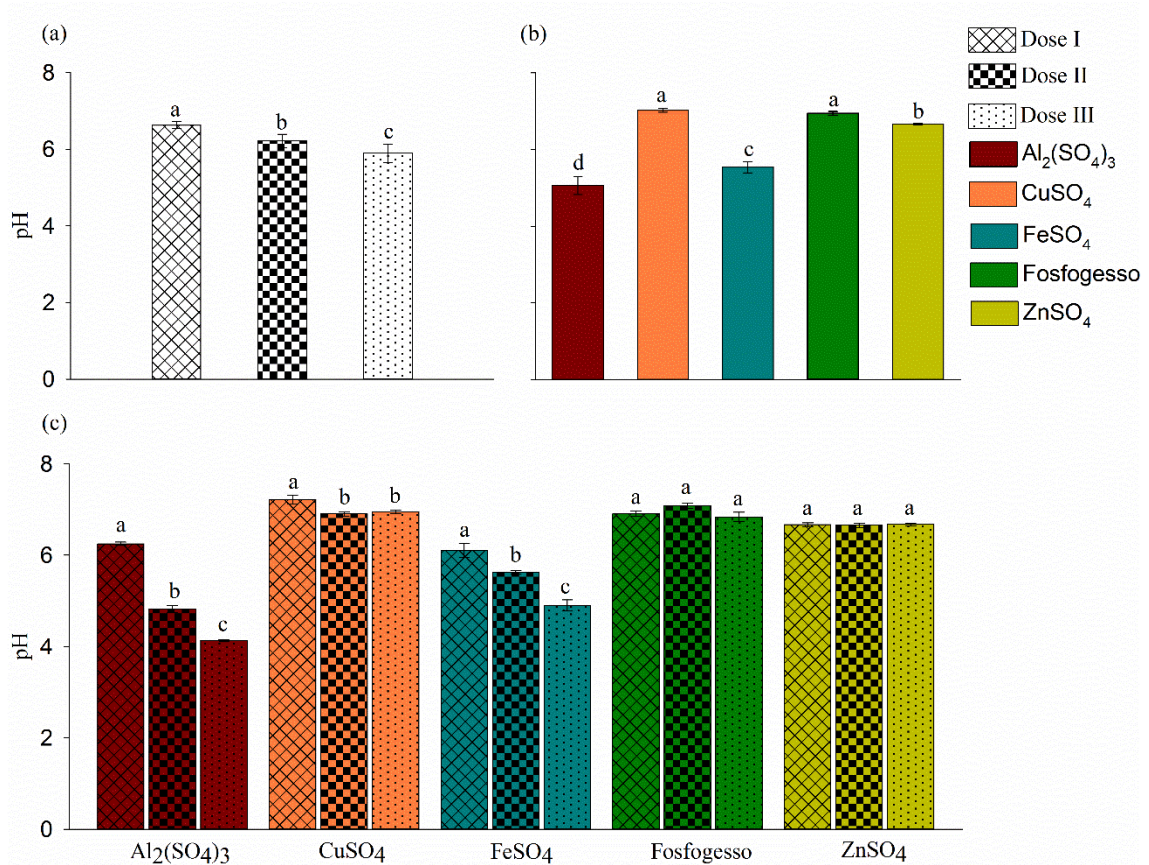


Figura 3. Valores médios e erros padrões da média do pH-H₂O da cama de frango de acordo com as doses (a) e aditivos químicos (b) e de acordo com o desdobramento das doses para cada aditivo (c). Colunas com as mesmas letras indicam que os efeitos para as doses, aditivos químicos e doses para cada aditivo químico não diferem pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). Doses I, II e III (mg g⁻¹): $Al_2(SO_4)_3$ (130,0; 195,0 e 260,0), $CuSO_4$ (0,75; 1,1 e 1,5), $FeSO_4$ (105,0; 157,5 e 210,0), fosfogesso (125,0; 156,2 e 187,5) e $ZnSO_4$ (30,0; 37,5 e 45,0).

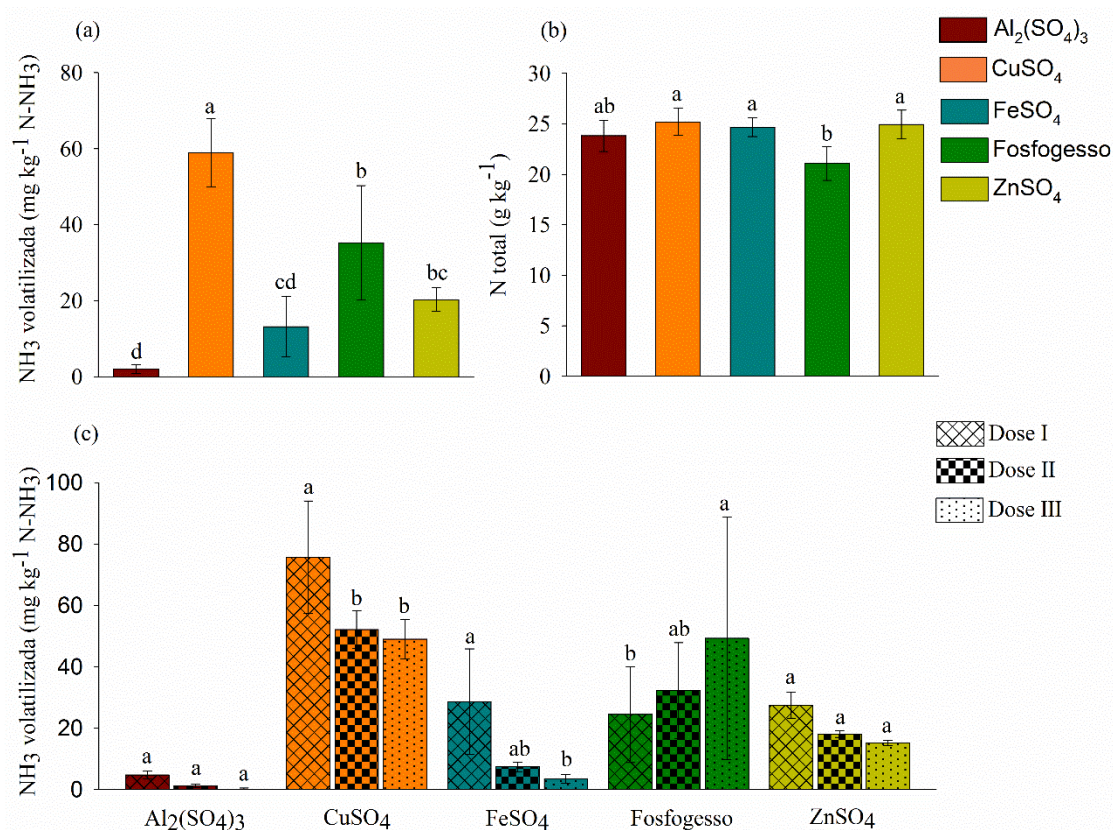


Figura 4. Quantidades médias de $\text{N} - \text{NH}_3$ volatilizada da cama de frango, de acordo com os aditivos químicos (a) e com as doses para cada aditivo (c) e teores médios de N total de acordo com os aditivos (b), com respectivos erros padrões da média. Colunas com as mesmas letras indicam que os efeitos para aditivos químicos e de doses para cada aditivo não diferem pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). Doses I, II e III (mg g^{-1}): $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ (130,0; 195,0 e 260,0), CuSO_4 (0,75; 1,1 e 1,5), FeSO_4 (105,0; 157,5 e 210,0), fosfogesso (125,0; 156,2 e 187,5) e ZnSO_4 (30,0; 37,5 e 45,0).

Para melhor compreensão da interação entre doses e aditivos químicos, foram feitas análises de correlação para avaliar as possíveis relações entre os teores dos elementos químicos dos aditivos na cama e o pH. Sob aplicação de $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, as correlações entre o pH e os teores de Al e de S foram significativas ($p \leq 0,05$) e negativas (Tabela 4). Nas camas tratadas com CuSO_4 e FeSO_4 , apenas os teores de Cu e Fe apresentaram correlações negativas significativas ($p \leq 0,05$) com o pH. Com exceção do resultado obtido pela aplicação de $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, nenhuma outra correlação significativa ($p \leq 0,05$) foi encontrada entre o teor de S na cama e o pH.

Tabela 4. Coeficientes de correlação de Pearson (r) entre pH e teor de elementos químicos na cama de frango com aplicação de doses¹ de aditivos químicos, com as respectivas significâncias (*p-valor*) (n = 15)

Aditivo	Teor g kg ⁻¹	R	<i>p-valor</i>
$Al_2(SO_4)_3$	Al	- 0,746	0,001
	S	- 0,691	0,004
$CuSO_4$	Cu	- 0,597	0,018
	S	- 0,071	0,801
$FeSO_4$	Fe	- 0,602	0,017
	S	- 0,502	0,056
Fosfogesso	Ca	0,188	0,502
	S	0,173	0,538
$ZnSO_4$	Zn	- 0,134	0,634
	S	-0,265	0,340

¹ Doses I, II e III (mg g⁻¹): $Al_2(SO_4)_3$ (130,0; 195,0 e 260,0), $CuSO_4$ (0,75; 1,1 e 1,5), $FeSO_4$ (105,0; 157,5 e 210,0), fosfogesso (125,0; 156,2 e 187,5) e $ZnSO_4$ (30,0; 37,5 e 45,0).

2.5.2 Experimentos 2 e 3. Retenção de N em cama de frango nova e reutilizada com aplicação de aditivos químicos

As interações entre o número de aplicações e os aditivos químicos foram significativas para o pH, teor de ureia e teor de N total na cama de frango. Todos os aditivos químicos reduziram significativamente o pH das camas nova e de segundo lote, com uma ou duas aplicações, conforme evidenciam os contrastes Ci e Cr (Tabela 5). Nas duas camas, com uma ou duas aplicações, o $Al_2(SO_4)_3$ resultou em pH significativamente menor do que o dos demais aditivos. A reaplicação de $Al_2(SO_4)_3$ e de $FeSO_4$ reduziu o pH da cama nova; na cama de segundo lote este mesmo efeito foi observado com $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$ e $FeSO_4$.

A aplicação única de $Al_2(SO_4)_3$ ou duas de $CuSO_4$ à cama nova aumentaram significativamente o teor de ureia em relação à cama sem aditivos (Tabela 6, contrastes Ci e Cr). Na cama de segundo lote uma única aplicação de $Al_2(SO_4)_3$ e duas de $ZnSO_4$ reduziram significativamente o teor de ureia, enquanto que uma e duas aplicações de $CuSO_4$ aumentaram o teor de ureia. O teor de ureia diminuiu quando a aplicação de $Al_2(SO_4)_3$ foi repetida na cama nova e não foi afetado pela reaplicação de $CuSO_4$ na cama de segundo lote.

Os resultados da análise de contrastes mostraram que os teores de N total da cama nova obtidos com uma ou duas aplicações de $Al_2(SO_4)_3$, $FeSO_4$ e $ZnSO_4$ foram significativamente

superiores ao obtido na cama sem de aditivo (Tabela 7). Para a cama nova, a reaplicação de $CuSO_4$ aumentou significativamente o teor de N. Na cama de segundo lote com aplicação única dos aditivos, apenas $Al_2(SO_4)_3$ e $ZnSO_4$ aumentaram o teor de N. As reaplicações de todos os aditivos químicos aumentaram os teores de N na cama de segundo lote. Para a cama nova, os teores de N total obtidos com uma ou duas aplicações de $Al_2(SO_4)_3$ foram significativamente superiores aos obtidos pelos demais aditivos. Para a cama de segundo lote em aplicação única, os quatro aditivos proporcionaram teores equivalentes de N na cama, enquanto que com a reaplicação, $Al_2(SO_4)_3$ proporcionou o maior teor de N. Comparativamente ao resultado da aplicação única, o teor de N aumentou quando $Al_2(SO_4)_3$ e $ZnSO_4$ foram reaplicados na cama nova; na cama de segundo ciclo, quando reaplicados, todos os aditivos aumentaram o teor de N.

Os teores de N total correlacionaram negativamente com o pH, tanto na cama nova como na cama de segundo lote, sendo que os maiores coeficientes de correção foram verificados com a reaplicação dos aditivos (Figura 5).

Tabela 5. pH nas camas de frango de maravalha nova e reutilizada em dois lotes de frangos (cama de segundo lote) com uma ou duas aplicações de aditivos químicos e valores dos contrastes médios comparando os valores de pH das respectivas camas com e sem aditivos

Aditivos	Cama nova				Cama de segundo lote			
	Uma aplicação ¹	Duas aplicações ¹	Ci ²	Cr ²	Uma aplicação	Duas aplicações	Ci	Cr
$Al_2(SO_4)_3$	5,82 Ca	4,11 Cb	- 1,68 **	- 3,39 **	6,54 Ca	5,00 Cb	- 0,88 **	- 2,42 **
$CuSO_4$	6,90 Aa	6,71 Aa	- 0,60 **	- 0,79 **	7,07 Aa	6,75 Ab	- 0,35 *	- 0,67 **
$FeSO_4$	6,40 Ba	5,09 Bb	- 1,10 **	- 2,41 **	6,72 Ba	6,15 Bb	- 0,70 **	- 1,27 **
$ZnSO_4$	6,65 ABa	6,50 Aa	- 0,85 **	- 1,00 **	6,60 Ba	6,62 Aa	- 0,82 **	- 0,80 **
Sem aditivo	7,50				7,42			
CV (%)	6,16				4,20			

Médias seguidas pela mesma letra maiúscula na coluna e minúscula na linha, não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5 %.

¹ A primeira aplicação foi realizada antes da entrada dos pintinhos no aviário e a segunda aplicação 25 dias após.

² Ci: (cama nova com uma aplicação aditivos – cama nova sem aditivo), Cr: (cama nova com duas aplicações de aditivos - cama nova sem aditivo), comparados pelo teste de Dunnett, $p < 0,05$ (*) e $< 0,01$ (**)

Tabela 6. Teor de ureia nas camas de frango de maravalha nova e reutilizada em dois lotes de frangos (cama de segundo lote) com uma ou duas aplicações de aditivos químicos e valores dos contrastes médios comparando os teores de ureia das respectivas camas com e sem aditivos

Aditivos	Cama nova				Cama de segundo lote			
	Uma aplicação ¹	Duas aplicações ¹	Ci ²	Cr ²	Uma aplicação	Duas aplicações	Ci	Cr
	$\mu\text{g g}^{-1}$							
$Al_2(SO_4)_3$	124,22 Aa	89,03 ABb	60,35 **	25,16 ns	50,87 Ba	67,65 Ba	- 46,01 **	- 29,23 ns
$CuSO_4$	104,19 ABa	119,35 Aa	40,32 ns	55,48 *	135,58 Aa	161,84 Aa	38,70 *	64,96 **
$FeSO_4$	78,75 Ba	99,05 Aa	18,88 ns	35,18 ns	90,12 Ba	77,94 Ba	- 6,76 ns	- 18,94 ns
$ZnSO_4$	66,03 Ba	54,39 Ba	2,16 ns	- 9,48 ns	82,27 Ba	44,65 Ba	-14,61 ns	- 52,23 **
Sem aditivo	63,87				96,88			
CV (%)	41,85				39,97			

Médias seguidas pela mesma letra maiúscula na coluna e minúscula na linha, não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5 %.

¹ A primeira aplicação foi realizada antes da entrada dos pintinhos no aviário e a segunda aplicação 25 dias após.

² Ci: (cama nova com uma aplicação aditivos – cama nova sem aditivo), Cr: (cama nova com duas aplicações de aditivos - cama nova sem aditivo), comparados pelo teste de Dunnett, $p < 0,05$ (*) e $< 0,01$ (**)

Tabela 7. Teor de N total nas camas de frango de maravalha nova e reutilizada em dois lotes de frangos (cama de segundo lote) com uma ou duas aplicações de aditivos químicos e valores dos contrastes médios comparando os teores de N total das respectivas camas com e sem aditivos

Aditivos	Cama nova				Cama de segundo lote			
	Uma aplicação ¹	Duas aplicações ¹	Ci ²	Cr ²	Uma aplicação	Duas aplicações	Ci	Cr
	g kg ⁻¹							
$Al_2(SO_4)_3$	18,55 Ab	24,13 Aa	8,63 **	14,21 **	21,87 Ab	31,52 Aa	5,00 **	14,65 **
$CuSO_4$	12,50 Bb	16,20 Ba	2,58 ns	6,28 **	18,97 Ab	23,02 Ba	2,10 ns	6,15 **
$FeSO_4$	14,50 Ba	15,81 Ba	4,58 **	5,89 **	19,22 Ab	22,34 Ba	2,36 ns	5,47 **
$ZnSO_4$	13,79 Bb	17,58 Ba	3,87 **	7,66 **	19,79 Ab	24,13 Ba	2,92 *	7,26 **
Sem aditivo	9,92				16,87			
CV (%)	18,18				13,78			

Médias seguidas pela mesma letra maiúscula na coluna e minúscula na linha, não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5 %.

¹ A primeira aplicação foi realizada antes da entrada dos pintinhos no aviário e a segunda aplicação 25 dias após.

² Ci: (cama nova com uma aplicação aditivos – cama nova sem aditivo), Cr: (cama nova com duas aplicações de aditivos - cama nova sem aditivo), comparados pelo teste de Dunnett, $p < 0,05$ (*) e $< 0,01$ (**)

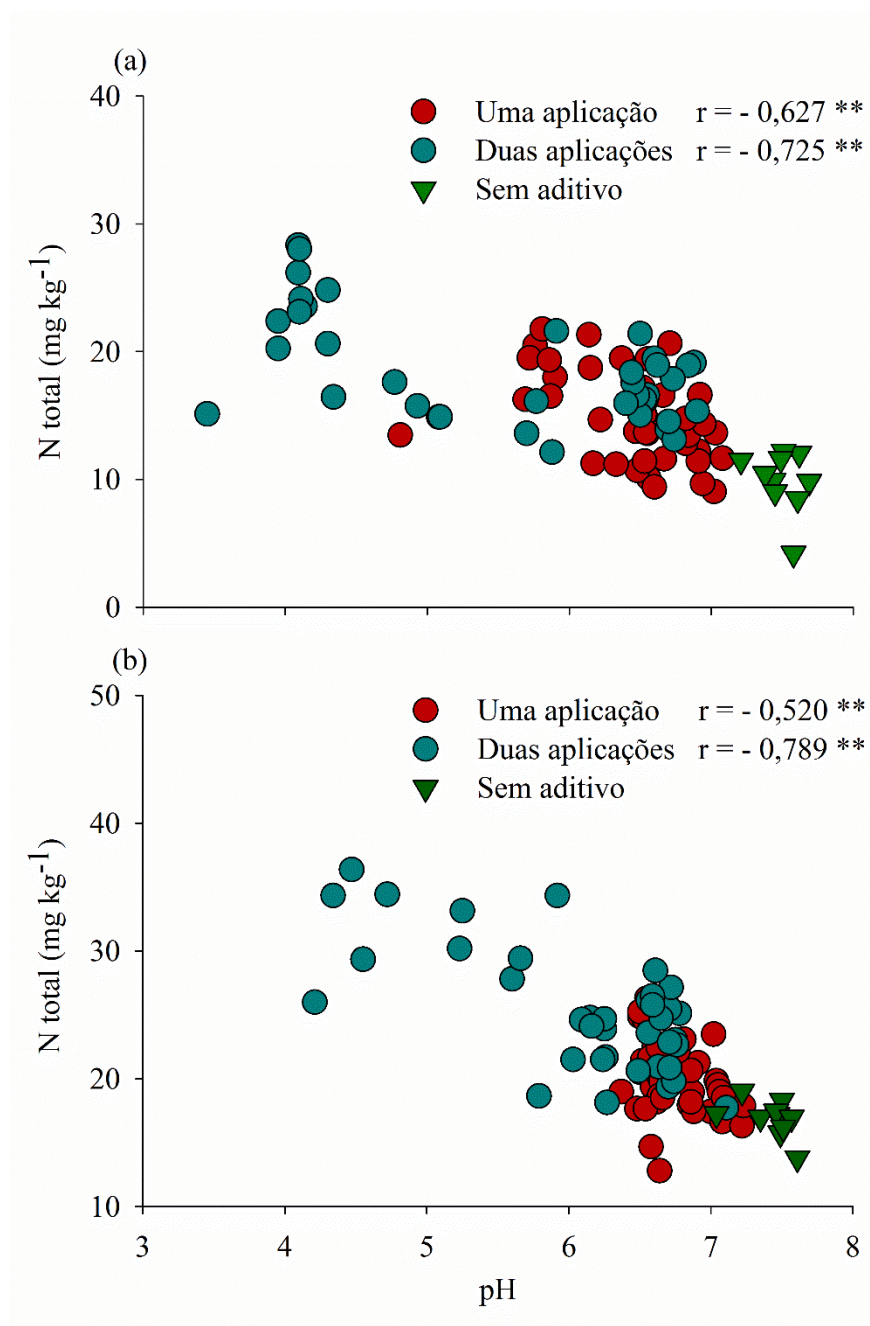


Figura 5. Correlação de Pearson entre pH e N total em cama de frango de maravalha nova (a) e de segundo lote (b) com aplicação única ou duas aplicações dos aditivos químicos $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$ e $ZnSO_4$ ($n = 10$). **: significativo ($p < 0,05$).

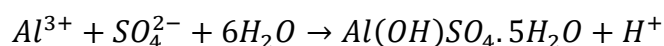
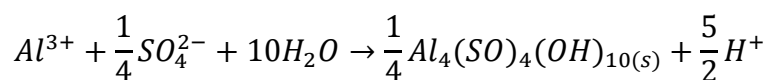
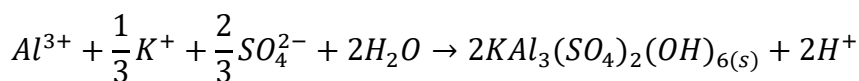
2.6 DISCUSSÃO

2.6.1 Experimento 1. Seleção de aditivos químicos e definição de doses para retenção de N em cama de frango

A acidificação da cama de frango aumentou com as doses dos aditivos. O mesmo efeito foi relatado por Li et al. (2008), que constatou menor pH da cama de frango com maiores doses de aplicação de aditivos químicos. Considerando que a hidrólise de sais ácidos produz íons H^+ , é evidente que a intensidade de acidificação dependerá da dose aplicada. Por esse motivo, o $Al_2(SO_4)_3$, aplicado à cama em doses superiores à dos demais aditivos, proporcionou maior redução do pH.

O $Al_2(SO_4)_3$ tem grande potencial de acidificação, dado que para cada mol a hidrólise produzirá seis mols de prótons (Moore Jr. et al., 2000), fato que pode ser confirmado pela correlação negativa entre os teores de Al e o pH da cama $[Al^{3+} + 3 H_2O \leftrightarrow Al(OH)_3 + 3 H^+]$. Isso explica a menor emissão de NH_3 , já que o aumento da acidez reduz a hidrólise dos compostos nitrogenados que resultam em sua formação (Rothrock Jr. et al., 2010), além de favorecer sua conversão em NH_4^+ (Cook et al., 2011).

É importante ressaltar que apenas para o $Al_2(SO_4)_3$ constatou-se correlação entre o teor de S e o pH da cama, o que pode ser atribuído a acidificação provocada pela formação e precipitação de minerais sulfatados de alumínio. Em ambientes úmidos, ácidos e com presença de SO_4^{2-} e Al^{3+} livres pode haver formação de alunita $[KAl_3(SO_4)_2(OH)_6]$, basaluminita $[Al_4(SO_4)_4(OH)_{10} \cdot 4H_2O]$ e/ou jurbanita $[Al(OH)SO_4 \cdot 5H_2O]$, conforme as reações propostas por Jones et al. (2011):



A falta de correlação entre o pH e o teor de S nas camas com aplicação de $CuSO_4$, $FeSO_4$, fosfogesso e $ZnSO_4$ é mais um indício de que o Al potencializou a acidificação da cama.

Apesar de o $Al_2(SO_4)_3$ proporcionar maior acidificação e menor perda de NH_3 , a retenção de N na cama foi igual àquela resultante das aplicações de $CuSO_4$, $FeSO_4$ e $ZnSO_4$, o que pode ser atribuído à perda por desnitrificação. A disponibilidade de C e N e a umidade favorável a intensa atividade de microrganismos heterotróficos pode ter reduzido a concentração de O_2 nos

frascos de incubação, favorecendo a atividade de desnitrificadores. Essa hipótese está de acordo com Eugene et al. (2015), que observaram emissões diárias de 1 kg de N_2O em granjas de frango de corte onde a cama foi tratada com $Al_2(SO_4)_3$.

De forma oposta, as doses de $CuSO_4$ foram menores que a dos demais aditivos. Em razão disso, a aplicação $CuSO_4$ não acidificou a cama e, consequentemente, proporcionou a maior volatilização de NH_3 . Não obstante, o aumento da dose favoreceu a redução do pH e, consequentemente, diminuiu a volatilização. A maior acidificação devido ao aumento da dose do aditivo é confirmada pela correlação significativa e negativa entre o teor de Cu e o pH [$Cu^{2+} + 2H_2O \rightarrow Cu(OH)_2 + 2H^+$].

Na cama tratada com $FeSO_4$, o aumento da dose também reduziu a volatilização de NH_3 . Esses resultados podem ser explicados pela acidificação, que favorece a conversão de NH_3 em NH_4^+ e, desta forma, aumenta a retenção de N na cama (Moore Jr. et al., 1995; Li et al., 2008; Kim et al., 2011). A correlação significativa entre o teor de Fe e o pH confirma essa hipótese já que o H^+ é um dos produtos da hidrólise do Fe^{2+} [$Fe^{2+} + 2H_2O \rightarrow Fe(OH)_2 + 2H^+$].

Os resultados demonstraram que a elevação da dose de fosfogesso não alterou a acidez da cama, embora tenha aumentado a volatilização de NH_3 . De forma semelhante, Loch et al. (2011) não observaram efeito do $CaSO_4$ sobre a acidificação de cama de frango de terceiro lote. Como o fosfogesso é composto basicamente de $CaSO_4$ o pH não poderia ser alterado, já que íons dissociados de um sal neutro (Ca^{2+} e SO_4^{2-}) em proporções estequiometricamente equilibradas se neutralizam em solução. Isso pode explicar a ausência de correlação significativa entre os teores de Ca e S e o pH da cama.

Mesmo que o pH não tenha sido afetado, a volatilização de NH_3 aumentou com as doses crescentes de fosfogesso. É possível que o aumento dos teores de Ca e S na cama, numa condição de pH alto, tenha favorecido a população de microrganismos produtores de uricase e urease e, por consequência, a volatilização. Recentemente, Palii et al (2019) também observaram que a aplicação de doses crescentes de fosfogesso na excreta de poedeiras não reduziu a volatilização de NH_3 . Estes fatores, anteriormente mencionados, propiciaram que a cama tratada com fosfogesso apresentasse o menor teor de N.

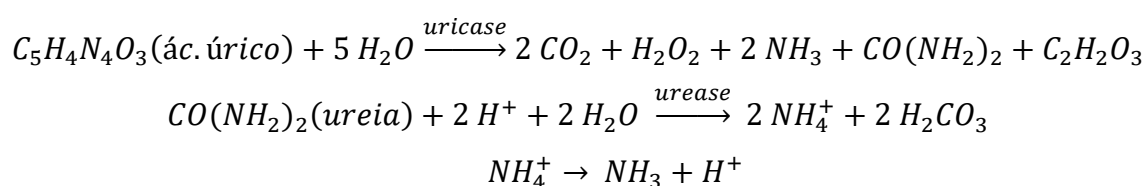
A aplicação de doses crescentes de $ZnSO_4$ não acidificou a cama e, consequentemente, não reduziu a emissão de NH_3 . O mesmo efeito foi relatado por Kim & Patterson (2003), que não observaram alterações no pH da cama de frango tratada com diferentes doses de $ZnSO_4$ após 21 dias de incubação. Todavia, o pH da cama tratada com $ZnSO_4$ foi menor que o resultante da aplicação de fosfogesso. Assim, mesmo que a quantidade de NH_3 volatilizada

tenha sido similar entre estes aditivos, a aplicação de $ZnSO_4$ favoreceu maior retenção de N na cama.

Após 15 dias de incubação, as camas tratadas com $Al_2(SO_4)_3$ e fosfogesso apresentaram os menores teores médios de N, não diferindo entre si. Porém, a aplicação de $Al_2(SO_4)_3$ resultou no menor valor de pH. Para selecionar a dose e os aditivos químicos para os experimentos 2 e 3, foram utilizados os seguintes critérios: pH e teor de N. Os resultados indicaram que a dose III e os aditivos $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$ e $ZnSO_4$ seriam os mais adequados para avaliação em ambiente de produção comercial.

2.6.2. Experimentos 2 e 3. Retenção de N em cama de frango nova e reutilizada com aplicação de aditivos químicos

A maior retenção de N nas camas nova e de segundo lote com duas aplicações de $Al_2(SO_4)_3$ é explicada pela acidificação. O aumento do teor de N acompanhado pela redução do pH também foi relatado por Younis et al. (2016) em cama de maravalha tratada com $Al_2(SO_4)_3$. A acidificação reduz a taxa de hidrólise do ácido úrico e da ureia e aumenta o teor de NH_4^+ na cama, reduzindo assim a perda de NH_3 e aumentando, consequentemente, a retenção de N (Moore Jr. et al., 2000; Sims & Luka-McCafferty, 2002; Rothrock Jr. et al., 2010; Madrid et al., 2012; Mowrer et al., 2014; Eugene et al., 2015). As etapas da decomposição dos compostos nitrogenados que resultam na produção de NH_3 estão resumidas a seguir:



A aplicação única de $Al_2(SO_4)_3$ aumentou a retenção de ureia na cama nova, enquanto o resultado da reaplicação não diferiu do obtido na cama sem aditivo. O pH da cama nova que recebeu apenas uma aplicação do aditivo foi maior que o daquela onde duas aplicações foram realizadas, o que, provavelmente, alterou a decomposição dos compostos nitrogenados. O teor de ácido úrico na cama de frango diminui com o tempo (Mowrer et al., 2014). Assim, com a aplicação única do aditivo, o pH mais elevado possivelmente favoreceu a hidrólise do ácido úrico e, consequentemente, o aumento do teor de ureia na cama. Nanda & Jagadeesh Babu (2014) constataram que a atividade da uricase em bactérias isoladas de excreta de frango

diminui com a acidificação. Esse resultado dá suporte a hipótese de que promover maior acidificação em função do aumento do número de aplicações do aditivo modifica as formas de N na cama e ajuda a explicar como a reaplicação proporciona maior retenção de N sem acumular maior quantidade de ureia que a cama sem aditivo.

O pH da cama aumenta à medida em que os animais crescem e produzem maiores quantidades de excreta (Moore Jr. et al., 2000), mesmo com a aplicação do $Al_2(SO_4)_3$ (Sahoo et al., 2016). O tempo de manutenção da acidez da cama pode ser estendido pelo aumento da dose ou do número de aplicações de $Al_2(SO_4)_3$ (Li et al., 2013). Além disso, é importante considerar que doses mais elevadas do aditivo reduzem a hidrólise do ácido úrico (Mowrer et al., 2014). Dessa forma, a reaplicação do produto no início da fase em que há maior produção de excreta, é uma importante ferramenta para reter ácido úrico e reduzir a perda de $N - NH_3$. A retenção de ureia é menos vantajosa, uma vez que pode haver perda de NH_3 com a hidrólise do ácido úrico, ou seja, antes mesmo que a ureia seja produzida. Assim, a cama nova tratada com apenas uma aplicação de $Al_2(SO_4)_3$ pode ter perdido maior quantidade de NH_3 , explicando o porquê da reaplicação do aditivo resultar na maior retenção de N. O fato de ter ocorrido correlações de mais alta magnitude nas camas que receberam duas aplicações de aditivo confirma que a maior acidificação torna as condições mais favoráveis à retenção de N.

A cama de segundo lote já possuía teor de N ($16,31 \text{ g kg}^{-1}$) e pH (7,39) elevados desde o início do ciclo produtivo dos animais. Nos 45 dias de crescimento das aves, sem a aplicação de aditivos, as variações do teor de N ($0,56 \text{ g kg}^{-1}$) e do pH (0,03 unidades) em relação aos valores iniciais foram desprezíveis. Como esperado, considerando que na faixa de pH entre 7,0 e 7,5 a hidrólise do ácido úrico é favorecida (Anderson & Vijayakumar, 2011), a cama sem aditivo reteve grande quantidade de ureia. Rothrock Jr. et al. (2010) também constataram que sob ausência de aditivos, o teor de ácido úrico da cama diminui ao longo do tempo, enquanto o de ureia aumenta.

O teor de ureia na cama de segundo lote sem aditivo foi maior do que com uma aplicação de $Al_2(SO_4)_3$, mas não diferiu daquele obtido na cama que recebeu duas aplicações. Isso demonstra que houve um pequeno aumento da retenção de ureia quando a segunda aplicação foi realizada. Esse resultado está relacionado com a redução da hidrólise da ureia em função da maior acidificação. A acidificação aumenta a retenção de ureia (Rothrock Jr. et al., 2010) e diminui a volatilização de NH_3 (Loch et al., 2011). Esse efeito é esperado, uma vez que maiores doses de aplicação do aditivo potencializam a acidificação da cama, conforme assinalado por Mowrer et al. (2014). Além disso, a aplicação de $Al_2(SO_4)_3$ reduz a concentração de

microrganismos produtores de urease (Cook et al., 2008) e aumenta o teor de NH_4^+ (Sims & Luka-McCafferty, 2002). A manutenção da elevada acidez ao longo do tempo, associada ao acréscimo da quantidade de ureia, são resultados determinantes para explicar como a reaplicação de $Al_2(SO_4)_3$ otimizou a retenção de N na cama de segundo lote.

Na cama nova tratada com $CuSO_4$, somente a reaplicação do aditivo aumentou os teores de ureia e de N total. Esse resultado evidencia que, em cama nova, a redução da atividade da urease em função do aumento do teor de Cu^{2+} foi determinante para promover maior retenção de N. Como demonstrado por Yan-Qing & Hong-Mei (2012), a ligação com Cu^{2+} altera a conformação da urease. Assim, o centro de atividade da enzima pode ser afetado, inibindo sua atividade. Nesse contexto, considerando que o aumento do número de aplicações não alterou a acidificação da cama, é possível afirmar que a maior retenção de ureia reduziu a perda de NH_3 e, conseqüentemente, aumentou a retenção de N. Essa hipótese está de acordo com os resultados de Medeiros et al. (2008) que, avaliando o aumento das doses de $CuSO_4$, observaram redução da volatilização de NH_3 sem que houvessem alterações no pH da cama.

Reaplicar $CuSO_4$ na cama de segundo lote aumentou a retenção de ureia e de N total. Comparativamente à cama que recebeu aplicação única do aditivo, observa-se que a reaplicação não alterou o teor de ureia, mas proporcionou maior acidificação e acúmulo de N na cama. Diante desses resultados, é provável que o aumento da retenção de N na cama de segundo lote esteja principalmente relacionado com os efeitos do $CuSO_4$ sobre a atividade da uricase. Kim & Patterson (2003) demonstraram que o $CuSO_4$ inibiu aproximadamente 90 % da atividade da enzima em cama de frango. Anderson & Vijayakumar (2011), mais especificamente, comprovaram que o Cu^{2+} bloqueia a uricase e demonstraram que a atividade da enzima é reduzida à medida em que se aumenta a acidez. Esses resultados corroboram a hipótese de que a reaplicação, acidificando a cama, afetou a uricase e, conseqüentemente, aumentou a retenção de N em função da menor perda de NH_3 . Younis et al. (2016) relataram efeito semelhante, relacionando o aumento da % N na cama de frango com a acidificação. Cabe ainda ressaltar que a cama tratada com apenas uma aplicação do aditivo, mesmo tendo acumulado grande quantidade de ureia, não reteve maior quantidade de N total do que a cama sem aditivo. Essa é mais uma evidência de que há expressiva perda de NH_3 por ocasião da decomposição do ácido úrico.

Nas camas tratadas com $FeSO_4$ a acidificação aumentou a retenção de N. Na cama nova, o acréscimo de acidez provocado pela reaplicação do aditivo não foi acompanhado por maior retenção de N. Além disso, o teor de ureia da cama tratada com $FeSO_4$ foi igual ao daquela sem

aditivos. Esses resultados estão de acordo com relatos anteriores, nos quais foi demonstrado que o $FeSO_4$ acidifica a cama (Kim et al., 2011) e reduz a volatilização de NH_3 (Do et al., 2004), mas não afeta de forma homogênea a hidrólise da ureia (Jiang et al., 2014). Desta forma, mesmo que seja necessário realizar o revolvimento da cama durante o crescimento das aves, não seria proveitoso reaplicar o aditivo, pois o máximo potencial de retenção de N pode ser atingido com apenas uma aplicação de $FeSO_4$. Os resultados apresentados dão suporte às constatações preliminares de Li et al. (2008), obtidas em escala de laboratório, onde se verificou que o aumento da dosagem de $FeSO_4$ proporcionou pequena redução da volatilização de NH_3 .

Na cama segundo lote tratada com $FeSO_4$, a reaplicação resultou em maior acidificação e retenção de N. Considerando que o aditivo não alterou o teor de ureia na cama é provável que o aumento do teor de N se deva principalmente à formação de NH_4^+ . De forma semelhante, Fabao et al. (2011) observaram que aplicação de $FeSO_4$ diminuiu o pH e aumentou a retenção do N contido em excreta submetida à compostagem aeróbia, atribuindo a redução da volatilização de NH_3 à formação do NH_4^+ . Ademais, mesmo que não se tenha verificado efeito significativo dos tratamentos sobre a retenção de ureia, os resultados sugerem que o aumento do número de aplicações diminuiu o teor dessa forma de N na cama. Isso permite supor que uma pequena redução da formação de ureia e, conseqüentemente, de NH_3 , também possa ter contribuído para o aumento do teor de N. Essa hipótese encontra suporte nos resultados de Anderson & Vijayakumar (2011), onde se demonstrou que o Fe^{2+} e a diminuição do pH afetam a atividade da uricase.

A aplicação de $ZnSO_4$ aumentou a retenção de N nas duas camas. O teor de N da cama nova tratada com uma ou duas aplicações de $ZnSO_4$ foi, respectivamente, 28,0 e 43,5 % maior que o da cama sem aditivos. Considerando que a aplicação única do aditivo não afetou o teor de ureia na cama e que a redução do pH foi pequena, mesmo que significativa, é provável que o aumento do teor de N se deva à uma reacidificação momentânea, por ocasião da reaplicação. Contudo, é importante enfatizar que outros fatores também influenciam a decomposição dos compostos nitrogenados e, conseqüentemente, a quantidade de NH_3 volatilizada. Isso é importante para se compreender que a retenção de compostos nitrogenados por efeitos de pequena magnitude, isoladamente não significativos, pode ser determinante para aumentar o teor de N na cama.

Na cama de segundo lote tratada com $ZnSO_4$, a reaplicação resultou em menor retenção de ureia ao mesmo tempo em que aumentou o teor de N. O aditivo reduziu o pH da cama, mas a reaplicação não alterou a acidificação. Portanto, ao que tudo indica, a reaplicação reduziu a

atividade da uricase e, por consequência, otimizou a retenção de N. Kim & Patterson (2003), também relataram maior retenção de N em cama de frango tratada com $ZnSO_4$. Mais especificamente, demonstraram que doses crescentes do aditivo aumentaram o teor de ácido úrico e reduziram a volatilização de NH_3 . Isso ocorre porque o Zn^{2+} interage com resíduos aniônicos de aminoácidos nos sítios de ligação da uricase, reduzindo a atividade da enzima (Hunde et al., 2012). Assim, é possível que o aumento do teor de Zn^{2+} na cama que recebeu duas aplicações do aditivo tenha reduzido a decomposição do ácido úrico e, consequentemente, a formação de ureia. Ainda que o pH não tenha sido alterado, o teor de ureia na cama que recebeu duas aplicações do aditivo foi menor que o daquela onde uma única aplicação foi realizada. Esses resultados confirmam a hipótese de que a diminuição da atividade da uricase em função do aumento do teor de Zn^{2+} é o processo dominante de retenção de N na cama de segundo lote que recebeu duas aplicações de $ZnSO_4$.

Os resultados demonstram que os aditivos químicos tem grande potencial para aumentar a retenção de N em cama de frango e, consequentemente, seu valor como fertilizante. Nas camas nova e de segundo lote, a reaplicação de $Al_2(SO_4)_3$ resultou no maior teor de N, o que pode ser justificado pela alta dose aplicada. É importante ressaltar que não houve diferença significativa entre o teor de N da cama nova tratada com $FeSO_4$, $CuSO_4$ e $ZnSO_4$, independentemente do número de aplicações. Comparativamente, isso significa que a dose de $CuSO_4$ proporcionou o mesmo retorno que as de $FeSO_4$ e $ZnSO_4$, 85,71 e 86,27 % maiores que a primeira. Também foi demonstrado que é necessário reaplicar o $CuSO_4$ para aumentar a retenção de N, enquanto apenas uma aplicação de $FeSO_4$ foi suficiente para aumentar o teor de N na cama nova.

Duas aplicações de $Al_2(SO_4)_3$ foi a melhor opção para aumentar a retenção de N na cama de segundo ciclo, acumulando 46,47 % de N a mais que a cama sem aditivo. Mesmo que o teor de N resultante das reaplicações de $FeSO_4$, $CuSO_4$ e $ZnSO_4$ seja igual, é importante destacar que as doses aplicadas eram diferentes. Nesse contexto, é necessário que estudos adicionais de análise econômica dos aditivos sejam realizados. Acessoriamente, pode-se sugerir que esses trabalhos também avaliem os ganhos econômicos secundários resultantes da aplicação dos aditivos químicos na cama de frango, tais como o aumento do peso corporal e da sobrevivência dos frangos (Sahoo et al. 2016).

2.7 CONCLUSÃO

Os estudos demonstraram que $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$ e $ZnSO_4$ aumentaram a retenção de N em camas de frango de maravalha nova e de segundo lote e que este resultado pode depender ou mesmo ser potencializado pela reaplicação dos aditivos aos 25 dias de crescimento das aves.

Na cama de frango de maravalha nova, uma única aplicação de $FeSO_4$ e duas de $CuSO_4$ aumentaram o teor de N total, enquanto as reaplicações de $Al_2(SO_4)_3$ e de $ZnSO_4$ potencializaram a retenção de N.

Na cama de frango de segundo lote, as reaplicações de $CuSO_4$ e de $FeSO_4$ foram necessárias para aumentar o teor de N total, enquanto as de $Al_2(SO_4)_3$ e de $ZnSO_4$ potencializaram a retenção de N.

Maior teor de N total nas camas de frango nova e de segundo lote foi obtido com a reaplicação de $Al_2(SO_4)_3$.

2.8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Anderson A, Vijayakumar S. Purification and optimization of uricase enzyme produced by *Pseudomonas aeruginosa*. J Exp Sci. 2011; 2:5-8.
- Belloir P, Méda B, Lambert W, Corrent E, Juin H, Lessire M, Tesseraud S. Reducing the CP content in broiler feeds: impact on animal performance, meat quality and nitrogen utilization. Animal. 2017; 11:1881-89. <https://doi.org/10.1017/S1751731117000660>
- Burt CD, Cabrera ML, Rothrock Jr. MJ, Kissel DE. Urea hydrolysis and calcium carbonate precipitation in gypsum-amended broiler litter. J Environ Qual. 2018; 47:162-69. <https://doi.org/10.2134/jeq2017.08.0337>
- Choi IH, Kim JN, Kwon YM. Effects of chemical treatments on pH and bacterial population in poultry litter: a laboratory experiment. Br Poult Sci. 2008; 49:497-501, 2008.
- Cook KL, Rothrock Jr. MJ, Warren JG, Sistani KR, Moore Jr. PA. Effect of alum treatment on the concentration of total and ureolytic microorganisms in poultry litter. J Environ Qual. 2008; 37:2360-67. <https://doi.org/10.2134/jeq2008.0024>
- Cook KL, Rothrock Jr. MJ, Eiteman MA, Lovanh N, Sistani K. Evaluation of nitrogen retention and microbial populations in poultry litter treated with chemical, biological or adsorbent amendments. J Environ Manage. 2011; 92:1760-66. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2011.02.005>
- Do JC, Choi IH, Nahm KH. Effects of chemically amended litter on broiler performances, atmospheric ammonia concentration, and phosphorus solubility in litter. Poult Sci. 2005; 84:679-86. <https://doi.org/10.1093/ps/84.5.679>
- Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária - EMBRAPA. Manual de métodos de análise de solo. 3ª ed. Brasília: EMBRAPA; 2017.
- Eugene B, Moore Jr. PA, Li H, Miles D, Trabue S, Burns R, Buser M. Effect of alum additions to poultry litter on in-house ammonia and greenhouse gas concentrations and emissions. J Environ Qual. 2015; 44:1530-40. <https://doi.org/10.2134/jeq2014.09.0404>
- Fabao Z, Wenjie G, Peizhi X, Kaizhi X, Shuanhu T. Effects of S and FeSO₄ agents on nitrogen conservation in aerobic composting of chicken manure. Chinese J Environ Eng. 2011; 5:2347-52.

- Graña AL, Tavernari FC, Lelis GR, Albino LFT, Rostagno HS, Gomes PC. Evaluation of nutrient excretion and retention in broilers submitted to different nutritional strategies. *Rev Bras Cienc Avic.* 2013; 15:161-168. <https://doi.org/10.1590/S1516-635X2013000200013>
- Hunde A, Patterson P, Ricke S, Kim WK. Supplementation of poultry feeds with dietary zinc and other minerals and compounds to mitigate nitrogen emissions - a review. *Biol Trace Elem Res.* 2012; 147:386-94. <https://doi.org/10.1007/s12011-011-9310-8>
- Jiang Y, Liu L, Luo G, Zhang Z, Davidmark J, Huang Y. Effect of γ -PGA coated urea on N-release rate and tomato growth. *Wuhan Univ J Nat Sci.* 2014; 19:335-40. <https://doi.org/10.1007/s11859-014-1022-4>
- Jones AM, Collins RN, Waite TD. Mineral species control of aluminum solubility in sulfate-rich acidic waters. *Geochim. Cosmochim. Acta.* 2011; 75:965-77. <https://doi.org/10.1016/j.gca.2010.12.001>
- Kim WK, Patterson PH. Effect of minerals on activity of microbial uricase to reduce ammonia volatilization in poultry manure. *Poult Sci.* 2003; 82:223-31. <https://doi.org/10.1093/ps/82.2.223>
- Kim SC, Yi SJ, Choi IH. Reducing volatile fatty acids in poultry litter with chemical additives: a laboratory experiment. *J Poult Sci.* 48:139-43, 2011. <https://doi.org/10.2141/jpsa.010071>
- Li H, Xin H, Liang Y, Burns RT. Reduction of ammonia emissions from stored laying hen manure through topical application of zeolite, Al⁺Clear, Ferix-3, or Poultry Litter Treatment. *J Appl Poult Res.* 2008; 17:421-31. <https://doi.org/10.3382/japr.2007-00076>
- Li H, Lin C, Collier S, Brown W, White-Hansen, S. Assessment of frequent litter amendment application on ammonia emission from broilers operations. *J Air Waste Manag Assoc.* 2013. 63:442-52. <https://doi.org/10.1080/10962247.2012.762814>
- Loch FC, Oliveira MC, Silva D, Gonçalves BN, Faria BF, Menezes JFS. Quality of poultry litter submitted to different treatments in five consecutive flocks. *R Bras Zootec.* 2011; 40:1025-30. <https://doi.org/10.1590/S1516-35982011000500013>
- Madrid J, López MJ, Orengo J, Martínez S, Valverde M, Megías MD, Hernández F. Effect of aluminum sulfate on litter composition and ammonia emission in a single flock of broilers up to 42 days of age. *Animal.* 2012; 6:1322-29. <https://doi.org/10.1017/S1751731112000158>
- Medeiros BR, Santos BJM, Freitas M, Silva OA, Alves FF, Ferreira E. A adição de diferentes produtos químicos e o efeito da umidade na volatilização de amônia em cama de frango. *Cienc Rural.* 2018; 38:2321-26. <http://dx.doi.org/10.1590/S0103-84782008000800035>

Miles DM, Moore Jr. PA, Burns RT, Brooks JP. Ammonia and nitrous oxide emissions from a commercial broiler house. *J Environ Qual*. 2014; 43:1119-24. <https://doi.org/10.2134/jeq2013.09.0390>

Moore Jr. PA, Daniel TC, Edwards DR. Reducing phosphorus runoff and inhibiting ammonial loss from poultry manure with aluminum sulfate. *J Environ Qual*. 2000; 29:37-49. <https://doi.org/10.2134/jeq2000.00472425002900010006x>

Moore Jr. PA, Miles D, Burns R, Pote D, Berg K, Choi H. Ammonia emission factors from broiler litter in barns, in storage, and after land application. *J Environ Qual*. 2011; 40:1395-1404. <https://doi.org/10.2134/jeq2009.0383>

Mowrer J, Cabrera M, Rasmussen T, Cassity-Duffey K. Nitrogen in stored poultry litter: uric acid and xanthine. *J Environ Qual*. 43:2137-45, 2014. <https://doi.org/10.2134/jeq2014.05.0240>

Mulvaney RL, Bremner JM. A modified diacetyl monoxime method for colorimetric determination of urea and soil extracts. *Comm Soil Sci Plant Anal*. 1979; 10:1163-70. <https://doi.org/10.1080/00103627909366969>

Nanda P, Jagadeesh Babu PE. Isolation, screening and production studies of uricase producing bacteria from poultry sources. *Prep Biochem Biotechnol*. 2014; 44:811-21. <https://doi.org/10.1080/10826068.2013.867875>

Palii AP, Lukyanov IM, Kovalchuk AO, Denicenکو SA, Kalabska VS, Ivashchenko SG, Boyko YA, Sychova TO, Diachuk PV, Mitiashkina TY, Paliy AP. Efficiency of various reagents on ammonia reduction in litter removal from belt conveyors for battery cages. *Ukr J Ecol*. 2019; 9:571-577. https://doi.org/10.15421/2019_792

Rothrock Jr. MJ, Cook KL, Warren JG. Microbial mineralization of organic nitrogen forms in poultry litters. *J Environ Qual*. 2010; 39:1848-57. <https://doi.org/10.2134/jeq2010.0024>

Sahoo SP; Kaur D, Sethi APS, Sharma A, Chandra M, Chandrabhas. Effect of chemically amended litter on litter quality and broiler performance in winter. *J Appl Anim Res*. 2016; 45: 533-37. <https://doi.org/10.1080/09712119.2016.1150846>

Sims JT, Luka-McCafferty NJ. On-farm evaluation of aluminum sulfate (alum) as a poultry amendment: effects on litter properties. *J of Environ Quality*. 2002; 31:2066-2073. <https://doi.org/10.2134/jeq2002.2066>

Toledo TS, Roll AAP, Rutz F, Dallmann HN, Prá MAD, Leite FPL, Roll VFB. An assessment of the impacts of litter treatments on the litter quality and broiler performance: A systematic

review and meta-analysis. Plos One. 2020; 15:1-26.
<https://doi.org/10.1371/journal.pone.0232853>

Yan-Qing W, Hong-Mei Z. Spectral studies on the interaction between Cu^{2+} and urease. Spectrochim Acta A Mol Biomol Spectrosc. 2012; 96:352-357.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.saa.2012.05.014>

Younis MEM, Bazh EKA, Ahmed HA, Elbestawy AR. Broiler performance, carcass characters and litter composition after management of fresh litter with two types of acidifier amendments. Int J Agric Innov Res. 2016; 4:1050-56.

3 CAPÍTULO II

ENRIQUECIMENTO DE CAMA DE FRANGO PELA APLICAÇÃO DE ADITIVOS QUÍMICOS E SEU EFEITO NO SOLO E NA PLANTA

3.1 RESUMO

Aditivos químicos são aplicados na cama de frango para reduzir a emissão de NH_3 nos aviários e aumentar o valor deste resíduo para seu aproveitamento como fertilizante. Quatro experimentos foram realizados com o objetivo avaliar a retenção de N em camas de frango tratadas com aditivos químicos e, posteriormente, os efeitos da aplicação das camas enriquecidas sobre as propriedades químicas do solo, crescimento, nutrição e índices fisiológicos de plantas de milho. Os experimentos em frascos (1 - cama de frango de segundo lote e 2 - cama de frango de terceiro lote) tiveram delineamento inteiramente casualizado com dez repetições, avaliando-se seis tratamentos: ausência de aditivos químicos e aplicações de $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$, $ZnSO_4$ e NBPT. A aplicação dos aditivos químicos aumentou o teor de N nas camas de frango. Na cama de segundo lote, os processos associados a retenção de N foram: redução da atividade da urease e do pH (sob aplicação de $CuSO_4$ e $ZnSO_4$) ou isoladamente pH [sob aplicação de $Al_2(SO_4)_3$ e $FeSO_4$] e atividade da urease (sob aplicação de NBPT). Na cama de terceiro lote, as aplicações de $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$, $ZnSO_4$ reduziram o pH e a atividade da urease, enquanto a de NBPT apenas reduziu a hidrólise. Os experimentos com plantas em vasos com solo (3 - cama de segundo lote enriquecida e 4 - cama de terceiro lote enriquecida) tiveram delineamento em blocos casualizados com dez repetições, avaliando-se sete tratamentos: cama de frango sob ausência de aditivos químicos, ausência de adubação, e aplicações de $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$, $ZnSO_4$ e NBPT. As camas tratadas com $Al_2(SO_4)_3$ aumentaram a acidez potencial e o teor de S no solo, além do acúmulo de biomassa e do conteúdo N e S nas plantas. As camas tratadas com $CuSO_4$, $FeSO_4$ e $ZnSO_4$ reduziram o pH do solo, aumentaram o acúmulo de biomassa, o conteúdo de N e dos respectivos metais Cu, Fe e Zn na planta. As camas tratadas com NBPT não alteraram as propriedades químicas do solo e aumentaram o conteúdo de N nas plantas. As aplicações das camas de segundo lote tratadas com $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$ e $FeSO_4$ e de terceiro lote com $CuSO_4$ aumentaram o índice de balanço de N.

Palavras-chave: Nitrogênio. Micronutrientes. Fertilizante. Milho.

3.2 ABSTRACT

Chemical additives are applied in the poultry litter to reduce the emission of NH_3 in the aviaries and increase the value of this residue for its use as fertilizer. Four testing were carried out with the objective of evaluating N retention in poultry litter treated with chemical additives and, subsequently, the effects of the application of enriched litter on the chemical properties of the soil, growth, nutrition and physiological indices of corn plants. The testings on flasks (1 - second flock poultry litter and 2 - third flock poultry litter) had a completely randomized design with ten replications, evaluating six treatments: absence of chemical additives and applications of $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$, $ZnSO_4$, NBPT. The application of chemical additives increased the N content in the poultry litter. In the second flock poultry litter, the mechanisms associated with N retention were: reduction of urease activity and pH (under application of $CuSO_4$ and $ZnSO_4$) or alone pH [under application of $Al_2(SO_4)_3$ and $FeSO_4$] and urease activity (under application of NBPT). In the third flock poultry litter, applications of $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$ e $ZnSO_4$ reduced pH and urease activity, while NBPT only reduced hydrolysis. The testings with plants in pots with soil (3 - poultry litter of the second batch enriquecida and 4 - poultry litter of the third enriched batch) had a randomized block design with ten replications, evaluating seven treatments: chicken bed under absence of chemical additives, absence fertilization, and applications of $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$, $ZnSO_4$ e NBPT. The litters treated with $Al_2(SO_4)_3$ increased the potential acidity and the S content in the soil, in addition to the accumulation of biomass and the N and S content in the plants. The litters treated with $CuSO_4$, $FeSO_4$ and $ZnSO_4$ reduced the pH of the soil, increased the accumulation of biomass, the content of N and the respective metals Cu, Fe and Zn in the plant. The litters treated with NBPT did not alter the chemical properties of the soil and increased the N content in the plants. The application poultry litter of second treated with $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$ and $FeSO_4$ and the third flock treated with Cu increased the N balance index.

Keywords: Nitrogen. Micronutrients. Fertilizer. Corn.

3.3 INTRODUÇÃO

Os aditivos químicos aplicados à cama de frango têm por objetivo reduzir a emissão do gás amônia (NH_3) nos galpões de criação de frangos de corte. A produção de NH_3 decorre da decomposição dos compostos orgânicos nitrogenados, especificamente após a hidrólise do ácido úrico e da ureia (Vogels & Van Der Drift, 1976) e pode resultar em perdas superiores a 600 kg de N por lote de frango de corte (Eugene et al., 2015). A princípio, os aditivos químicos eram aplicados apenas com o intuito de reduzir a concentração de NH_3 na atmosfera do aviário e, conseqüentemente, os efeitos deletérios que o gás provoca no desempenho dos animais (Ritz et al., 2004; Yahav, 2004; Cemek et al., 2016). Porém, com o uso cada vez mais frequente da cama de frango na agricultura, a redução na emissão de NH_3 também foi considerada como uma alternativa para aumentar a retenção de N na cama e, desta forma, o seu valor como fertilizante.

Os aditivos podem reduzir a volatilização de NH_3 através de diversos processos, dentre os quais destaca-se: acidificação da cama (Sahoo et al., 2016), restrições a atividade de microrganismos mineralizadores do N orgânico (Rothrock Jr. et al., 2010) e inibição das enzimas que catalisam a hidrólise do ácido úrico (Kim & Patterson, 2003) e da ureia (Cook et al., 2011). Ao reduzir as perdas de N por volatilização de NH_3 , o uso do aditivo pode aumentar em até 2,0 % o teor de N total da cama de frango (Moore Jr. et al., 1995; Cook et al., 2011). O material mais avaliado para este fim tem sido o $Al_2(SO_4)_3$ (Moore Jr. et al., 2000), que é o principal componente dos produtos comerciais disponíveis nos mercados dos Estados Unidos e União Europeia. Outros aditivos foram avaliados, tais como: sulfato de cobre (Younis et al., 2016), sulfato de ferro (Moore Jr. et al., 1995), sulfato de zinco (Kim & Patterson, 2003) e NBPT (Singh et al., 2009). Mesmo que suas eficácias para diminuir a emissão de amônia e aumentar a retenção de N tenham sido comprovadas, o progresso tem sido lento no que se refere ao uso das camas tratadas com aditivos na adubação.

O uso de cama de frango como fertilizante altera as propriedades químicas do solo, destacadamente a saturação por bases, a disponibilidade de N e o teor de micronutrientes (Moore Jr. et al., 1998; Tewolde et al., 2005; Valadão et al., 2011; Tomlinson et al., 2015; Corrêa, 2016). Além disso, aumenta a formação de complexos orgânicos que reduzem a disponibilidade de metais (Tan et al., 1971; Miyazawa et al., 2002), amenizando os efeitos fitotóxicos causados por elevados teores de micronutrientes no solo (Marsola et al., 2005). Isso

é particularmente importante quando se considera a possibilidade de utilizar camas tratadas com $CuSO_4$, $FeSO_4$ ou $ZnSO_4$ para a adubação, dado que estes materiais podem acarretar aumento do teor de micronutrientes no solo acima do nível considerado tóxico às plantas. Entretanto, a maior parte das pesquisas têm se limitado a avaliar como as camas tratadas com aditivos químicos afetam a disponibilidade de N no solo (Moore Jr. et al., 2005; Efthimiadou et al., 2009; Tomlinson et al., 2015), enquanto os efeitos da aplicação de camas de frango tratadas com micronutrientes sobre a disponibilidade de Cu, Fe e Zn ainda permanecem desconhecidos.

A utilização da cama de frango como fonte de N na agricultura está amplamente documentada, como evidencia a revisão de literatura de Bolan et al. (2010). Efthimiadou et al. (2009) constataram que a maior disponibilidade de N em solos com aplicação de cama de frango aumentou o conteúdo de clorofila e a taxa fotossintética em plantas de milho, o que, por consequência, contribuiu para aumentar o acúmulo de biomassa. A cama de frango tratada com aditivo químico pode potencializar esses efeitos (Corrêa et al., 2016), uma vez que possui teor de N maior que o da cama não tratada (Moore Jr. & Edwards, 2005). Além disso, dependendo da composição química do aditivo aplicado, as camas também podem ser enriquecidas com enxofre (Sahoo et al., 2016) e micronutrientes (Moore Jr. et al., 1995; Kim & Patterson, 2003; Younis et al., 2016). Contudo, nenhum estudo anterior avaliou como a adubação com camas de frango tratadas com aditivos químicos contendo micronutrientes afetou o crescimento, o acúmulo de nutrientes e os índices fisiológicos das plantas.

Nessa perspectiva, o presente trabalho tem como objetivo avaliar o enriquecimento de N em cama de frango tratada com aditivos químicos e o efeito da aplicação desses materiais sobre o solo e as plantas. Um estudo inicial foi conduzido para comparar a eficácia dos aditivos na retenção de N em camas de segundo e terceiro lote. Em seguida, um segundo estudo foi realizado com o objetivo de avaliar os efeitos dos fertilizantes produzidos sobre as propriedades químicas do solo, crescimento, nutrição e índices fisiológicos de plantas de milho.

3.4 MATERIAL E MÉTODOS

3.4.1 Experimentos 1 e 2. Retenção de N em camas de frango tratadas com aditivos químicos

3.4.1.1 Condições experimentais

Os experimentos 1 (cama de frango de 1º lote) e 2 (cama de frango de 2º lote) foram conduzidos simultaneamente entre os meses de julho e agosto de 2019, em casa de vegetação localizada em Viçosa, Minas Gerais, Brasil.

Camas de maravalha de primeiro e segundo lote foram coletadas em dois aviários comerciais, onde lotes com densidade de alojamento de 15 frangos de corte por metro quadrado da raça Coob foram criados por ciclos de 45 dias. Nos dois dias que antecederem a retirada dos animais nos aviários, foram coletadas as excretas depositadas em lonas plásticas de 4 m² sobrepostas à cama. As características químicas das camas de frango e da excreta estão descritas na tabela 8.

Tabela 8. Características químicas da excreta e das camas de frango de primeiro e segundo lotes

	pH	CO ¹	N	S	Cu	Fe	Zn
		— g kg ⁻¹ —			— mg kg ⁻¹ —		
Excreta	6,19	260,5	55,20	5,40	41,50	688,6	360,2
Cama de 1º lote	7,37	307,3	24,90	4,30	32,00	945,0	301,8
Cama de 2º lote	7,37	276,1	37,20	5,90	45,70	798,5	391,5

¹ Carbono orgânico

As unidades experimentais consistiram de frasco de vidro de 500 cm³ contendo 50,0 g de cama de frango com granulometria menor que 4 mm e 11,45 g de excreta. A massa de cama de frango foi proporcional à 2,5 kg m⁻² em uma camada de 0,10 m no aviário e a quantidade de excreta foi proporcional a estimativa de excreção das aves em 45 d.

Os tratamentos corresponderam à aplicação de cinco doses de aditivos químicos: $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18 H_2O$ (260,0 mg g⁻¹); $CuSO_4 \cdot 7H_2O$ (30,0 mg g⁻¹); $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ (210,0 mg g⁻¹); $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ (218,5 mg g⁻¹); NBPT (2,35 µL g⁻¹) e da cama com a ausência de aditivos. As doses foram selecionadas com base no levantamento de 50 artigos científicos, que avaliaram a aplicação de aditivos químicos em cama de frango. Os experimentos foram realizados em delineamento inteiramente casualizado com 10 repetições.

As camas e a excreta foram homogeneizadas nos frascos após a aplicação de 20,0 mL de solução dos respectivos aditivos e de apenas água ultrapura na cama sem aditivos. Esse volume de solução proporcionou à cama 20 % de umidade. Os frascos foram mantidos em local isento de luminosidade, com temperatura em torno de 20 a 30° C e permaneceram abertos durante todo o período de condução dos experimentos (Figura 4). A perda de água pela cama foi monitorada pela variação de peso das unidades experimentais e quando necessário foi adicionada água para manter a umidade da cama em 20 %.



Figura 6. Visão geral dos experimentos 1 e 2, após 45 dias de condução.

3.4.1.2 Coletas e determinações

Após 25 dias da aplicação dos aditivos, as camas foram homogeneizadas nos frascos. Em seguida, amostras foram coletadas, postas a secar em estufa de circulação forçada a 60 °C até atingirem massa constante e moídas. Os teores de ureia nas camas foram determinados pelo método da diacetil monoxima, adaptado de Mulvaney & Bremner (1979). Cada amostra das camas de frango foi analisada em duplicata de 2,5 g, que foram acondicionadas em tubo tipo Falcon (50 mL) e receberam 2,5 mL de água ultrapura. Após 48 h de umidificação com os tubos abertos, uma das duplicatas recebeu a aplicação de 1 mg de N-ureia p.a. Decorridas 36 h de

incubação em temperatura ambiente, cada tubo Falcon recebeu 30,0 mL de solução de acetato de fenilmercúrio (PMA). Os tubos foram submetidos a agitação circular a 220 rpm por 1 h. O extrato foi filtrado em papel filtro quantitativo. Em seguida, alíquotas de 0,1 mL do extrato, 1,9 mL de solução de PMA e 3,0 mL de reagente colorimétrico foram pipetadas em tubo de ensaio. Os tubos foram submetidos a agitação em vortex, aquecidos em banho-maria a 85 °C por 30 min na ausência de luz e imediatamente resfriados em banho de água corrente por 10 min. Na sequência os teores de ureia foram quantificados no extrato por espectrofotometria a 527 nm, tendo como referência a curva-padrão com concentração entre 0 e 2,0 mg L N-ureia. O cálculo da atividade da urease é dado pela equação 1:

$$\text{Atividade da urease } (\mu\text{g ureia g}^{-1}\text{h}^{-1}) = \frac{(1000 + U_0 - U_{rem})/2,5}{36} \text{ Eq. 1}$$

onde: 1000 = massa de N-ureia adicionada (μg); U_0 = massa de ureia na cama de frango após o período de incubação na amostra sem adição de ureia (μg); U_{rem} = massa de ureia remanescente na amostra que recebeu adição de N-ureia (μg); 2,5 = massa de cama de frango (g); e 36 = tempo (h).

Após 45 dias da aplicação dos aditivos químicos, as camas foram novamente homogeneizadas dentro dos frascos. Em seguida, amostras foram coletadas para determinação do pH e N total. Os materiais foram acondicionados em sacos de papel e postos a secar em estufa de circulação forçada à 65 °C até atingirem massa constante. Para determinação do pH, 10,0 g das amostras foram transferidas para béqueres de 100 mL, onde foram adicionados 50,0 mL de água deionizada. As misturas foram homogeneizadas e, após 30 min de repouso, efetuou-se a leitura em peagâmetro digital. Para determinação do N total, as amostras foram moídas e submetidas à digestão sulfúrica, seguida de destilação Kjeldahl, segundo a metodologia descrita pela Embrapa (2017).

3.4.1.3 Análises estatísticas

A hipótese de distribuição normal dos resíduos foi verificada pelo teste W a 5 % de probabilidade (Shapiro & Wilk, 1965). Os dados foram submetidos à análise de variância e as médias foram comparadas pelo teste de Tukey a 5 % de probabilidade, usando o programa SISVAR versão 5.7 (Ferreira, 2014).

Complementar ao teste de média avaliou-se os tamanhos de efeito dos aditivos químicos sobre as variáveis em relação a cama sem aditivos, de acordo com a distância d de Cohen (d-Cohen) e calculados com o pacote bootES (Davison & Hinkley 1997; Canty & Ripley 2017) no ambiente R. O cálculo da distância d-Cohen é dado pelas equações 2 e 3, conforme Kirby & Gerlanc, 2013:

$$\delta = \frac{\mu_0 - \mu_i}{\sigma} \quad \text{Eq. 2}$$

$$\sigma = \sqrt{(SS_A + SS_B)/n_A + n_B} \quad \text{Eq. 3}$$

onde: δ = tamanho do efeito; μ_0 e μ_i = média da população dos grupos de tratamentos com aditivo e sem aditivo, respectivamente; σ = desvio padrão comum à todos os tratamentos; SS_A e SS_B = soma de quadrados dos grupos de tratamentos com aditivo e sem aditivo, respectivamente; n_A e n_B = número de observações dos grupos de tratamentos com aditivos e sem aditivos, respectivamente.

O tamanho do efeito quantificado por δ (que simboliza a distância d-Cohen na equação), representa a diferença entre as médias dos grupos de tratamentos com aditivo e sem aditivo. O tamanho do efeito para uma determinada variável é dado em unidades de desvio padrão positivas ou negativas, de forma que $d = +2$, por exemplo, significa que a média do grupo tratamento com um determinado aditivo químico está duas unidades de desvio padrão acima da média da cama sem aditivo.

Os tamanhos de efeito e o intervalo de confiança (95 %) foram exibidos em forest plots, onde a linha pontilhada que corta $d = 0$ indica o tratamento cama sem aditivo. Nos casos em que o intervalo de confiança do tratamento cruza a linha pontilhada, não se pode excluir a possibilidade de que o efeito seja igual a zero nesse nível de probabilidade. SigmaPlot® 12.0 (Systat Software Inc.) foi usado para preparar os gráficos.

3.4.2 Experimentos 3 e 4. Valor fertilizante de camas de frango enriquecidas com aditivos químicos

3.4.2.1 Condições experimentais

Os experimentos 3 (cama de frango se 2º lote) e 4 (cama de frango de 3º lote) foram realizados simultaneamente entre os meses de setembro e novembro de 2019 em casa de vegetação localizada em Viçosa, Minas Gerais, Brasil.

Foi utilizada amostra da camada de 0-20 cm de um Latossolo Vermelho-Amarelo, cujas características físicas e químicas estão descritas na tabela 9.

Tabela 9. Características físicas e químicas do solo

Propriedade	Resultado
Areia (dag kg ⁻¹)	11
Silte (dag kg ⁻¹)	8
Argila (dag kg ⁻¹)	81
pH (H ₂ O)	5,25
P (mg dm ⁻³)	0,3
K (mg dm ⁻³)	6,0
Ca ²⁺ (cmol _c dm ⁻³)	0,58
Mg ²⁺ (cmol _c dm ⁻³)	0,04
Al ³⁺ (cmol _c dm ⁻³)	1,26
S (mg dm ⁻³)	0,6
Cu (mg dm ⁻³)	0,67
Fe (mg dm ⁻³)	26,1
Zn (mg dm ⁻³)	0,33
Matéria orgânica (dag kg ⁻¹)	3,36

Em cada um dos experimentos foram testados sete tratamentos, que consistiram na aplicação da cama de frango que recebeu a adição de cinco aditivos químicos [$Al_2(SO_4)_3 \cdot 18 H_2O$; $CuSO_4 \cdot 7H_2O$; $FeSO_4 \cdot 7H_2O$; $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ e NBPT], a cama de frango sem adição de aditivos químicos e sem aplicação de cama. As unidades experimentais consistiram em vasos de 3 L preenchidos com 2 kg do solo seco ao ar com granulometria menor que 4 mm cultivados com duas plantas de milho. Os experimentos foram realizados em delineamento em blocos casualizados com 10 repetições.

Ao solo de cada vaso foi adicionado 330 mg kg^{-1} de uma mistura de $CaCO_3$ e $MgCO_3$ com relação molar de Ca:Mg de 4:1, com o objetivo de aumentar a saturação por bases para 60 %. O corretivo foi homogeneizado com todo o volume de solo e permaneceu em incubação por 20 dias na casa de vegetação. Após esse período foram aplicados $12,5 \text{ g kg}^{-1}$ de cama de frango nos respectivos tratamentos, que é equivalente a 25 t ha^{-1} , que foi homogeneizado com o volume de solo e incubado por 20 dias. Nesses dois períodos de incubação o solo foi mantido com umidade a 80 % da sua capacidade de campo. Decorrido esse período, o solo recebeu 150 mg K kg^{-1} e 300 mg P kg^{-1} pela aplicação de 67,0 mL de uma solução de KH_2PO_4 , seguindo as recomendações de Novais et al. (1991). Após secagem por dois dias ao ar livre, o solo de cada vaso foi revolvido para homogeneização.



Figura 7. Visão geral dos experimentos 3 e 4, aos 42 dias após a emergência.

Seis sementes de milho híbrido BM709 PRO2 foram semeadas por vaso, com posterior desbaste para duas plantas aos dez dias após a emergência (DAE). Aos 15 DAE, o solo recebeu reaplicação de 150 mg K kg⁻¹ e 300 mg P kg⁻¹ pela aplicação de 67,0 mL de uma solução de KH₂PO₄. A irrigação foi realizada diariamente para manter o teor de água em torno de 70 a 80 % da capacidade de campo.

3.4.2.2 Coletas e determinações

Aos 42 DAE foram realizadas leituras com clorofilômetro Dualex (Force-A, Orsay, França) nas duas plantas de cada parcela, para determinação do índice de clorofila (CHL), índice de flavonoides (FLV) e índice de balanço de N (IBN). As medições foram realizadas na 6ª folha completamente expandida a partir do ápice de cada planta, sendo os índices para cada parcela resultaram da média de oito leituras realizadas nas duas folhas entre 8:00 e 10:00 h.

As plantas foram coletadas 45 DAE. A parte aérea foi cortada rente ao solo e dividida em folhas e caule. O sistema radicular foi lavado e recuperado com auxílio de peneira de malha de 2 mm. Cada parte vegetal foi acondicionada em sacos de papel e seca em estufa de circulação forçada a 65 °C por 72 h, após as quais foram pesadas para determinação da massa seca. O material foi moído, determinando-se o teor de N segundo a metodologia descrita pela Embrapa (2017). Os teores de Al, S, Cu, Fe e Zn foram determinados por espectrometria de emissão ótica em plasma induzido (ICP-OES) após digestão nítrico-perclórica. Os conteúdos de N, Al, S, Cu, Fe e Zn foram calculados pelo produto entre os teores do nutriente e a massa seca.

Após a remoção das raízes, o solo de cada unidade experimental foi homogeneizado e foram coletadas amostras. As amostras foram secas ao ar, destorroadas, passadas em peneira de malha de 2 mm e submetidas à análise química para caracterização da fertilidade no Laboratório de Rotina do Departamento de Solos da UFV segundo os métodos propostos por Defelipo & Ribeiro (1997).

3.4.2.3 Análises estatísticas

A hipótese de normalidade dos erros foi verificada pelo teste W a 5 % de probabilidade (Shapiro & Wilk, 1965), procedendo-se a transformação dos dados [$y = \sqrt{(x+0,5)}$] para os que não seguiram distribuição normal. Os dados experimentais transformados apresentaram distribuição normal e juntamente com os demais foram submetidos à análise de variância. As médias foram comparadas pelo teste de Tukey a 5 % de probabilidade, usando o programa SISVAR versão 5.7 (Ferreira, 2014). Foi estabelecida a correlação de Pearson (R) entre o teor de N na cama e a massa seca, conteúdo de nutrientes e índices de pigmentos fotossintéticos.

3.5 RESULTADOS

3.5.1 Experimentos 1 e 2. Retenção de N em camas de frango tratadas com aditivos químicos

Conforme demonstrado na Figura 8 (a e b), aos 25 dias após a aplicação dos aditivos, o NBPT promoveu a maior retenção de ureia em ambas as camas. A aplicação de $CuSO_4$ aumentou o teor de ureia na cama de segundo lote, comparativamente à cama sem aditivo, embora a estatística d-Cohen evidencie um efeito positivo também na cama com $ZnSO_4$ (Figura 8 c). Ainda que o teste de Tukey deixe dúvida quanto ao efeito do $FeSO_4$ no aumento do teor de ureia na cama de segundo lote, o d-Cohen demonstra que ele de fato não foi eficaz. O teor de ureia na cama de terceiro lote tratada com aditivos químicos foi maior que o observado na cama sem aditivo. Com exceção do NBPT, os tamanhos dos efeitos dos demais aditivos no teor de ureia foram maiores na cama de terceiro lote (Figura 8, c e d).

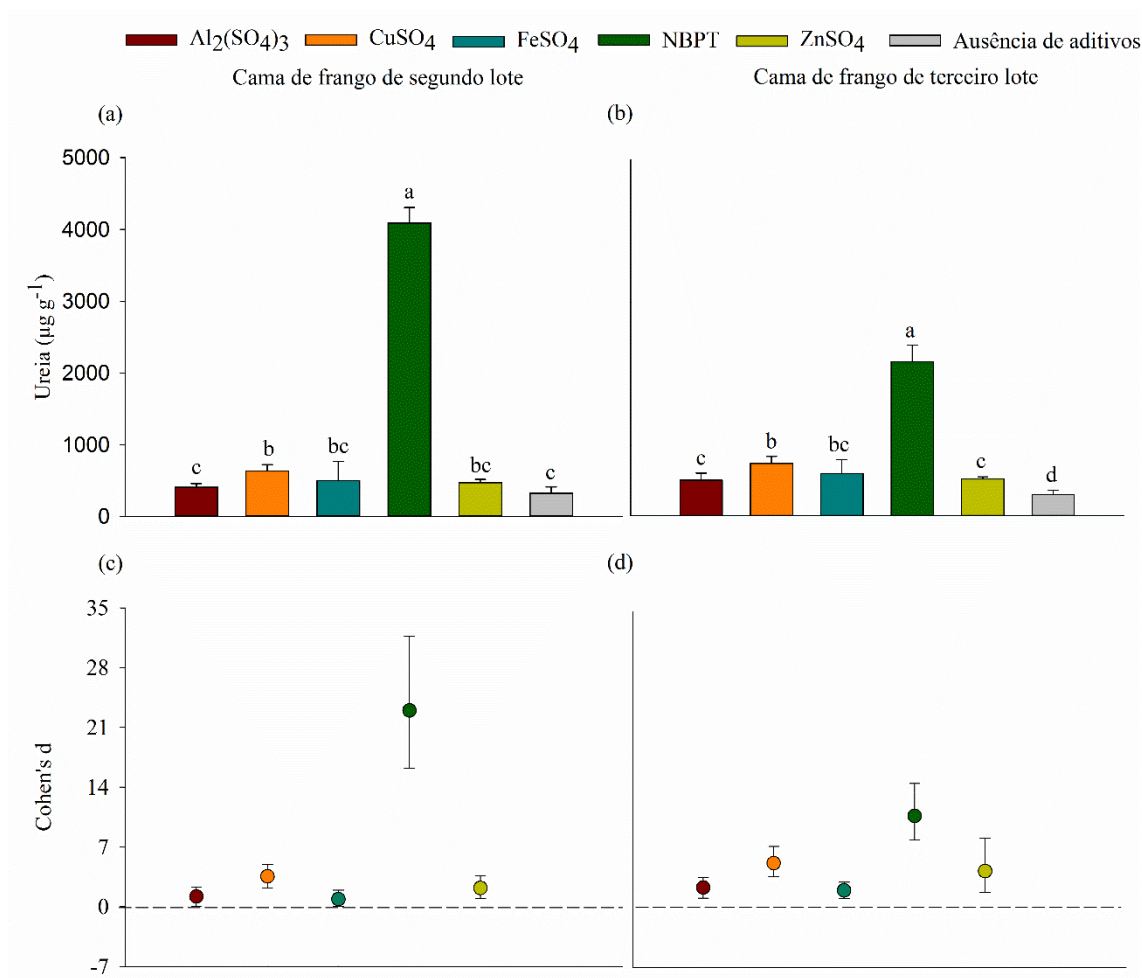


Figura 8. Teores médios de ureia com respectivos erro-padrões da média, em camas de frango de segundo (a) e terceiro (b) lote, 25 d após a aplicação dos aditivos químicos $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$, $ZnSO_4$ e NBPT ou sem aplicação de aditivos. Barras com as mesmas letras indicam que as médias não diferem pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). Os forest plots (c e d) exibem estimativas do tamanho de efeito para os teores de ureia e seus respectivos intervalos de confiança ($< 95\%$), onde as linhas pontilhadas ($d = 0$) indicam a cama sem de aditivo químico.

A aplicação de $CuSO_4$, NBPT e $ZnSO_4$ reduziram significativamente a atividade da urease na cama de segundo lote (Figura 9 a). O d-Cohen confirma que, de fato, o $Al_2(SO_4)_3$ não reduz a atividade da urease, já que o intervalo de confiança para o grupo do aditivo toca na linha da referência (Figura 9 c). A atividade da urease foi menor na cama de terceiro lote com aditivos químicos em relação à cama sem aditivo (Figura 9 b). O d-Cohen demonstra que há um grande efeito negativo ($\delta > 0,80$) dos aditivos na redução da atividade da urease na cama de terceiro lote (Figura 9 d).

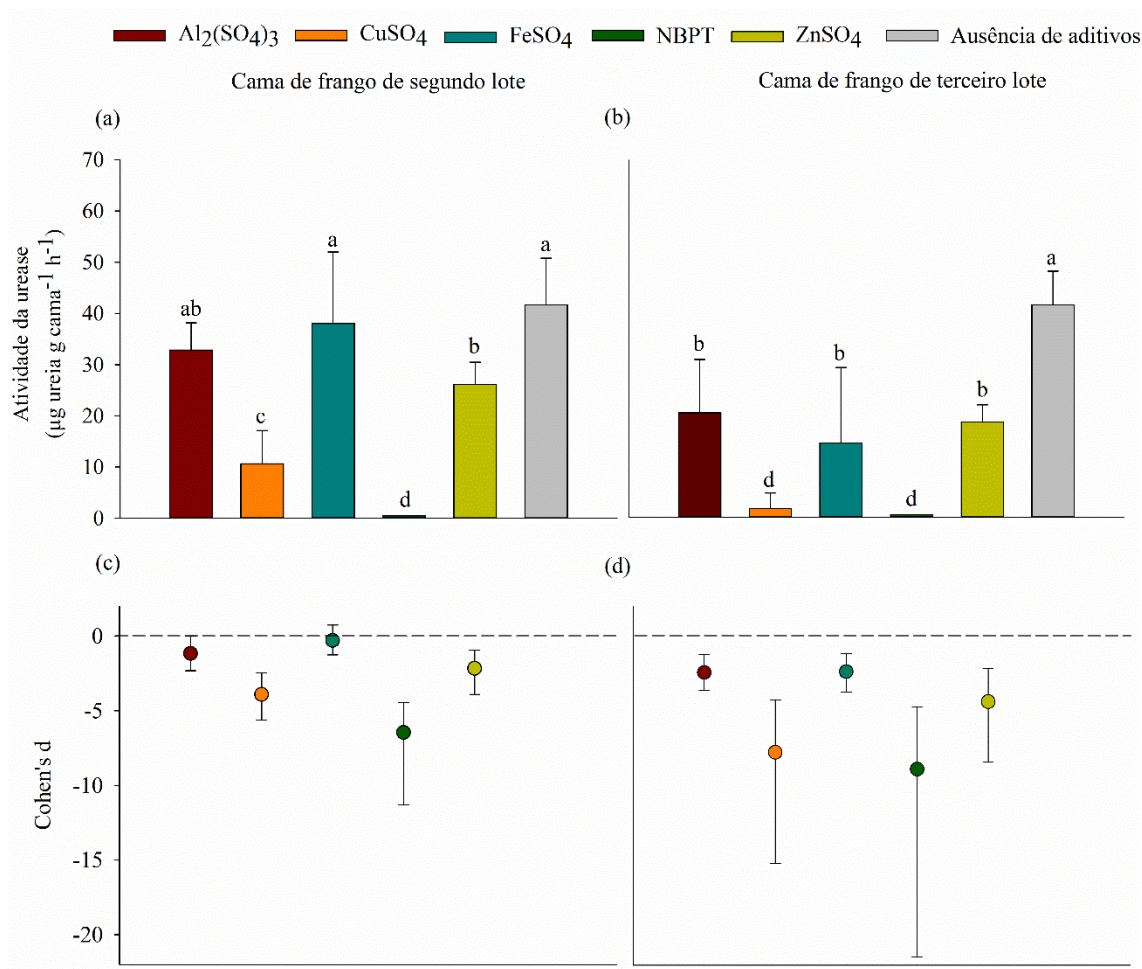


Figura 9. Atividade da urease com respectivos erro-padrões da média, em camas de frango de segundo (a) e terceiro (b) lote, 25 d após a aplicação dos aditivos químicos $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$, $ZnSO_4$ e $NBPT$ ou sem aplicação de aditivos. Barras com as mesmas letras indicam que as médias não diferem pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). Os forest plots (c e d) exibem estimativas do tamanho de efeito para a atividade da urease e seus respectivos intervalos de confiança ($< 95\%$), onde as linhas pontilhadas ($d = 0$) indicam a cama sem de aditivo químico.

O pH nas camas de segundo e terceiro lote tratadas com $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$ e $ZnSO_4$ foi significativamente menor que as respectivas camas sem aditivo (Figura 10, a e b). A acidificação nas duas camas foi mais intensa com a aplicação de $Al_2(SO_4)_3$. Com exceção para o $NBPT$ o d-Cohen evidencia um grande efeito da aplicação dos aditivos na redução do pH das camas (Figura 10, c e d).

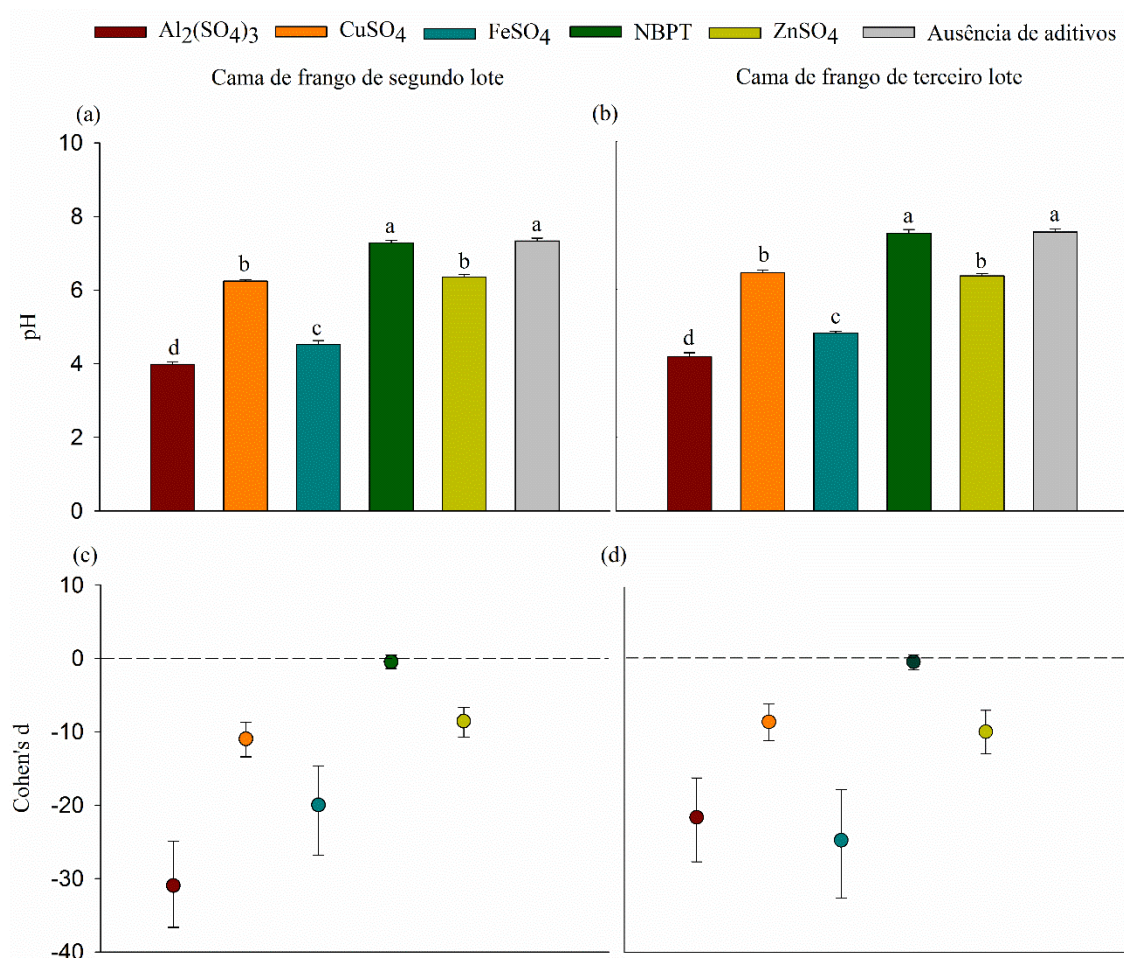


Figura 10. pH com respectivos erro-padrões da média, em camas de frango de segundo (a) e terceiro (b) lote, com aplicação dos aditivos químicos $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$, $ZnSO_4$ e NBPT ou sem aplicação de aditivos. Barras com as mesmas letras indicam que as médias não diferem pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). Os forest plots (c e d) exibem estimativas do tamanho de efeito para o pH e seus respectivos intervalos de confiança ($< 95\%$), onde as linhas pontilhadas ($d = 0$) indicam a cama sem de aditivo químico.

O teor de N nas camas de segundo e terceiro lote tratadas com aditivos químicos foi maior do que o observado cama sem aditivo (Figura 11, a e b). As maiores retenções de N foram obtidas com as aplicações de $Al_2(SO_4)_3$, $FeSO_4$ e $ZnSO_4$ na cama de segundo lote e de $CuSO_4$ e $FeSO_4$, na cama de terceiro lote. Segundo o critério de interpretação qualitativa de Rosenthal (1996), o tamanho do efeito dos aditivos químicos na retenção de N em ambas as camas pode ser classificado como muito grande e positivo ($d \geq 0,80$) (Figura 11, c e d).

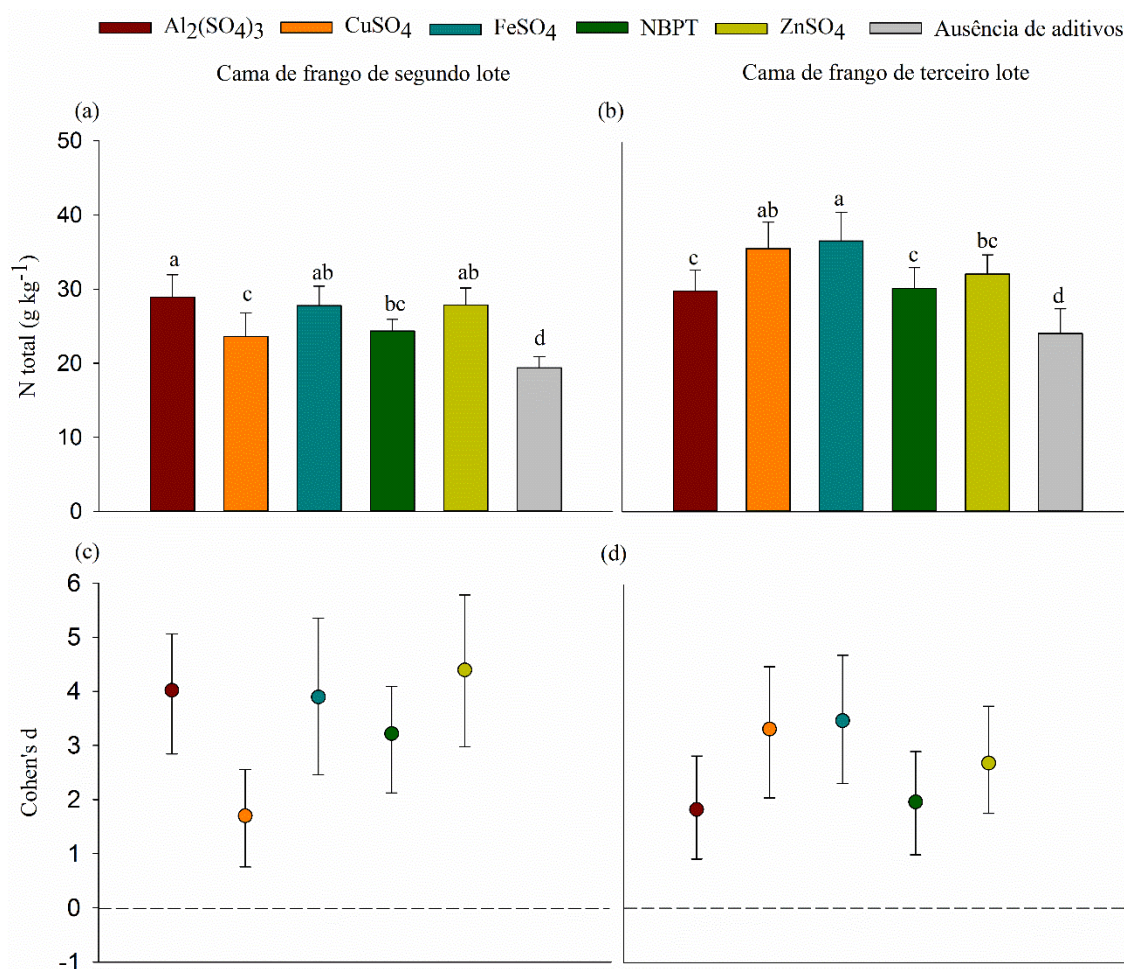


Figura 11. Teores médios de N total com respectivos erro-padrões da média, em camas de frango de segundo (a) e terceiro (b) lote, com aplicação dos aditivos químicos $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$, $ZnSO_4$ e $NBPT$ ou sem aplicação de aditivos. Barras com as mesmas letras indicam que as médias não diferem pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). Os forest plots (c e d) exibem estimativas do tamanho de efeito para o teor de N total e seus respectivos intervalos de confiança ($< 95\%$), onde as linhas pontilhadas ($d = 0$) indicam a cama sem de aditivo químico.

3.5.2 Experimentos 3 e 4. Valor fertilizante de camas de frango enriquecidas com aditivos químicos

Os solos que receberam aplicação das camas de segundo e terceiro lote tratadas com $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$ e $ZnSO_4$ apresentaram menor valor de pH, comparativamente às camas sem aditivos e ao solo sem aplicação de cama (Tabela 10). As camas de frango tratadas com $Al_2(SO_4)_3$ aumentaram a acidez trocável e a acidez potencial. A adubação com as camas de segundo e terceiro lote que receberam aplicação de $Al_2(SO_4)_3$, $FeSO_4$ e $ZnSO_4$ aumentaram

o teor de S no solo, enquanto que esse não foi alterado com a aplicação das camas com $CuSO_4$. As camas com $CuSO_4$, $FeSO_4$ e $ZnSO_4$ aumentaram os teores de Cu, Fe e Zn no solo, respectivamente (Tabela 10).

A massa seca de raiz e a total foi maior nas plantas adubadas com a cama de segundo lote com aditivos do que nas plantas adubadas com cama sem aditivo ou sem adubação com cama (Tabela 11). A adubação com a cama de segundo lote sem aditivos não aumentou a produção de massa seca pelas plantas. As camas de segundo lote tratadas com $Al_2(SO_4)_3$, $FeSO_4$ e $ZnSO_4$ proporcionaram os maiores acúmulos de massa seca total. As aplicações de camas de terceiro lote tratadas com $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$ e $ZnSO_4$ aumentaram as massas de raiz e total, comparativamente às plantas adubadas com a cama sem aditivos e plantas sem adubação. As plantas adubadas com cama de terceiro lote sem aditivo apresentaram maior massa de raiz e total que as plantas sem adubação com cama.

A adubação com as camas sem aditivo aumentou o conteúdo de N nas plantas, no entanto, o acúmulo de N foi maior nas plantas adubadas com as camas de frango tratadas com aditivos químicos (Tabela 11). As adubações com as camas de frango com $Al_2(SO_4)_3$ não aumentaram o conteúdo de Al nas plantas em relação às tratadas com os demais aditivos. O conteúdo de S nas plantas adubadas com a cama de segundo lote tratada com aditivos foi maior do que o observado nas plantas adubadas com cama sem aditivos ou sem adubação com cama. Houve aumento significativo no conteúdo de S nas plantas adubadas com cama de terceiro lote tratada com $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$ e $ZnSO_4$. O conteúdo de Fe nas plantas adubadas com cama de frango de segundo lote tratada com $Al_2(SO_4)_3$ e $FeSO_4$ foi maior do que o observado na adubação com cama sem aditivos ou sem adubação com cama. A comparação entre os tratamentos com aditivos mostra que os conteúdos de Fe nas plantas aumentaram sob aplicação das camas com $FeSO_4$, contudo, para a cama de segundo lote não diferiram significativamente dos acúmulos obtidos com $Al_2(SO_4)_3$ e $CuSO_4$ e para a cama de terceiro lote com $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$ e $ZnSO_4$. Os acúmulos de Cu e Zn foram maiores nas plantas adubadas com camas tratadas com $CuSO_4$ e $ZnSO_4$, respectivamente.

Tabela 10. Características químicas do solo após 45 dias de cultivo de milho adubado com camas de frango de segundo e terceiro lotes tratadas ou não com os aditivos químicos $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$, NBPT ou $ZnSO_4$

Tratamentos	pH H ₂ O		Al ³⁺ ¹		H+Al ¹		S ¹		Cu		Fe		Zn	
			———— cmol _c dm ⁻³ ————						———— mg dm ⁻³ ————					
Cama de frango de segundo lote														
Al ₂ (SO ₄) ₃	5,25	d	0,18	a	6,47	a	76,30	a	0,74	b	25,9	bc	1,82	b
CuSO ₄	5,92	b	0,00	b	4,85	d	12,36	b	59,74	a	31,05	b	2,82	b
FeSO ₄	5,39	d	0,00	b	5,83	b	54,76	a	0,73	b	84,10	a	3,48	b
NBPT	6,07	ab	0,00	b	4,44	ef	10,39	b	0,76	b	29,15	bc	3,33	b
ZnSO ₄	5,92	c	0,00	b	5,39	c	63,88	a	0,74	b	29,93	bc	312,67	a
Ausência de aditivos	6,09	a	0,00	b	4,17	f	21,97	b	0,82	b	33,71	b	3,44	b
Ausência de cama	6,03	ab	0,00	b	4,56	de	14,34	b	0,74	b	19,75	c	0,75	b
CV (%)	1,90		2,14		4,99		22,41		25,69		21,35		20,39	
Cama de frango de terceiro lote														
Al ₂ (SO ₄) ₃	5,18	d	0,04	a	5,9	a	87,3	a	0,91	b	23,6	bc	2,20	b
CuSO ₄	5,75	b	0,00	b	4,8	c	32,5	b	43,12	a	19,2	c	2,77	b
FeSO ₄	5,31	d	0,00	b	5,5	b	66,7	a	0,94	b	56,8	a	3,59	b
NBPT	6,03	a	0,00	b	4,5	de	29,7	b	0,84	b	27,5	b	3,40	b
ZnSO ₄	5,51	c	0,00	b	5,6	b	75,0	a	0,75	b	29,1	b	331,80	a
Ausênciade aditivos	6,01	a	0,00	b	4,3	e	38,2	b	0,79	b	25,1	bc	3,11	b
Ausência de cama	6,00	a	0,00	b	4,6	cd	18,5	b	0,72	b	18,91	c	0,46	b
CV (%)	2,0		2,86		3,29		19,55		18,56		20,07		19,35	

^{1/} H + Al = Acidez potencial a pH 7,0. Médias seguidas pela mesma letra minúscula em cada coluna não diferem entre si pelo teste de Tukey ($P < 0,05$). ¹ Dados originais transformados em $\sqrt{(x+0,5)}$ antes da análise de variância.

Tabela 11. Massa seca de raiz, massa seca total e conteúdo de N, Al, Cu, S, Zn e Fe de milho adubado com camas de frango de segundo e terceiro lotes tratadas ou não com aditivos químicos $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$, NBPT e $ZnSO_4$, aos 45 dias após o plantio

Tratamentos	Massa seca de raiz		Massa seca total		Conteúdo de N na planta ¹		Conteúdo de Al na planta ¹		Conteúdo de Cu na planta ¹		Conteúdo de S na planta ¹		Conteúdo de Zn na planta ¹		Conteúdo de Fe na planta ¹	
	g planta ⁻¹				mg planta ⁻¹											
Cama de frango de segundo lote																
Al ₂ (SO ₄) ₃	5,22	a	20,51	a	138,71	ab	67,35	a	0,091	b	30,47	a	0,138	b	43,56	ab
CuSO ₄	4,93	a	18,14	b	127,02	b	51,38	a	1,203	a	18,94	c	0,114	b	32,96	abc
FeSO ₄	5,56	a	21,51	a	147,62	a	60,91	a	0,061	b	25,80	ab	0,169	b	54,05	a
NBPT	3,95	b	13,98	c	80,79	c	38,58	ab	0,058	b	11,03	d	0,102	b	20,24	cd
ZnSO ₄	5,30	a	20,74	a	134,68	ab	47,47	a	0,087	b	25,70	b	11,503	a	26,46	bcd
Ausência de aditivos	2,09	c	6,61	d	38,07	d	20,85	b	0,034	b	5,64	e	0,058	b	11,53	cd
Ausência de cama	1,32	c	3,34	e	21,78	e	19,26	b	0,022	b	5,52	e	0,031	b	14,53	d
CV (%)	15,53		10,54		6,64		23,17		6,56		8,16		9,21		27,08	
Cama de frango de terceiro lote																
Al ₂ (SO ₄) ₃	6,18	a	23,39	a	162,08	a	72,85	a	0,0957	b	23,24	bc	0,2087	b	41,06	abc
CuSO ₄	6,26	a	22,67	a	153,23	ab	86,44	a	1,6280	a	26,02	bc	0,1611	b	47,76	ab
FeSO ₄	6,22	a	24,26	a	178,32	a	69,12	a	0,0678	b	27,77	ab	0,2152	b	68,41	a
NBPT	5,59	ab	18,43	b	109,27	c	62,86	a	0,1002	b	17,85	cd	0,1914	b	36,23	bc
ZnSO ₄	6,40	a	22,42	a	135,11	b	68,41	a	0,1104	b	40,24	a	11,34	a	51,47	ab
Ausência de aditivos	4,68	b	14,40	b	81,20	d	63,18	a	0,0569	b	11,78	d	0,0835	b	20,61	cd
Ausência de cama	1,18	c	2,88	c	16,14	e	16,68	b	0,0143	b	2,60	e	0,0251	b	8,03	d
CV (%)	17,95		11,72		7,39		21,62		6,73		16,91		21,12		23,89	

Médias seguidas pela mesma letra minúscula em cada coluna não diferem entre si pelo teste de Tukey ($P < 0,05$). ¹ Dados originais transformados em $\sqrt{(x+0,5)}$ antes da análise de variância.

Plantas sem adubação com cama de frango tiveram maior proporção de massa seca na raiz e menor no caule (Figura 12). As camas de terceiro lote com CuSO_4 e FeSO_4 aumentaram a proporção de massa seca nas folhas, comparativamente à cama sem aditivo.

As plantas adubadas com as camas de segundo lote tratadas com $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, NBPT e ZnSO_4 e de terceiro lote com $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ e FeSO_4 tiveram maior proporção de massa seca no caule, em relação àquelas sem aditivos ou sem adubação. Na cama de segundo lote CuSO_4 e NBPT não reduziram a proporção de massa nas raízes, os demais aditivos sim. Na cama de terceiro lote isto ocorreu para o NBPT e ZnSO_4 .

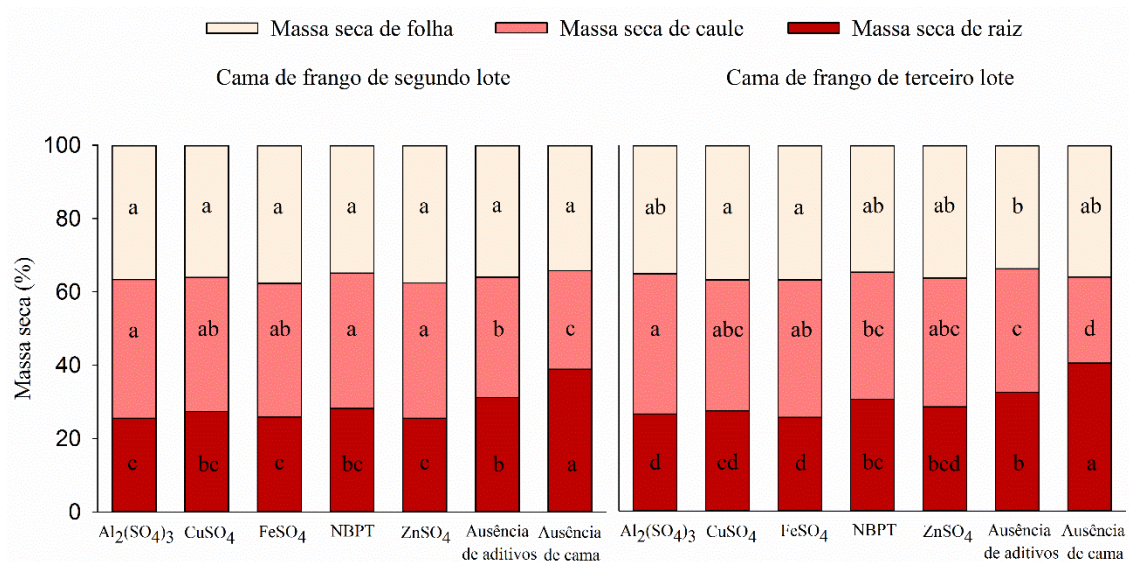


Figura 12. Alocação percentual de massa seca entre os componentes vegetativos de milho adubado ou não com camas de frango de segundo e terceiro lotes tratadas ou não com os aditivos químicos $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, CuSO_4 , FeSO_4 , NBPT e ZnSO_4 . Médias seguidas pela mesma letra em cada variável não diferem entre si pelo teste de Tukey ($P < 0,05$).

O índice de clorofila nas plantas adubadas com cama de segundo lote tratada com $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, CuSO_4 , FeSO_4 e ZnSO_4 foi superior àqueles verificados nas plantas adubadas com cama sem aditivo ou sem adubação (Figura 13, a e b). No entanto, para a adubação com cama de terceiro lote apenas os aditivos CuSO_4 e FeSO_4 aumentaram significativamente o índice de clorofila. O índice de flavonoides das plantas adubadas com cama de segundo lote tratada com CuSO_4 e FeSO_4 foi inferior ao observado nas plantas adubadas com a cama sem aditivos (Figura 13 c). Por outro lado, os aditivos químicos não reduziram o índice de flavonoides nas plantas adubadas com a cama de terceiro lote. As plantas dos tratamentos adubados com cama de

terceiro lote, com ou sem aditivos, apresentaram índice de flavonoides inferior ao observado sem a adubação com cama (Figura 13 d). A adubação com cama de segundo lote sem aditivo não aumentou significativamente o índice de balanço de N, no entanto, esse índice foi superior nas plantas adubadas com cama tratada com $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$ e $FeSO_4$ (Figura 13 e). As plantas adubadas com cama de terceiro lote tratada com $FeSO_4$ apresentaram índice de balanço de N maior do que aquelas adubadas com a cama sem aditivos (Figura 13 f).

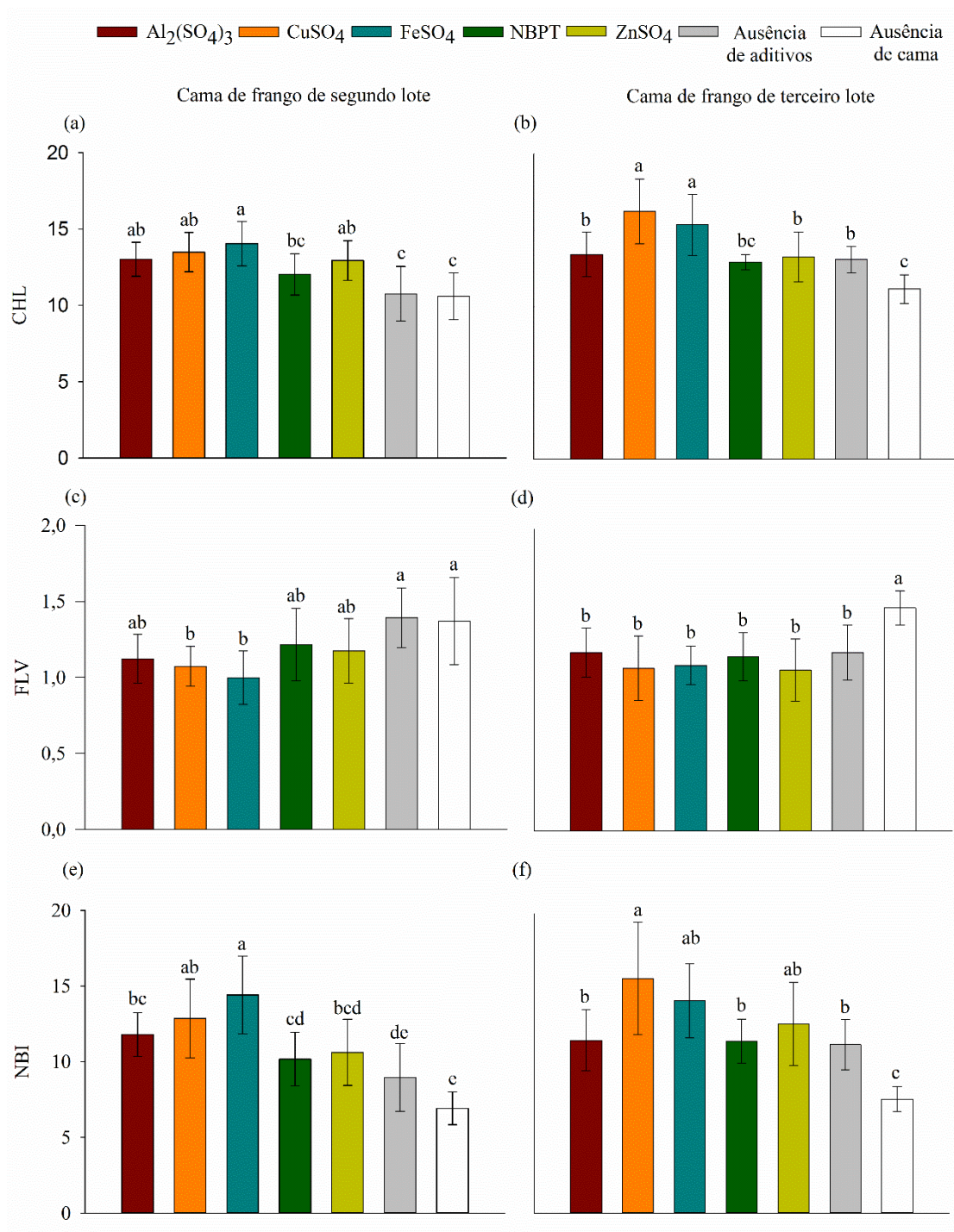


Figura 13. Valores de índice de clorofila (CHL) (a e b), índice de flavonoides (FLV) (c e d) e índice de balanço de nitrogênio (NBI) (e e f) nas folhas de plantas de milho adubadas ou não com camas de frango de segundo e terceiro lotes tratadas ou não com aditivos químicos, aos 42 dias após a emergência. Colunas com as mesmas letras indicam que as médias não diferem pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). As barras representam os erros-padrão da média.

O teor de N da cama de segundo lote apresentou correlações positivas com as massas secas de raiz e total, além dos índices de clorofila e de balanço de N (Figura 14). O teor de N na cama também apresentou correlação positiva com o conteúdo de N na planta; as correlações com os conteúdos de Cu e S foram fracas. A correlação entre a massa seca total e de raiz foi positiva e moderada, porém, essas variáveis são essencialmente correlacionadas, já que a massa total inclui a de raiz. O conteúdo de N nas plantas apresentou correlação positiva e moderada com a massa seca de raiz, e correlação positiva e forte com a massa seca total. O conteúdo de Al nas plantas apresentou correlação altamente significativa e forte com o conteúdo de Fe nas plantas, e moderada, com a massa seca de raiz. O conteúdo de Cu na planta não se correlacionou com os caracteres massa seca total e conteúdo de S, mas apresentou uma correlação moderada e altamente significativa com o índice de clorofila. Não houve correlação significativa entre o conteúdo de Zn nas plantas e as massas secas de raiz e total. Os resultados demonstraram que o índice de balanço de N apresenta correlação forte positiva com o índice de clorofila, e forte e negativa com o de flavonoides.

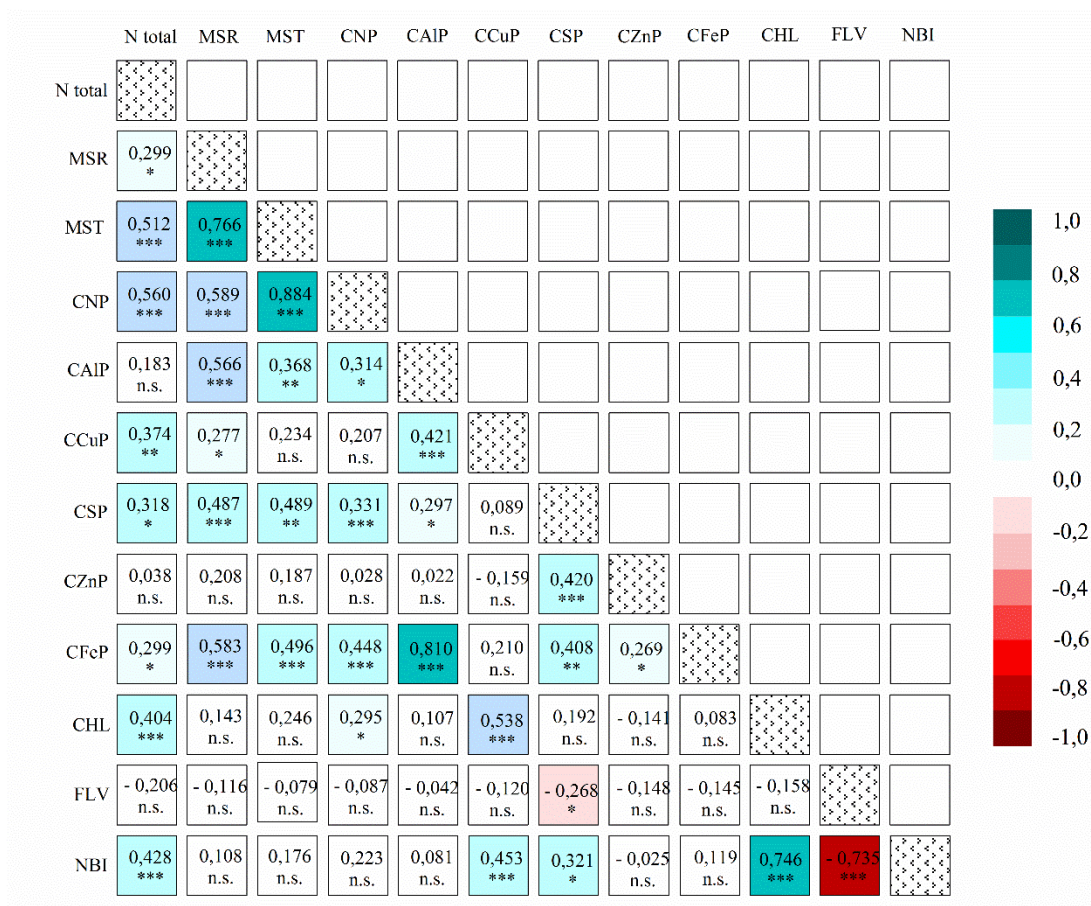


Figura 14. Correlação de Pearson calculada para a biomassa, composição química e índices fisiológicos de plantas milho adubadas com cama de frango de segundo lote tratada ou não com os aditivos químicos $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$, NBPT ou $ZnSO_4$. ***, ** e *: significativo a 0,01; 0,1 e 0,5 % de probabilidade. N total = teor de N na cama de frango; MSR e MST = massas secas de raiz e total, respectivamente; CNP, CAIP, CCuP, CSP, CZnP e CFeP = conteúdos de N, Al, Cu, S, Zn e Fe na planta, respectivamente; e CHL, FLV e NBI = índices de clorofila, de flavonoides e de balanço de N.

O teor de N na cama de frango de terceiro lote apresentou correlação significativa e positiva com as massas secas de raiz e total, conteúdos de N, Al, S, Zn e Fe nas plantas e índices de clorofila e de balanço de N (Figura 15). Verificou-se que o teor de N na cama apresentou correlação significativa e negativa com o conteúdo de Cu na planta, e com o índice de flavonoides. Houve correlação altamente significativa e forte entre o conteúdo de N na planta e a massa seca de raiz, e muito forte com os caracteres massa seca total e conteúdo de S na planta. O conteúdo de N na planta apresentou correlação positiva com os índices de clorofila e de balanço de N, e negativa com o índice de flavonoides. O conteúdo de S na planta correlacionou-se com os conteúdos de Al, Fe e Zn, mas não com o de Cu. O índice de clorofila

apresentou correlação com as massas secas de raiz e total e com os conteúdos de N, S e Fe na planta. O índice de flavonoides correlacionou negativa e significativamente com as massas de raiz e total, conteúdo de S na planta e índice de clorofila. O índice de balanço de N apresentou correlação significativa com os conteúdos de N, Cu e S na planta.

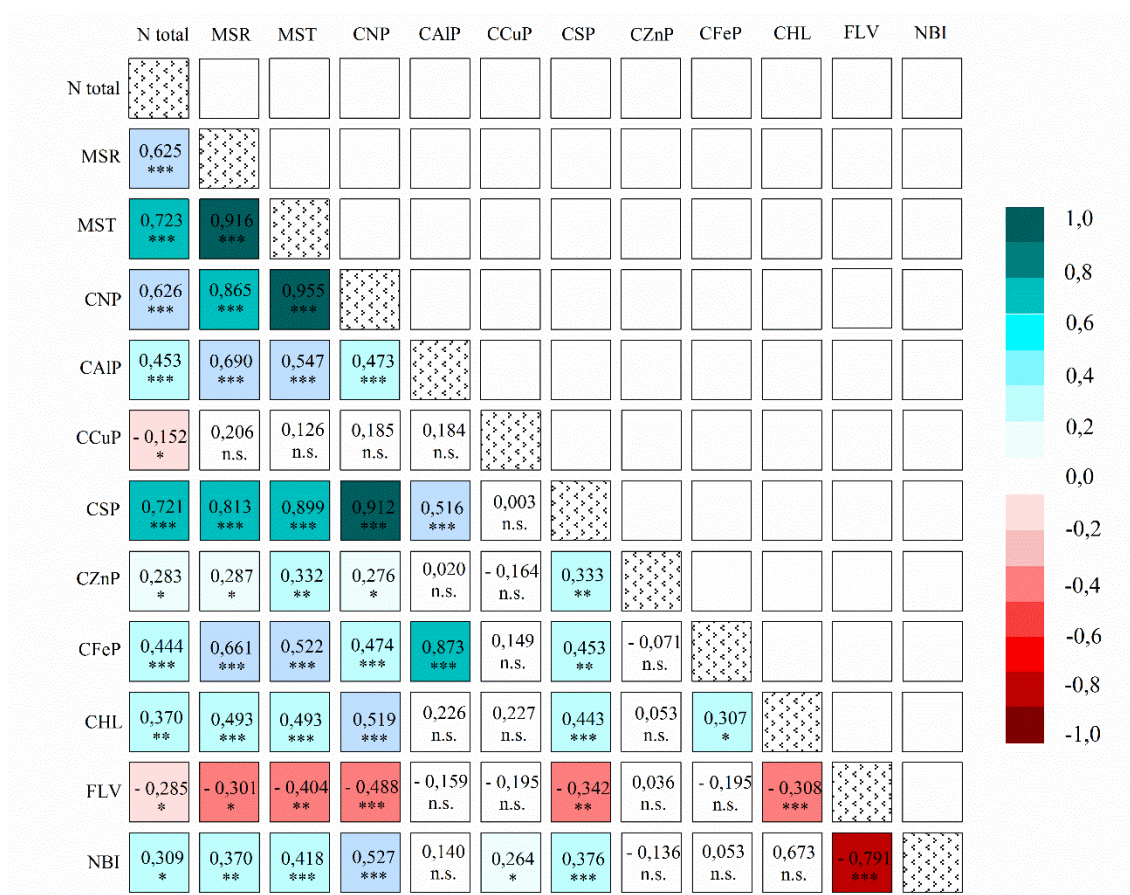


Figura 15. Correlação de Pearson calculada para a biomassa, composição química e índices fisiológicos de plantas milho adubadas com cama de frango de terceiro lote tratada ou não com os aditivos químicos $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$, NBPT ou $ZnSO_4$. ***, ** e *: significativo a 0,01; 0,1 e 0,5 % de probabilidade. N total = teor de N na cama de frango; MSR e MST = massas secas de raiz e total, respectivamente; CNP, CAIP, CCuP, CSP, CZnP e CFEP = conteúdos de N, Al, Cu, S, Zn e Fe na planta, respectivamente; e CHL, FLV e NBI = índices de clorofila, de flavonoides e de balanço de N.

3.6 DISCUSSÃO

3.6.1 Experimentos 1 e 2. Retenção de N em camas de frango tratadas com aditivos químicos

A aplicação de $Al_2(SO_4)_3$ acidificou a cama de segundo lote, mas não reduziu a hidrólise da ureia. Considerado que o teor de ureia e a atividade de urease não foram alterados, isto evidencia que a acidificação pode ser o principal processo responsável pelo aumento da retenção de N proporcionado por esse aditivo. Para cada mol de $Al_2(SO_4)_3$ há formação de seis mols de H^+ (Moore Jr. et al., 2000), considerando-se a hidrólise do Al^{3+} [$Al^{3+} + 3H_2O \rightarrow Al(OH)_3 + 3H^+$]. Essa acidificação altera o equilíbrio entre as formas amoniacais de N ($NH_3 + H^+ \leftrightarrow NH_4^+$), favorecendo a formação do NH_4^+ (Cook et al., 2011) e, consequentemente, diminuindo a volatilização de NH_3 (Moore et al., 2000). Além disso, a acidificação reduz a mineralização dos compostos nitrogenados que resultam na formação de N amoniacal (Rothrock Jr. et al., 2010).

Nas camas tratadas com $CuSO_4$ a redução da atividade da urease e a acidificação afetaram tanto a hidrólise da ureia como a mineralização dos compostos nitrogenados e podem explicar como o aditivo proporcionou maior retenção de N. O aumento do teor de Cu^{2+} diminuiu a atividade da urease nas camas e, consequentemente, possibilitou maior retenção de ureia. Isso pode ser atribuído às alterações que o metal provoca no sítio ativo da enzima, inibindo sua atividade (Yan-Qing & Hong-Mei, 2012). Ademais, a hidrólise do Cu^{2+} [$Cu^{2+} + 2H_2O \rightarrow Cu(OH)_2 + 2H^+$] aumentou a atividade de H^+ na cama, o que favorece a formação de NH_4^+ e, consequentemente, reduz a perda de NH_3 . Essas hipóteses estão de acordo com resultados anteriores, onde se demonstrou que o $CuSO_4$ reduz o pH e a perda de N via volatilização de NH_3 , aumentando a retenção de N na cama de frango (Medeiros et al., 2008; Younis et al., 2016).

O $FeSO_4$ acidificou as camas e reduziu a atividade da urease na cama de terceiro lote. O aumento na atividade de H^+ proveniente da hidrólise do Fe^{2+} [$Fe^{2+} + 2H_2O \rightarrow Fe(OH)_2 + 2H^+$] provocou intensa acidificação das camas, aumentando a retenção de N, provavelmente pela formação de NH_4^+ . Essa hipótese está de acordo com resultados anteriores, onde se demonstrou que o $FeSO_4$ acidifica a cama (Kim et al., 2011) e reduz a volatilização de NH_3 (Li et al., 2008), resultando em maior acúmulo de NH_4^+ (Moore Jr. et al., 1995). Somado a isso, o

$FeSO_4$ reduziu a atividade da urease na cama de terceiro lote, aumentando o acúmulo de ureia e, conseqüentemente, a retenção de N. Não há relatos de que o Fe^{2+} reduza a atividade da urease em cama de frango, porém, trabalhos anteriores demonstraram que o Fe^{2+} é capaz de bloquear a urease pura de feijão de porco (Sullivan & Havlin, 1992) assim como aquela presente no solo (Yadav et al., 1986).

O NBPT reduziu a atividade da urease e, conseqüentemente, aumentou o acúmulo de ureia nas camas. Embora não tenha alterado a acidificação, a quantidade de N retida sob aplicação deste aditivo foi semelhante à observada na cama de segundo lote tratada com $CuSO_4$ e na de terceiro lote tratada com $Al_2(SO_4)_3$ ou $FeSO_4$. Esses resultados demonstram que o bloqueio da urease pode ser um processo tão eficiente para aumentar a retenção de N quanto a acidificação. O NBPT se liga ao sítio ativo da urease, inibindo sua atividade (Manunza et al., 1999), assim, a perda de NH_3 é significativamente reduzida (Singh et al., 2009), já que a NH_3 é um subproduto resultante da desprotonação do NH_4^+ após a hidrólise enzimática da ureia [$CO(NH_2)_2 + 2 H^+ + 2 H_2O \rightarrow 2 NH_4^+ + 2 H_2CO_3$]. Esses resultados são semelhantes aos apresentados por Cook et al. (2011), que observaram aumento da retenção de N e diminuição da população bacteriana produtora de urease em cama frango tratada com aditivo contendo NBPT.

A aplicação de $ZnSO_4$ reduziu a atividade da urease e, conseqüentemente, aumentou o acúmulo de ureia nas duas camas. Esse resultado está de acordo com o relato de Yang et al. (2006), onde se demonstrou que a aplicação de Zn^{2+} diminuiu a atividade da enzima no solo. Além disso o aditivo também acidificou as camas devido a hidrólise do Zn^{2+} ($Zn^{2+} + 2H_2O \rightarrow Zn(OH)_2 + 2 H^+$). Tais condições desfavorecem a mineralização dos compostos nitrogenados, que resultam na formação de N amoniacal (Kim & Patterson, 2003). Contudo, outros processos podem contribuir para a diminuir a perda de NH_3 . É importante considerar, por exemplo, que o Zn^{2+} reduz a atividade da uricase (Hunde et al., 2012) e a população de microrganismos uricolíticos, aumentando, por estas razões, a retenção de ácido úrico na cama de frango (Kim & Patterson, 2003). Assim, é provável que a perda de NH_3 decorrente da mineralização do ácido úrico [$C_5H_4N_4O_3$ (ácido úrico) + $5 H_2O \rightarrow 2CO_2 + H_2O_2 + 2 NH_3 + CO(NH_2)_2 + C_2H_2O_3$] tenha sido diminuída pela aplicação de $ZnSO_4$ na cama, contribuindo para favorecer a retenção de N.

3.6.2 Experimentos 3 e 4. Valor fertilizante de camas de frango enriquecidas com aditivos químicos

O $Al_2(SO_4)_3$ aumentou a acidez trocável e sua hidrólise [$Al^{3+} + 6H_2O \rightarrow Al(OH)_3 + 3H_3O^+$] contribuiu para a redução do pH. Esse resultado diverge do encontrado por Moore Jr. et al. (2000), que não observaram alterações no pH em solo que recebeu aplicação de 4,46 t ha⁻¹ de cama de frango tratada com $Al_2(SO_4)_3$. No entanto, é importante ressaltar que a dose de cama aplicada neste experimento foi de 25 t ha⁻¹. Ainda que tenham aumentado a acidez trocável, o conteúdo de Al nas plantas adubadas com as camas contendo $Al_2(SO_4)_3$ foi similar ao obtido pela aplicação das demais camas tratadas com aditivos. Estudo de longo prazo conduzido por Moore & Edwards (2005) também demonstraram que a cama de frango tratada com $Al_2(SO_4)_3$ aumentou o crescimento e não alterou o conteúdo de Al nas plantas. Resultados obtidos por Guo & Song (2010) indicam que a adubação com cama de frango tratada com $Al_2(SO_4)_3$ não causa toxicidade por Al às plantas.

Os incrementos significativos nas massas de raiz e total podem ser explicados pelo aumento da disponibilidade de N e S no solo devido a adubação com as camas e, conseqüentemente, do conteúdo desses nutrientes na planta. Resultados anteriores demonstraram que a cama de frango tratada com $Al_2(SO_4)_3$ aumenta o teor de NO_3^- e NH_4^+ no solo (Tomlinson et al., 2015), mantendo adequado suprimento de N e SO_4^{2-} durante os primeiros 50 dias que sucedem a aplicação (Guo & Song, 2010). A quantidade absorvida pela planta, a produção de matéria seca e os índices fisiológicos estão diretamente relacionados com a disponibilidade de N no solo (França et al., 2011). Como as plantas têm alta demanda metabólica de N, sua maior concentração nos tecidos tem grande influência no crescimento e otimização da alocação de matéria seca e energia (Fernandes & Rossiello, 1995), principalmente por aumentar o teor de clorofila na folha e, conseqüentemente, a atividade fotossintética (Evans, 1989).

Os resultados obtidos permitem afirmar que a acidificação do solo pela aplicação de camas tratadas com $Al_2(SO_4)_3$ não causou estresse fisiológico nas plantas. Ademais, a adubação com camas contendo Al reduziu a partição de matéria seca para a raiz e aumentou para o caule, diferentemente das plantas adubadas com cama sem aditivo ou sem adubação, que apresentaram distúrbios fisiológicos. Mesmo que proporcionalmente não tenham reduzido a massa de folhas (dreno prioritário), as plantas sob estresse nutricional (sem adubação com

cama) alocaram maior quantidade de matéria seca nas raízes em detrimento ao caule. Esse resultado era esperado, pois quando os elementos minerais são escassos, as plantas alocam uma proporção maior de sua biomassa para o sistema radicular. Essa resposta de adaptação é consequência de mudanças metabólicas no caule e de um ajuste do transporte de carboidratos para a raiz, com o objetivo de aumentar seu crescimento e a absorção de nutrientes (Hermans et al., 2006).

Os índices que refletem o estado de N das plantas foram aumentados pela adubação. O aumento do índice de clorofila e de balanço de N confirma que a cama de segundo lote tratada com $Al_2(SO_4)_3$ aumentou disponibilidade de compostos nitrogenados no solo e, conseqüentemente, o acúmulo de N nos tecidos da planta. Contudo, os índices de flavonoides nas plantas adubadas com as camas tratadas com $Al_2(SO_4)_3$ não diferiram daqueles obtidos com a cama sem aditivo, demonstrando que a maior disponibilização de nutrientes não reduziu o estresse fisiológico.

A aplicação das camas tratadas com $CuSO_4$ não aumentou o teor de S no solo em função do baixo teor de S nas camas com o aditivo e, ainda, à elevada absorção do nutriente pelo milho, como se confirma pelo maior acúmulo de S nas plantas. O maior acúmulo de N e Cu nas raízes e parte aérea das plantas indicam que a cama com $CuSO_4$ favoreceu maior disponibilidade desses nutrientes. Mesmo que os teores de Cu no solo de 59,74 e 43,12 mg dm⁻³ resultantes da aplicação das camas de segundo e terceiro lote tratadas com $CuSO_4$, respectivamente, sejam muito acima daquele considerado como nível crítico (1,2 mg dm⁻³), segundo Alvarez V. et al. (1999), as plantas não apresentaram sintomas de toxidez. Isso se suporta considerando que os teores de 7,09 e 6,54 mg kg⁻¹ de Cu nas folhas, resultante das adubações com as camas de segundo e terceiro lote, respectivamente, não ultrapassaram a faixa de teor de 6 a 20 mg kg⁻¹ na folha índice para o diagnóstico nutricional do milho, segundo Martinez et al. (1999). Miyazawa et al. (2002) observaram resultado semelhante, demonstrando que a absorção de Cu pelas plantas diminuiu quando altas doses de Cu no solo foram aplicadas juntamente à cama de frango. É provável que a ligação entre Cu e compostos orgânicos, formando complexos ternários com a argila, influencie a atividade do Cu na solução do solo (Alcacio et al., 2001), reduzindo sua absorção pelas plantas. Ademais, a manifestação de fitotoxicidade também depende da distribuição relativa das diferentes formas químicas de Cu em função do pH do solo. Alva et al. (2000) constatou que a precipitação do Cu a pH 5,05 (próximo aos encontrados nos experimentos ora discutidos) reduz a atividade do Cu na solução, limitando a absorção pela planta.

A partição de assimilados entre parte aérea e raízes nas plantas adubadas com a cama de segundo lote tratada com CuSO_4 não diferiu daquela observada com a cama sem aditivos. Por outro lado, com aplicação da cama de terceiro lote com Cu, houve maior alocação porcentual de massa nas folhas. Tais resultados estão associados aos maiores teores de N das camas de segundo e terceiro lote com aditivos em relação as camas sem aditivos: 4,23 e 11,49 g kg⁻¹ à mais, respectivamente. A maior quantidade de N aportada ao solo pela cama de terceiro lote favoreceu uma maior disponibilidade, o que proporcionou maior alocação de massa seca para as folhas. O resultado também indica que a quantidade de N retida na cama de segundo lote com CuSO_4 não foi suficiente para atender a demanda metabólica mínima necessária para favorecer maior proporção de massa nas folhas.

Os aumentos nos índices de clorofila e de balanço de N provocados pelas aplicações das camas com Cu são justificados pelo maior conteúdo de N nas plantas, já que o teor de clorofila relaciona-se com o acúmulo deste nutriente nas folhas (Evans, 1989). Anteriormente, Syuhada et al. (2014) também observaram efeito positivo da aplicação de Cu sobre o teor de clorofila em plantas de milho.

A acidez das camas tratadas com FeSO_4 contribuiu para reduzir o pH do solo. As camas de frango com Fe aumentaram a disponibilidade e absorção de N, S e Fe, levando ao aumento do conteúdo dos respectivos nutrientes nas plantas, razão pela qual se explica o maior acúmulo de matéria seca de raiz e total. A partir das avaliações das correlações entre os componentes da biomassa e o conteúdo de Fe nas plantas, fica demonstrado que o crescimento teve marcada influência da quantidade de Fe acumulada nos tecidos.

As plantas adubadas com as camas de segundo lote tratadas com $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ e CuSO_4 , assim como as de terceiro lote tratadas com $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, CuSO_4 e ZnSO_4 , proporcionaram acúmulo de Fe semelhante ao daquelas tratadas com FeSO_4 . Esse resultado era esperado, devido aos aportes de Fe inerentes às camas de segundo (22,43 mg) e terceiro lotes (19,45 mg). Além disso, antes da adubação, o teor de Fe do solo (26,1 mg dm⁻³) já se aproximava do nível crítico (> 30 mg dm⁻³), segundo Alvarez V. et al. (1999). Mesmo após 45 dias de cultivo, diversos tratamentos apresentaram teor de Fe no solo próximo ou acima no nível crítico. Não obstante, os que receberam aplicação das camas tratadas com FeSO_4 , atingiram valores muito elevados. Apesar disso, o teor de Fe nas folhas das plantas adubadas com as camas de frango de segundo (114,87 mg kg⁻¹) e terceiro lote (168,43 mg kg⁻¹) com Fe não ultrapassou a faixa de suficiência estabelecida para a cultura (20-250 mg kg⁻¹), segundo Martinez et al. (1999). Esses

resultados permitem supor que processos químicos tenham influenciado a disponibilidade de Fe no solo e, conseqüentemente, impedido sua absorção em níveis tóxicos para as plantas.

Os íons Fe^{2+} e Fe^{3+} são as espécies predominantes na solução do solo (Lindsay & Schwab, 1982). Em ambiente aeróbio, a concentração de equilíbrio do Fe^{3+} na solução é limitada a 10^{-17} mol L⁻¹, um valor muito abaixo do necessário para o crescimento de plantas (Guerinot & Yi, 1994). Assim sendo, a redução do Fe^{3+} à Fe^{2+} , forma mais solúvel, é uma etapa crítica para aumentar a disponibilidade de Fe para a absorção pelas plantas (Kim & Guerinot, 2007). No entanto, à medida em que o pH aumenta, a forma Fe^{3+} é precipitada como óxidos insolúveis (Lindsay & Schwab, 1982). Posto isso, compreende-se que a disponibilidade de Fe para as plantas é mais dependente do pH do que dos teores no solo. Desta forma, ainda que o extrator tenha recuperado alta quantidade de Fe, é provável que o valor de pH do solo que recebeu aplicação das camas de segundo (5,39) e terceiro (5,31) lote com $FeSO_4$ tenha mantido grande parte deste metal na forma oxidada pouco solúvel, evitando a toxidez. As correlações positivas entre o conteúdo de Fe e de Al nas plantas também evidenciam que a acidificação afeta a disponibilidade de Fe no solo, já que as camas tratadas com $Al_2(SO_4)_3$ e $FeSO_4$ promoveram as maiores reduções de pH.

Também é necessário considerar que uma significativa parcela do ferro adicionado ao solo pode ter sido imobilizada através da formação de complexos oriundos da interação com a matéria orgânica. Resultados obtidos por Barros et al. (1994) mostraram que o Fe^{3+} tem grande afinidade pelos grupos carboxílicos do ácido húmico, havendo complexação imediata e de alta estabilidade quando a concentração do metal é elevada. Ao que tudo indica, face à influência das substâncias húmicas sobre o Fe^{3+} e à elevada quantidade de material orgânico aplicado no solo, a complexação também reduziu a disponibilidade do metal e, conseqüentemente, contribuiu para que as plantas não acumulassem níveis tóxicos deste nutriente nos tecidos.

A alocação de massa seca de raiz nas plantas adubadas com cama sem aditivos ou sem adubação com cama foi maior que a observada nas plantas adubadas com a cama de segundo lote tratada com $FeSO_4$. Isso é atribuído à priorização da partição de fotoassimilados, a favor do crescimento radicular de forma a aumentar a capacidade de exploração do solo nas plantas que cresceram sob menor disponibilidade de nutrientes. O menor investimento energético proporcional no crescimento de raízes das plantas adubadas com as camas tratadas com aditivos possibilita maior direcionamento de assimilados para o crescimento e desenvolvimento dos tecidos de armazenamento e fotossintético. Nas plantas adubadas com a cama de terceiro lote

tratada com $FeSO_4$, a maior disponibilidade de N, S e Fe aumentou a partição de fotoassimilados para a parte aérea e proporcionou menor investimento nas raízes, comparativamente à cama sem aditivo.

As plantas adubadas com a cama de segundo lote tratada com $FeSO_4$ apresentaram maior índice de clorofila e menor de flavonoides, com consequente aumento do estado nutricional do N na planta. A cama de terceiro lote com Fe também aumentou o índice de clorofila; contudo, os índices de flavonoides e de balanço de N não diferiram daqueles obtidos pela adubação com a cama sem aditivos, demonstrando que a maior disponibilização de N, S e Fe não proporcionou redução do estresse fisiológico em níveis que superassem a produção de flavonoides obtida na cama sem aditivo.

As camas de frango de segundo e terceiro lote tratadas com NBPT não acidificaram o solo pois possuíam pH maior que 7,0, similar ao da cama sem aditivos. Corrêa et al. (2016) também não observaram alterações no pH e na acidez potencial em solo que recebeu aplicação de cama de frango tratada com NBPT e inibidor de nitrificação.

A adubação com cama de segundo lote tratada com NBPT aumentou a massa seca de raiz e total, comparativamente as plantas sem adubação ou adubadas com cama sem aditivos. Porém, ao contrário do que se esperava, esse mesmo efeito não se confirmou entre as plantas adubadas com cama de terceiro lote. Para compreender esses resultados é necessário relatar que as plantas adubadas com as camas de frango de segundo lote tratadas com NBPT acumularam 42,72 mg N planta⁻¹ à mais que a sem aditivo, enquanto nas de terceiro lote essa diferença foi de apenas 28,07 mg N planta⁻¹. É compreensível que o maior saldo de N acumulado tenha proporcionado diferença no crescimento, já que os resultados demonstraram haver correlações positivas entre o conteúdo de N na planta e a massa seca total.

A partição de biomassa e o índice de clorofila mostram que as plantas adubadas com as camas de frango contendo NBPT cresceram com restrição de N. Além disso, o índice de flavonoides não foi reduzido e, nas plantas adubadas com cama de terceiro lote, apresentou correlação negativa com o acúmulo de biomassa, com o conteúdo de N e com o índice de clorofila. Evidências indicam que os flavonoides controlam o transporte de auxina sob condição de estresse (Winkel-Shirley, 2002), atuando na alocação de recursos em condições de crescimento insuficiente (Palme & Gálweiler, 1999), como neste caso, onde as plantas mantiveram igual partição de assimilados para as folhas mesmo com restrição de N. Dessa

conjuntura, resulta o baixo índice de balanço de N, indicando que o estado nutricional das plantas foi afetado pela disponibilidade do nutriente no solo.

A redução do pH do solo que recebeu aplicação das camas de frango de segundo e terceiro lote tratadas com $ZnSO_4$ pode ser atribuída à acidez dos fertilizantes. Considerando que não houveram alterações no Al trocável, o aumento da acidez potencial resultou exclusivamente do H^+ livre proveniente da cama tratada com o aditivo. A aplicação das camas com $ZnSO_4$ também aumentou a disponibilidade de N, S e Zn no solo, proporcionando maior acúmulo dos respectivos nutrientes na planta e, conseqüentemente, aumento na massa seca de raiz e total.

O teor de Zn nas folhas das plantas adubadas com as camas de segundo ($251,38 \text{ mg kg}^{-1}$) e terceiro lote ($246,52 \text{ mg kg}^{-1}$) tratadas com $ZnSO_4$ excedeu o limite superior da faixa de suficiência estabelecida para a cultura ($20\text{-}70 \text{ mg kg}^{-1}$), segundo Martinez et al. (1999). Esses resultados são atribuídos à elevada disponibilidade de Zn no solo que recebeu aplicação da cama de segundo ($312,67 \text{ mg dm}^{-3}$) e terceiro ($331,80 \text{ mg dm}^{-3}$) lote tratada com o aditivo, ambas muito acima do nível crítico ($> 1,5 \text{ mg dm}^{-3}$), segundo Alvarez V. et al. (1999). Ainda assim, as plantas não manifestaram sintomas de toxidez, o que está de acordo com Fageria (2000), que relatou excesso tóxico de Zn em plantas de milho apenas quando os teores do nutriente superaram 400 mg kg^{-1} de matéria seca. Marsola et al. (2005), mostraram que plantas de feijoeiro crescidas em solo com cama de frango e elevada concentração de Zn não apresentaram redução da produção de matéria seca ou sintomas de toxicidade nas folhas. A ausência de toxidez pode estar relacionada a diversos mecanismos de tolerância ao Zn, como a complexação do metal nas células, armazenamento nos vacúolos e alterações no metabolismo das plantas (Brookes et al., 1981).

As plantas adubadas com as camas de frango de segundo lote tratadas com $ZnSO_4$ acumularam $100,57 \text{ mg N planta}^{-1}$ à mais que a cama sem aditivos, enquanto nas de terceiro lote essa diferença foi de apenas $53,51 \text{ mg N planta}^{-1}$, o que corresponde a uma diferença de 46,79 %. Esses resultados explicam porque apenas a cama de segundo lote com Zn reduziu a alocação percentual de massa nas raízes e aumentou o índice de clorofila. A relação entre nutrição de N, conteúdo de clorofila e biomassa em plantas de milho adubadas com cama de frango foi confirmada por Efthimiadou et al. (2009). Contudo, considerando que as camas tratadas com $ZnSO_4$ não reduziram o índice de flavonoides, é possível que a quantidade de N disponível tenha limitado o crescimento das plantas.

O teor de N na cama de frango de segundo lote resultante da aplicação de $CuSO_4$ foi menor que o das aplicações de $Al_2(SO_4)_3$ e $ZnSO_4$, contudo, a adubação com as camas acarretou igual acúmulo de N nas plantas. Isso significa que o N disponibilizado no solo pela cama que recebeu $30,0 \text{ mg } CuSO_4 \text{ g}^{-1}$ proporcionou o mesmo acúmulo de N nas plantas que aquele disponibilizado pela aplicação das camas que receberam $260,0 \text{ mg } Al_2(SO_4)_3 \text{ g}^{-1}$ e $218,5 \text{ mg } ZnSO_4 \text{ g}^{-1}$, doses 88,4 e 86,2 % maiores que a primeira, respectivamente. Os teores de N na cama de frango de terceiro lote resultante das aplicações de $CuSO_4$ e $FeSO_4$ foram iguais, ainda que a dose de $CuSO_4$ tenha sido 85,7 % menor. Ademais, as plantas adubadas com a cama tratada com $CuSO_4$ acumularam quantidades de N, Cu, S e Fe similares ou maiores que às proporcionadas pela cama tratada com os demais aditivos químicos.

3.7 CONCLUSÕES

As aplicações de $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$, $ZnSO_4$ e NBPT aumentaram a retenção de N nas camas de frango de segundo e terceiro lote.

Na cama de frango de segundo lote o aumento do teor de N foi relacionado à acidificação e a redução da hidrólise da ureia, quando recebeu aplicação de $CuSO_4$ e $ZnSO_4$; apenas à acidificação, com aplicação de $Al_2(SO_4)_3$ e $FeSO_4$, ou à redução da hidrólise da ureia, com aplicação de NBPT.

Na cama de frango de terceiro lote o aumento do teor de N foi relacionado à acidificação e a redução da hidrólise da ureia, quando recebeu aplicação e $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$ e $ZnSO_4$, ou apenas à redução da hidrólise da ureia, com aplicação de NBPT.

A adubação com as camas de frango de primeiro e segundo lote tratadas com $Al_2(SO_4)_3$, $CuSO_4$, $FeSO_4$, $ZnSO_4$ e NBPT levou ao aumento da biomassa devido à maior disponibilidade de nutrientes no solo e, consequentemente, ao seu acúmulo nas plantas.

3.8 REFERÊNCIAS

- Alcacio TE, Hesterberg D, Chou JW, Martin JD, Beauchemin S, Sayers DE. Molecular scale characteristics of Cu(II) bonding in goethite–humate complexes. *Geochim Cosmochim Acta*. 2011; 65:1355-66. [https://doi.org/10.1016/S0016-7037\(01\)00546-4](https://doi.org/10.1016/S0016-7037(01)00546-4)
- Alva AK, Huang B, Paramasivam S. Soil pH affects copper fractionation and phytotoxicity. *Soil Sci Soc Am J*. 2000; 64:955-62. <https://doi.org/10.2136/sssaj2000.643955x>
- Alvarez V VH, Novais RF, Barros NF, Cantarutti RB, Lopes AS. Interpretação dos resultados das análises de solos. In: Ribeiro AC, Guimarães PTG, Alvarez V VH, editores. *Recomendações para o uso de corretivos e fertilizantes em Minas Gerais*. Viçosa: Comissão de Fertilidade do Solo do Estado de Minas Gerais; 1999. p. 25-32.
- Barros MCP, Paula JR, Rezende MOO. Caracterização físico-química do ácido húmico de solo de Cananéia e de sua interação com Fe(III), Cu(II) e Cd(II). 1994; *Quim Nova*, 17:376-80.
- Bolan NS, Szogi AA, Chuasavathi T, Seshadri B, Rothrock Jr. MJ, Panneerselvam P. Uses and management of poultry litter. *Worlds Poult Sci J*. 2010; 66:673-98. <https://doi.org/10.1017/S0043933910000656>
- Brookes A, Collins JC, Thurman DA. The mechanism of zinc tolerance in grasses. *J Plant Nutr*. 1981; 3:695-705.
- Canty A, Ripley B. Boot: bootstrap R (S-Plus) functions. R package version 1.3-20, 2017.
- Cemek B, Kucuktopcu E, Demir Y. Determination of spatial distribution of ammonia levels in broiler houses. *Agron Res*. 2016; 14:359-66.
- Cook KL, Rothrock Jr. MJ, Eiteman MA, Lovanh N, Sistani K. Evaluation of nitrogen retention and microbial populations in poultry litter treated with chemical, biological or adsorbent amendments. *J Environ Manage*. 2011; 92:1760-66, 2011.
- Corrêa JC, Grohskopf AM, Nicoloso RS, Lourenço KS, Martin R. Organic, organomineral, and mineral fertilizers with urease and nitrification inhibitors for wheat and corn under no-tillage. *Pesq Agropec Bras*. 2016; 51:916-24.
- Davison AC, Hinkley DV. *Bootstrap Methods and Their Applications*. Cambridge: Cambridge University Pres; 1997. <https://doi.org/10.1017/CBO9780511802843>

- Defelipo BV, Ribeiro AC. Análise química do solo (metodologia). 2ª ed. Viçosa: UFV; 1997.
- Efthimiadou A, Bilalis D, Karkanis A, Froud-Williams B, Eleftherochorinos I. Effects of cultural system (organic and conventional) on growth, photosynthesis and yield components of sweet corn (*Zea mays* L.) under semi-arid environment. Not Bot Hort Agrobot Cluj. 2009; 37:104-11. <https://doi.org/10.15835/nbha3723201>
- Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária - EMBRAPA. Manual de métodos de análise de solo. 3ª ed. Brasília: EMBRAPA; 2017.
- Evans JR. Photosynthesis and nitrogen relationships in leaves of C₃ plants. Oecologia. 1989; 78:9-19.
- Eugene B, Moore Jr. PA, Li H, Miles D, Trabue S, Burns R, Buser M. Effect of alum additions to poultry litter on in-house ammonia and greenhouse gas concentrations and emissions. J Environ Qual. 2015; 44:1530-40. <https://doi.org/10.2134/jeq2014.09.0404>
- Fageria NK. Níveis adequados e tóxicos de zinco na produção de arroz, feijão, milho, soja e trigo em solo de cerrado. Rev Bras Eng Agríc Ambient. 2000; 4:390-95.
- Fernandes MS, Rossiello ROP. Mineral Nitrogen in plant physiology and plant nutrition. Crit Rev Plant Sci. 1995; 14:111-48. <https://doi.org/10.1080/07352689509701924>
- Ferreira DF. Sisvar: a Guide for its Bootstrap procedures in multiple comparisons. Ciênc Agrotec. 2014; 38:109-12. <http://dx.doi.org/10.1590/S1413-70542014000200001>
- França S, Mielniczuk J, Rosa LMG, Bergamaschi H, Bergonci JI. Nitrogênio disponível ao milho: crescimento, absorção e rendimento de grãos. Rev Bras Eng Agríc Ambient. 2011; 15:1143-53. <http://dx.doi.org/10.1590/S1415-43662011001100006>
- Guerinot ML, Yi Y. Iron: Nutritious, noxious, and not readily available. Plant Physiol. 1994; 104:815-20. <http://dx.doi.org/10.1104/pp.104.3.815>
- Guo M, Song W. Nutrient and aluminum availability of alum-amended poultry litter: a long-term weathering study. Plant Soil. 2010; 332:219-31. <http://dx.doi.org/10.1007/s11104-010-0287-4>
- Hafeez B, Khanif YM, Saleem M. Role of zinc in plant nutrition - a review. Am J Exp Agric. 2013; 3:374-91. <http://dx.doi.org/10.9734/AJEA/2013/2746>

- Hermans C, Hammond JP, White PJ, Verbruggen N. How do plants respond to nutrient shortage by biomass allocation? *Trends Plant Sci.* 2006; 11:610-17. <http://dx.doi.org/10.1016/j.tplants.2006.10.007>
- Hunde A, Patterson P, Ricke S, Kim WK. Supplementation of poultry feeds with dietary zinc and other minerals and compounds to mitigate nitrogen emissions - a review. *Biol Trace Elem Res.* 2012; 147:386-94. <http://dx.doi.org/10.1007/s12011-011-9310-8>
- Kim SA, Guerinot ML. Mining iron: Iron uptake and transport in plants. *FEBS Letters.* 2007; 581:2273-80. <http://dx.doi.org/10.1016/j.febslet.2007.04.043>
- Kim SC, Yi SJ, Choi IH. Reducing volatile fatty acids in poultry litter with chemical additives: a laboratory experiment. *J Poult Sci.* 2011; 48:139-43. <http://dx.doi.org/10.2141/jpsa.010071>
- Kim WK, Patterson PH. Effect of minerals on activity of microbial uricase to reduce ammonia volatilization in poultry manure. *Poultry Sci.* 2003; 82:223-31. <https://doi.org/10.1093/ps/82.2.223>
- Kirby KN, Gerlanc D. BootES: An R package for bootstrap confidence intervals on effect sizes. *Behav Res Methods.* 2013; 45:905-27. <https://doi.org/10.3758/s13428-013-0330-5>
- Kopriva S, Malagoli M, Takahashi H. Sulfur nutrition: impacts on plant development, metabolism, and stress responses. *J Exp Bot.* 2019; 70:4069-73. <https://doi.org/10.1093/jxb/erz319>
- Li H, Xin H, Liang Y, Burns RT. Reduction of ammonia emissions from stored laying hen manure through topical application of zeolite, Al⁺Clear, Ferix-3, or Poultry Litter Treatment. *J Appl Poult Res.* 2008; 17:421-31. <https://doi.org/10.3382/japr.2007-00076>
- Lindsay WL, Schwab AP. The chemistry of iron in soils and its availability to plants. *J Plant Nutr.* 1982; 5:821-40. <https://doi.org/10.1080/01904168209363012>
- Manunza B, Deiana S, Pintore M, Gessa C. The binding mechanism of urea, hydroxamic acid and N-(N-butyl)-phosphoric triamide to the urease active site. A comparative molecular dynamics study. *Soil Biol Biochem.* 1999; 31:789-796. [https://doi.org/10.1016/S0038-0717\(98\)00155-2](https://doi.org/10.1016/S0038-0717(98)00155-2)
- Martinez HEP, Carvalho JG, Souza RB. Diagnose foliar. In: Ribeiro AC, Guimarães PTG, Alvarez V VH, editores. *Recomendações para o uso de corretivos e fertilizantes em Minas Gerais*. Viçosa: Comissão de Fertilidade do Solo do Estado de Minas Gerais; 1999. p. 143-168.

- Marsola T, Miyazawa M, Pavan MA. Acumulação de cobre e zinco em tecidos do feijoeiro em relação com o extraído do solo. *Rev Bras Eng Agríc Ambient*. 2005; 9:92-98.
- Medeiros BR, Santos BJM, Freitas M, Silva OA, Alves FF, Ferreira E. A adição de diferentes produtos químicos e o efeito da umidade na volatilização de amônia em cama de frango. *Cienc. Rural*. 2008; 38:2321-26. <https://doi.org/10.1590/S0103-84782008000800035>
- Miyazawa M, Gimenez SMN, Yabe MJS, Oliveira EL, Kamogawa MY. Absorption and toxicity of copper and zinc in bean plants cultivated in soil treated with chicken manure. *Water Air Soil Pollut*. 2002; 138:211-22.
- Moore Jr. PA, Daniel TC, Edwards DR. Reducing phosphorus runoff and inhibiting ammonial loss from poultry manure with aluminum sulfate. *J Environ Qual*. 2000; 29:37-49. <https://doi.org/10.2134/jeq2000.00472425002900010006x>
- Moore Jr. PA, Daniel TC, Edwards DR, Miller DM. Effect of chemical amendments on ammonia volatilization from poultry litter. *J Environ Qual*. 1995; 24: 293-300. <https://doi.org/10.2134/jeq1995.00472425002400020012x>
- Moore Jr. PA, Daniel TC, Edwards DR. Reducing phosphorus runoff and inhibiting ammonia loss from poultry manure with aluminum sulfate. *J Environ Qual*. 2000; 29:37-49. <https://doi.org/10.2134/jeq2000.00472425002900010006x>
- Moore Jr. PA, Daniel TC, Gilmour JT, Shere BR, Edwards DR, Wood BH. Decreasing metal runoff from poultry litter with aluminum sulfate. *J. Environ. Qual*. 1998; 27:92-99. <https://doi.org/10.2134/jeq1998.00472425002700010014x>
- Moore Jr. PA, Edwards DR. Long-term effects of poultry litter, alum-treated litter, and ammonium nitrate on aluminum availability in soils. *J Environ Qual*. 2005; 34:2104-11. <https://doi.org/10.2134/jeq2004.0472>
- Mulvaney RL, Bremner JM. A modified diacetyl monoxime method for colorimetric determination of urea and soil extracts. *Comm Soil Sci Plant Anal*. 1979; 10:1163-70. <https://doi.org/10.1080/00103627909366969>
- Novais RF, Neves JCL, Barros NF. Ensaio em ambiente controlado. In: Oliveira AJ, Garrido WE, Araujo JD, Lourenço S, editores. *Métodos de Pesquisa em Fertilidade do Solo*. Brasília: EMBRAPA; 1991, p. 189-198. (Documentos, 3).

- Palme K, Gälweiler L. PIN-pointing the molecular basis of auxin transport. *Curr Opin Plant Biol.* 1999; 2:375-81. [https://doi.org/10.1016/S1369-5266\(99\)00008-4](https://doi.org/10.1016/S1369-5266(99)00008-4)
- Pätsikkä E, Kairavuo M, Šeršen F, Aro EM, Tyystjärvi E. Excess copper predisposes photosystem II to photoinhibition in vivo by outcompeting iron and causing decrease in leaf chlorophyll. *Plant Physiol.* 2002; 129:1359-67. <https://doi.org/10.1104/pp.004788>
- Ritz CW, Fairchild BD, Lacy MP. Implications of ammonia production and emissions from commercial poultry facilities: a review. *J Appl Poult Res.* 2004; 13:684-692. <https://doi.org/10.1093/japr/13.4.684>
- Rogeri DA, Ernani PR, Mantovani A, Lourenço KS. Composition of poultry litter in southern Brazil. *Rev Bras Cienc Solo.* 2016; 40:1-7. <https://doi.org/10.1590/18069657rbcs20140697>.
- Rosenthal JA. Qualitative descriptors of strength of association and effect size. *J Soc Serv Res.* 1996; 21:37-59. https://doi.org/10.1300/J079v21n04_02
- Rothrock Jr. MJ, Cook KL, Warren JG. Microbial mineralization of organic nitrogen forms in poultry litters. *J Environ Qual.* 2010; 39:1848-57. <https://doi.org/10.2134/jeq2010.0024>
- Sahoo SP, Kaur D, Sethi APS, Sharma A, Chandra M, Chandras. Effect of chemically amended litter on litter quality and broiler performance in winter. *J Appl Anim Res.* 2016; 45:533-37. <https://doi.org/10.1080/09712119.2016.1150846>
- Shapiro SS, Wilk MB. An analysis of variance test for normality (complete samples). *Biometrika.* 52:591-611, 1965. <https://doi.org/10.2307/2333709>
- Shreve BR, Moore Jr. PA, Miller DM, Daniel TC, Edwards DR. Long-term phosphorus solubility in soils receiving poultry litter treated with aluminum, calcium, and iron amendments. *Commun Soil Sci Plant Anal.* 27:2493-2510, 2008. <https://doi.org/10.1080/00103629609369719>
- Singh A, Casey KD, King WD, Pescatore AJ, Gates RS, Ford MJ. Efficacy of urease inhibitor to reduce ammonia emission from poultry houses. *J Appl Poult Res.* 2009; 18:34-42. <https://doi.org/10.3382/japr.2008-00046>
- Sullivan DM, Havlin JL. Thiosulfate inhibition of urea hydrolysis in soils: tetrathionate as a urease inhibitor. *Soil Sci Soc Am J.* 1992; 56:957-60. <https://doi.org/10.2136/sssaj1992.03615995005600030045x>
- Syuhada N, Jahan MS, Khandaker MM, Mat N, Khairi M, Nozulaidi M, Razali MH. Application of copper increased corn yield through enhancing physiological functions. *Aust J Basic & Appl Sci.* 2014; 8:282-86.

- Tan KH, Leonard RA, Bertrand AR, Wilkinso SR. The metal complexing capacity and the nature of the chelating ligands of water extract of poultry litter. *Soil Sci Soc Am J.* 1971; 35:265-69. <https://doi.org/10.2136/sssaj1971.03615995003500020026x>
- Tewolde H, Sistani KR, Rowe DE. Broiler litter as a micronutrient source for cotton: concentrations in plant parts. *J Environ Qual.* 2005; 34:1697-706. <https://doi.org/10.2134/jeq2005.0009>
- Tomlinson PJ, Savin MC, Moore Jr. PA. Long-term applications of untreated and alum-treated poultry litter drive soil nitrogen concentrations and associated microbial community dynamics. *Biol. Fertil. Soils.* 2014; 51:43-55. <https://doi.org/10.1007/s00374-014-0949-0>
- Valadão FCA, Maas KDB, Weber OLS, Valadão Jr. DD, Silva TJ. Variação nos atributos do solo em sistemas de manejo com adição de cama de frango. *Rev Bras Ciênc Solo.* 2011; 35:2073-82.
- Vogels GD, Van der Drift, C. Degradation of purines and pyrimidines by microorganisms. *Bacteriol Rev.* 1976; 40:403-68.
- Winkel-Shirley, B. Biosynthesis of flavonoids and effects of stress. *Plant Biol.* 2002; 5:218-23. [https://doi.org/10.1016/s1369-5266\(02\)00256-x](https://doi.org/10.1016/s1369-5266(02)00256-x)
- Yadav DS, Kumar V, Singh M. Inhibition of soil urease activity and nitrification with some metallic cations. *Aust J Soil Res.* 1986; 24:527-32. <https://doi.org/10.1071/SR9860527>
- Yahav S. Ammonia affects performance and thermoregulation of male broiler chickens. *Anim Res.* 2004; 53:289-93. <https://doi.org/10.1051/animres:2004015>
- Yang Z, Liu S, Zheng D, Feng S. Effects of cadmium, zinc and lead on soil enzyme activities. *J Environ Sci.* 2006; 18:1135-41. [https://doi.org/10.1016/S1001-0742\(06\)60051-X](https://doi.org/10.1016/S1001-0742(06)60051-X)
- Yan-Qing W, Hong-Mei Z. Spectral studies on the interaction between Cu^{2+} and urease. *Spectrochim Acta A Mol Biomol Spectrosc.* 2012; 96:352-57. <https://doi.org/10.1016/j.saa.2012.05.014>
- Younis MEM, Bazh EKA, Ahmed HA, Elbestawy AR. Broiler performance, carcass characters and litter composition after management of fresh litter with two types of acidifier amendments. *Int J Agric Innov Res.* 2016; 4:1050-56.

4 CAPÍTULO III

RETENÇÃO DE NITROGÊNIO EM CAMA DE FRANGO TRATADA COM ADITIVOS QUÍMICOS

4.1 RESUMO

Compreender como os aditivos químicos inibem a mineralização do N em cama de frango é fundamental para otimizar o manejo de aplicação, minimizar a perda de NH_3 e aumentar a retenção de N. Objetivando-se avaliar como a composição química dos aditivos influencia os processos de volatilização de NH_3 , respiração basal, atividade da urease e acidificação, conduziram-se quatro experimentos laboratoriais de incubação. Os experimentos foram montados conforme um delineamento inteiramente casualizado com cinco repetições, avaliando-se nove aditivos químicos e uma testemunha: $Al_2(SO_4)_3$, fosfogesso, S^0 , H_3BO_3 , $ZnSO_4$, $FeSO_4$, $CuSO_4$, sais combinados ($H_3BO_3 + ZnSO_4 + FeSO_4 + CuSO_4$), NBPT e ausência de aditivos. Os aditivos foram aplicados em cama de frango simulada, produzida pela mistura de maravalha e esterco de frangos de corte; os materiais foram homogeneizados e incubados em frascos de vidro. Os resultados demonstraram que nas camas tratadas com $Al_2(SO_4)_3$ e $FeSO_4$ a acidificação desfavoreceu a emissão de NH_3 e, conseqüentemente, aumentou a retenção de N. O fosfogesso manteve os valores de respiração basal e de atividade da urease muito elevados, acarretando grande perda de NH_3 . O S^0 favoreceu a respiração microbiana e causou lenta acidificação da cama, possibilitando a emissão de NH_3 . O H_3BO_3 não reduziu o pH, mas diminuiu a respiração basal e a quantidade de NH_3 volatilizada. A aplicação de $ZnSO_4$ reduziu as taxas de respiração basal e de volatilização de NH_3 , embora tenha sido pouco eficiente para acidificar a cama. O $CuSO_4$ acidificou a cama, reduziu a respiração basal e a atividade da urease, possibilitando baixa formação de NH_3 . O efeito sinérgico dos sais combinados reduziu os valores de pH, respiração basal e atividade da urease, impossibilitando a emissão de NH_3 . A aplicação de NBPT inibiu a atividade da urease e acarretou grande acúmulo de ureia na cama, mas possibilitou gradual perda de NH_3 ao longo do tempo. O N mineralizado na cama de frango pode ser retido na estrutura dos minerais Tschermigita e Amôniojarosita.

Palavras-chave: pH. Respiração microbiana. Atividade da urease. Volatilização de NH_3 .

4.2 ABSTRACT

Understanding how chemical additives inhibit N mineralization in poultry litter is essential to optimize application management, minimize NH_3 loss and increase N retention. In order to evaluate how the chemical composition of the additives influences the processes of NH_3 volatilization, basal respiration, urease activity and acidification, four laboratory incubation essays were conducted. The essays were set up according to a completely randomized design with five replications, evaluating nine chemical additives and one control: $Al_2(SO_4)_3$, phosphogypsum, S^0 , H_3BO_3 , $ZnSO_4$, $FeSO_4$, $CuSO_4$, combined salts ($H_3BO_3 + ZnSO_4 + FeSO_4 + CuSO_4$) and NBPT. The additives were applied in a simulated litter, produced by the mixture of shavings and broiler manure; the materials were homogenized and incubated in glass flasks. The results showed that in litters treated with $Al_2(SO_4)_3$ and $FeSO_4$, acidification favored the emission of NH_3 and, consequently, increased the retention of N. The S^0 favored microbial respiration and caused slow acidification of the litter, enabling the emission of NH_3 . H_3BO_3 did not reduce the pH, but it did decrease basal respiration and the amount of volatilized NH_3 . The application of $ZnSO_4$ reduced the rates of basal respiration and NH_3 volatilization, although it was not very efficient in acidifying the litter. $CuSO_4$ acidified the bed, reduced basal breathing and urease activity, enabling low NH_3 formation. The synergistic effect of the combined salts reduced the pH values, baseline respiration and urease activity, making NH_3 emission impossible. The application of NBPT inhibited the urease activity and caused a large accumulation of urea in the litter, but allowed for a gradual loss of NH_3 over time. The mineralized N in the poultry litter can be retained in the structure of the minerals Tschermita and Amôniojarosita.

Keywords: pH. Microbial respiration. Urease activity. Volatilization of NH_3 .

4.3 INTRODUÇÃO

Cama de frango é um resíduo da avicultura industrial constituído por uma mescla de substrato vegetal triturado, esterco, restos de ração e penas. Sua composição química pode variar dependendo do material utilizado como substrato para cobrir o piso do galpão (Avila et al., 2008), mas é principalmente influenciada pela gradativa incorporação de fezes e urina ao longo do crescimento das aves (Hernandes et al., 2002).

Uma vez que os frangos são pouco eficientes na utilização dos nutrientes da ração (Silva et al., 2008), mais de 50 % do N consumido é excretado (Cauwenberghe & Burnham, 2001), principalmente nas formas de ácido úrico (70 %) e proteínas não digeridas (30 %) (Koerkamp et al., 1998), o que resulta em grande acúmulo de compostos orgânicos nitrogenados na cama (Kim et al., 2011). Contudo, na maior parte dos casos, a baixa acidez e a elevada atividade microbológica e enzimática da cama favorecem a decomposição desses compostos (Schefferle, 1965; Rothrock Jr. et al., 2010; David et al., 2015), resultando na perda de N via volatilização de NH_3 (Loch et al. 2011).

A produção de NH_3 ocorre após a hidrólise enzimática do ácido úrico e da ureia, respectivamente catalisadas pelas enzimas uricase e urease (Carlile, 1984). Resultados de balanço de massa obtidos em aviário por Moore Jr. et al. (2011) revelaram que a quantidade de N perdida via volatilização de NH_3 é tão elevada (30,85 g ave⁻¹) que excede inclusive aquela retida na cama (28,66 g ave⁻¹) durante o crescimento do lote. A emissão de NH_3 é uma das maiores preocupações nos ambientes de produção comercial, já que a alta concentração desse gás na atmosfera prejudica o sistema imunológico e aumenta os casos de doenças respiratórias (Cemek et al., 2016), reduzindo o desempenho produtivo dos frangos (Ritz et al., 2004). Na avicultura industrial, um método amplamente utilizado para reduzir a emissão de NH_3 na cama é tratá-la com aditivos químicos antes da entrada dos animais no aviário (Nahm, 2005).

Os aditivos limitam o processo de decomposição dos compostos orgânicos nitrogenados que resulta na produção de NH_3 (Rothrock Jr. et al., 2010) e, desta forma, mantém o N retido na cama (Younis et al. 2016). Isso aumenta o desempenho produtivo dos animais (Chakrvarti et al., 2018) e o valor fertilizante deste resíduo (Moore Jr. & Edwards, 2005). Para tanto, é necessário que o produto aplicado seja capaz de afetar uma ou mais condições que intervêm na dinâmica do N na cama: população microbiana (Choi et al., 2008), atividade (Kim & Patterson, 2003) ou produção de enzimas hidrolíticas (Rothrock Jr. et al., 2010), acidez (Cook et al., 2011)

e formação de minerais (Peak et al., 2002). Porém, ainda que os efeitos da aplicação de aditivos químicos estejam amplamente documentados na literatura (Moore Jr. et al., 2000; Kim & Patterson, 2003; Moore Jr. & Miller, 1994; Younis et al. 2016), a acidificação ainda é apontada como a única ou principal causa do aumento da retenção de N na cama.

As informações sobre o efeito dos aditivos químicos na hidrólise da ureia em cama de frango são ainda muito limitadas, já que as pesquisas realizadas até então geralmente se limitam a quantificar o teor de ureia retido na cama. Ademais, existem lacunas em relação à formação de minerais e incorporação de N às suas estruturas cristalinas. Assim, diante da importância de se compreender as transformações do N na cama de frango, objetivou-se com esse estudo avaliar como a aplicação de aditivos químicos [$Al_2(SO_4)_3$, fosfogesso, S^0 , H_3BO_3 , $ZnSO_4$, $FeSO_4$, $CuSO_4$, sais combinados e NBPT] influencia os processos que intervêm na retenção de N em cama de frango.

4.4 MATERIAL E MÉTODOS

O estudo foi composto por quatro experimentos de incubação de cama de frango conduzidos em laboratório na Universidade Federal de Viçosa entre os meses de janeiro e dezembro de 2019.

4.4.1 Condições experimentais

A cama de frango foi simulada em frascos de incubação, através da mistura de maravalha e excreta (Figura 14). A maravalha foi produzida por trituração de madeira de eucalipto, seguida de peneiramento em malha de 2,5 cm e secagem ao ar livre por dez dias. As excretas foram coletadas em lonas plásticas de 4 m² sobrepostas à cama de frango em aviário comercial. As características químicas da excreta estão descritas na Tabela 12.

Tabela 12. Características químicas da excreta

Característica	Resultado
pH	6,19
CO (g kg ⁻¹)	260,5
N (g kg ⁻¹)	55,2
P (g kg ⁻¹)	6,60
Ca (g kg ⁻¹)	11,50
S (g kg ⁻¹)	5,40
Fe (mg kg ⁻¹)	688,6
Zn (mg kg ⁻¹)	360,2
B (mg kg ⁻¹)	68,4
Cu (mg kg ⁻¹)	41,50

As parcelas dos experimentos 1, 2 e 3 consistiram de frasco de vidro de 500 cm³ contendo 50,0 g de maravalha e 11,45 g de excreta, com granulometria menor que 4 mm. No experimento 4, a parcela foi constituída por frascos de vidro de 800 cm³ contendo 120,0 g de

maravalha e 27,40 g de excreta. A massa de maravalha foi proporcional à $2,5 \text{ kg m}^{-2}$ em uma camada de 0,10 m no aviário e a de excreta foi proporcional a estimativa de excreção das aves em 45 d.



Figura 16. Visão geral dos experimentos 2 e 3.

Nos quatro experimentos, os tratamentos consistiram na aplicação de nove aditivos químicos, à saber: $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$ ($260,0 \text{ mg g cama}^{-1}$); fosfogesso ($125,0 \text{ mg g cama}^{-1}$); S^0 ($30,0 \text{ mg g cama}^{-1}$); H_3BO_3 ($47,12 \text{ mg g cama}^{-1}$); $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ ($218,56 \text{ mg g cama}^{-1}$); $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ ($210,0 \text{ mg g cama}^{-1}$); $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ ($30,0 \text{ mg g cama}^{-1}$); sais combinados ($252,6 \text{ mg g cama}^{-1}$) [H_3BO_3 ($23,5 \text{ mg g cama}^{-1}$) + $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ ($109,28 \text{ mg g cama}^{-1}$) + $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ ($105,0 \text{ mg g cama}^{-1}$) e $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ ($15,0 \text{ mg g cama}^{-1}$)]; NBPT ($2,35 \mu\text{L g cama}^{-1}$). Além disso, em cada experimento foi incluída a respectiva cama sem a aplicação de aditivos. Os dez tratamentos foram dispostos em delineamento inteiramente casualizado, com cinco repetições, totalizando 50 parcelas em cada experimento. As doses foram selecionadas com base no levantamento de resultados obtidos em 50 artigos científicos, que avaliaram a aplicação de aditivos químicos em cama de frango.

Nos experimentos 1, 2 e 3, a maravalha e a excreta foram homogeneizadas nos frascos após a aplicação dos respectivos aditivos químicos dissolvidos em 20,0 mL de água ultrapura. As camas sem aditivos receberam aplicação de 20,0 mL de água, seguida de homogeneização. O mesmo procedimento foi realizado no experimento 4, alterando-se a quantidade de água ultrapura para 48,0 mL. Nos frascos de incubação dos experimentos 1 e 2, tripés foram fixados sobre a cama para sustentar um béquer contendo 40,0 mL de solução de H_3BO_3 e um béquer

contendo 10,0 mL de solução de $NaOH$, respectivamente. Posteriormente, os frascos foram hermeticamente fechados e incubados a 25,0 °C.

4.4.2 Coletas e determinações

Os frascos foram abertos a cada cinco dias para a determinação da NH_3 volatilizada (experimento 1), da respiração basal da cama de frango (experimento 2) e do pH (experimento 4) e a cada nove dias para a determinação do teor de ureia na cama (experimento 3). Decorridos 15 min de abertura para troca de ar, os frascos foram novamente fechados e incubados.

No experimento 1, a NH_3 volatilizada foi quantificada por titulação potenciométrica de 40,0 mL da solução de H_3BO_3 (20,0 g L⁻¹) para pH 4,1 com HCl 80,0 mmol L⁻¹, conforme a equação 1. A volatilização cumulativa de NH_3 foi obtida pela soma dos valores determinados em coletas sucessivas. O acúmulo de NH_3 volatilizada foi obtido pela soma dos valores determinados nas nove coletas, realizadas em 45 dias de avaliação.

$$NH_3 \text{ volatilizada (mg kg}^{-1} \text{ N - } NH_3) = \frac{v * [HCl] * 14 * 1000}{P} \text{ (Eq. 1)}$$

Onde: v (mL) = volume de HCl gasto na titulação; $[HCl]$ = concentração do HCl ; e 14 = massa atômica do N; P = massa de cama de frango; e 1000 = conversão de g para kg

Após 45 dias de incubação, as camas do experimento 1 foram homogeneizadas dentro dos frascos. Em seguida, amostras foram coletadas e postas a secar em estufa de circulação forçada a 65 °C até atingirem massa constante. O material foi moído e submetido à digestão sulfúrica, seguida de destilação Kjeldahl, determinando-se o teor de N segundo a metodologia descrita pela Embrapa (2017). Amostras da cama foram submetidas a digestão nítrico-perclórica para dosagem de Ca, Al, S, Fe, Zn, B e Cu por espectrometria de emissão ótica por plasma acoplado indutivamente (ICP-OES).

Análises de raios-X das amostras da cama do experimento 1 foram conduzidas com difratômetro Panalytical X'PERT PRO, PW 3040/60, equipado com tubo de cobalto (radiação Co-K α , λ = 1,79026 Å), com filtro de Fe, operado com uma diferença de potencial de 40 kV e uma corrente elétrica de 30 mA. As amostras de cama de frango, secas e moídas em pó, foram

acondicionadas em porta-amostras de modo a provocar o mínimo de orientação possível e as varreduras foram realizadas no modo passo a passo em intervalo de 04 a 60 °2θ com 0.02° de incremento e 6 segundos de contagem de tempo em cada passo.

No experimento 2, a respiração basal da cama de frango foi determinada pelo método do CO_2 evoluído capturado por $NaOH$ (Silva et al., 2007), adaptando-se a metodologia ao material e volume dos frascos. Após a retirada da solução de captura do frasco de incubação, aplicou-se 2 mL de $BaCl_2$ (10 % m/v) para a precipitação do CO_2 , seguida de 2 gotas de fenolftaleína (1 % m/v) e titulação sob agitação magnética com HCl 0,5 mol L⁻¹. O cálculo da respiração basal da cama de frango é dado pela equação 2. A respiração basal média da cama de frango foi calculada com os resultados obtidos nas nove determinações.

$$RBC (mg C - CO_2 kg^{-1} h^{-1}) = \frac{[(V_b - V_a).M.6.1000]/P}{T} \text{ (Eq. 2)}$$

Onde: V_b (mL) = volume de HCl gasto na titulação da solução controle; V_a (mL) = volume de HCl gasto na titulação da solução da parcela; M = molaridade do HCl ; 6 = massa atômica do carbono (12) dividido pelo número de mols de CO_2 que reagem com o $NaOH$; P (g) = massa de cama de frango; e T (h) = tempo de incubação da amostra.

No experimento 3, amostras da cama de frango foram coletadas, acondicionadas em sacos de papel, postas a secar em estufa de circulação forçada a 60 °C até atingirem massa constante e moídas. O teor de ureia foi determinado usando o método da diacetil monoxima (Mulvaney & Bremner, 1979), adaptado. Cada amostra de cama de frango foi analisada em duplicata de 2,5 g acondicionada em tubo de polipropileno do tipo Falcon (50 ml) e recebeu 2,5 mL de água ultrapura. Após 48 h de umidificação com os tubos abertos, apenas a segunda duplicata de cada parcela recebeu aplicação de 1 mg de N-Ureia p.a. Decorridas 36 h de incubação em temperatura ambiente, cada tubo Falcon recebeu 30,0 mL de solução de acetato de fenilmercúrio (PMA). Os tubos foram submetidos a agitação circular a 220 rpm por 1 h. O extrato foi filtrado em papel filtro quantitativo (filtração lenta). Em seguida, alíquotas de 0,1 mL do extrato, 1,9 mL de solução de PMA e 3,0 mL de reagente colorimétrico foram pipetadas em tubo de ensaio. Os tubos foram submetidos a agitação em vortex, aquecidos em banho-maria a 85 °C por 30 min na ausência de luz e imediatamente resfriados em água corrente por 10 min. Os teores de ureia foram quantificados no extrato por espectrofotometria (527 nm). O cálculo da atividade da urease é dado pela equação 3.

$$\text{Atividade da urease } (\mu\text{g ureia g}^{-1}\text{h}^{-1}) = \frac{(1000 + U_0 - U_{rem})/2,5}{36} \text{ (Eq. 3)}$$

Onde: 1000 = massa de N-Ureia adicionada (μg); U_0 = massa de ureia na cama de frango após o período de incubação na amostra sem adição de ureia (μg); U_{rem} = massa de ureia remanescente na amostra que recebeu aplicação de N-Ureia (μg); 2,5 = massa de cama de frango (g); e 36 = tempo (h).

No experimento 4, as amostras foram acondicionadas em sacos de papel e postas a secar em estufa de circulação forçada à 65 °C até atingirem massa constante. Em seguida, 10,0 g da amostra foi transferida para béquer de 100 mL, onde foi adicionado 50,0 mL de água deionizada. Os materiais foram homogeneizados e, após 30 min de repouso, efetuou-se a leitura em pH-metro digital.

4.4.3 Análises estatísticas

Os resultados foram submetidos à análise de variância, avaliando-se os efeitos dos aditivos químicos considerando a significância do teste F ($p < 0,05$). Os resultados médios foram comparados pelo teste de Tukey a 5 % de probabilidade usando o programa SISVAR versão 5.7 (Ferreira, 2014). SigmaPlot® 12.0 (Systat Software Inc.) foi usado para preparar os gráficos.

4.5 RESULTADOS

Os valores de pH determinados nos diferentes tratamentos apresentaram pequenas variações ao longo do tempo (Figura 17 a). A única exceção ocorreu na cama de frango tratada com $CuSO_4$, na qual o pH aumentou a partir da segunda semana de incubação. Os valores de pH médio das camas de frango tratadas com NBPT e H_3BO_3 não diferiram daquele obtido na cama sem aditivos (Figura 17 b). As camas tratadas com $Al_2(SO_4)_3$, fosfogesso, S^0 , $ZnSO_4$, $FeSO_4$, $CuSO_4$ e sais combinados apresentaram pH médio significativamente menor que o da cama sem aditivo. O menor valor de pH médio (2,78) resultou da aplicação de $FeSO_4$.

A emissão volatilização cumulativa de $N - NH_3$ aumentou ao longo do tempo na cama de frango sem aditivo e superou a dos demais tratamentos à partir do 25º dia de incubação (Figura 17 c). Nos primeiros 15 dias, a volatilização cumulativa de $N - NH_3$ na cama que recebeu aplicação de fosfogesso ($71,90 \text{ mg kg}^{-1}$) e S^0 ($66,31 \text{ mg kg cama}^{-1}$) foi semelhante àquela observada na cama sem aditivo ($63,64 \text{ mg kg}^{-1}$). Na cama tratada com fosfogesso, a perda de $N - NH_3$ aumentou progressivamente a partir do 30º dia de incubação. A volatilização cumulativa na cama tratada com S^0 aumentou até o 30º dia após a aplicação do aditivo (DAA), a partir do qual registraram-se perdas diárias irrisórias ($0,55 \text{ mg } N - NH_3 \text{ kg}^{-1} \text{ d}^{-1}$), que pouco contribuíram no cômputo da emissão total. A volatilização cumulativa de $N - NH_3$ na cama que recebeu aplicação de NBPT foi muito baixa até o 15º DAA ($11,27 \text{ mg kg}^{-1}$) e aumentou a partir de então, registrando perda média diária igual a $5,31 \text{ mg } N - NH_3 \text{ kg}^{-1}$. Os resultados demonstraram que os valores das emissões cumulativas de $N - NH_3$ nas camas tratadas com $Al_2(SO_4)_3$, H_3BO_3 , $ZnSO_4$, $FeSO_4$, $CuSO_4$ e sais combinados foram muito baixos e similares.

As quantidades acumuladas de $N - NH_3$ volatilizada em 45 dias de incubação são mostradas na Figura 17 d. A cama sem aditivo químico registrou a maior emissão acumulada de $N - NH_3$, equivalente a $535,33 \text{ mg kg}^{-1}$. A aplicação de S^0 e de NBPT proporcionou redução da emissão de $N - NH_3$ respectivamente igual a $420,94 \text{ mg kg}^{-1}$ (78,63 %) e $375,85 \text{ mg kg}^{-1}$ (70,20 %), comparativamente àquela registrada na cama sem aditivo. As quantidades acumuladas $N - NH_3$ nos tratamentos que receberam aplicação de $Al_2(SO_4)_3$ ($1,92 \text{ mg kg}^{-1}$), H_3BO_3 ($3,96 \text{ mg kg}^{-1}$), $ZnSO_4$ ($3,55 \text{ mg kg}^{-1}$), $FeSO_4$ ($0,0 \text{ mg kg}^{-1}$), $CuSO_4$ ($9,84 \text{ mg kg}^{-1}$) e sais combinados ($0,0 \text{ mg kg}^{-1}$) foram nulas ou desprezíveis. Diferentemente dos resultados verificados para os demais aditivos, a produção acumulada de $N - NH_3$ na cama tratada com fosfogesso foi semelhante àquela obtida na cama sem aditivo.

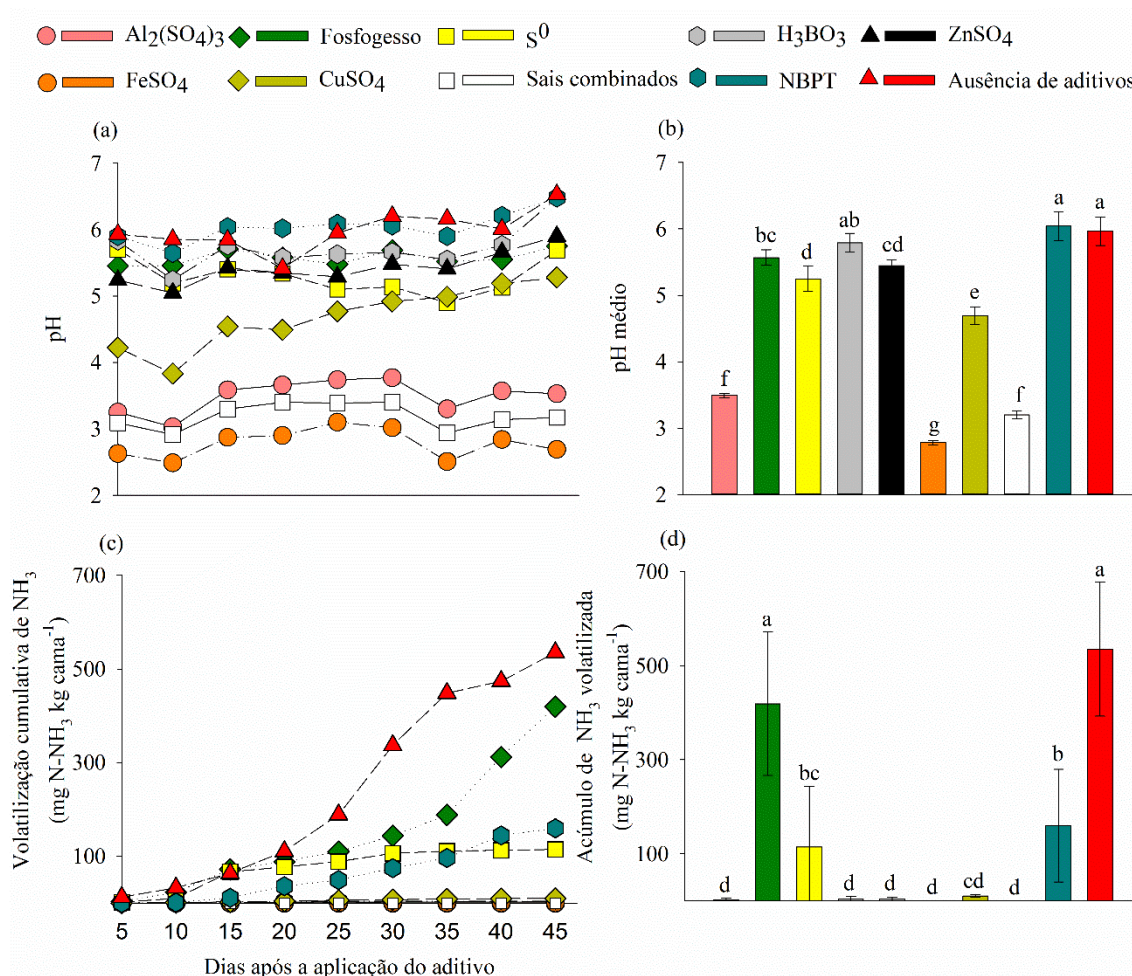


Figura 17. pH (a), pH médio (b), volatilização cumulativa de NH_3 (c) e acúmulo de NH_3 volatilizada (d) com os respectivos erros-padrão da média em cama de frango tratada com aditivos químicos [$Al_2(SO_4)_3$, fosfogesso, S^0 , H_3BO_3 , $ZnSO_4$, $FeSO_4$, $CuSO_4$, sais combinados e NBPT] ou sem aplicação de aditivo. Colunas com as mesmas letras não diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$).

A variação da respiração basal na cama de frango ao longo do tempo é ilustrada na Figura 18 a. Entre o 5º e o 20º dia de incubação, a respiração basal na cama de frango sem aditivo químico aumentou de 3,37 para 7,16 mg $C - CO_2$ kg⁻¹ h⁻¹, seguido de uma queda até o 45º dia. As curvas de respiração basal na cama tratada com NBPT e na cama sem aditivo apresentam comportamentos similares; o valor máximo da respiração na cama sem aditivo (7,16 mg $C - CO_2$ kg⁻¹ h⁻¹) foi semelhante ao valor do pico de emissão registrado na cama tratada com NBPT (6,99 mg $C - CO_2$ kg⁻¹ h⁻¹). As taxas de respiração basal nas cama tratada com fosfogesso e na cama sem aditivo foram muito semelhantes ao longo do tempo; por um período total de 30 dias a diferença entre os valores das emissões registradas por estes tratamentos foi

próxima ou igual a zero. Na cama tratada com S^0 verificou-se que os valores da respiração basal aumentaram no período compreendido entre o 5º e o 30º DAA. O pico de emissão de CO_2 na cama tratada com S^0 ocorreu no 30º dia de incubação; posteriormente, a taxa de respiração basal apresentou o mesmo padrão que o da cama sem aditivo.

Nos primeiros 15 dias de incubação, a respiração basal na cama que recebeu aplicação de $Al_2(SO_4)_3$ foi extremamente baixa ($0,3 \text{ mg } C - CO_2 \text{ kg}^{-1} \text{ h}^{-1}$); em seguida, a emissão aumentou abruptamente, alcançando $5,18 \text{ mg } C - CO_2 \text{ kg}^{-1} \text{ h}^{-1}$ aos 30 DAA (Figura 18 a). A respiração basal na cama tratada com $CuSO_4$ permaneceu baixa e constante até o 25º DAA, quando registrou uma taxa 52,20 % menor que aquela obtida na cama sem aditivo. Os resultados demonstraram que as taxas de respiração basal na cama tratada com H_3BO_3 e $FeSO_4$ permaneceram menores que $3,0 \text{ mg } C - CO_2 \text{ kg}^{-1} \text{ h}^{-1}$ até o 25º DAA, período no qual a cama sem aditivo manteve uma taxa média de respiração igual a $5,66 \text{ mg } C - CO_2 \text{ kg}^{-1} \text{ h}^{-1}$. Na cama tratada com $ZnSO_4$, a respiração basal permaneceu abaixo de $4,0 \text{ mg } C - CO_2 \text{ kg}^{-1} \text{ h}^{-1}$ durante a maior parte do período de avaliação, com exceção ao 30º DAA, quando ocorreu um pico de emissão ($6,32 \text{ mg } C - CO_2 \text{ kg}^{-1} \text{ h}^{-1}$). Diferentemente do que ocorreu nos demais tratamentos, a aplicação dos sais combinados manteve a respiração basal da cama extremamente baixa ($< 1,0 \text{ mg } C - CO_2 \text{ kg}^{-1} \text{ h}^{-1}$) e constante ao longo do tempo.

A respiração basal média da cama de frango sem aditivo químico foi similar à daquela tratada com fosfogesso, S^0 e NBPT (Figura 18 b). A respiração basal média da cama que recebeu aplicação de $Al_2(SO_4)_3$, H_3BO_3 , $ZnSO_4$, $FeSO_4$, $CuSO_4$ e sais combinados foi significativamente menor que a da cama sem aditivo. A cama tratada com sais combinados registrou a menor respiração basal média ($0,40 \text{ mg } C - CO_2 \text{ kg}^{-1} \text{ h}^{-1}$).

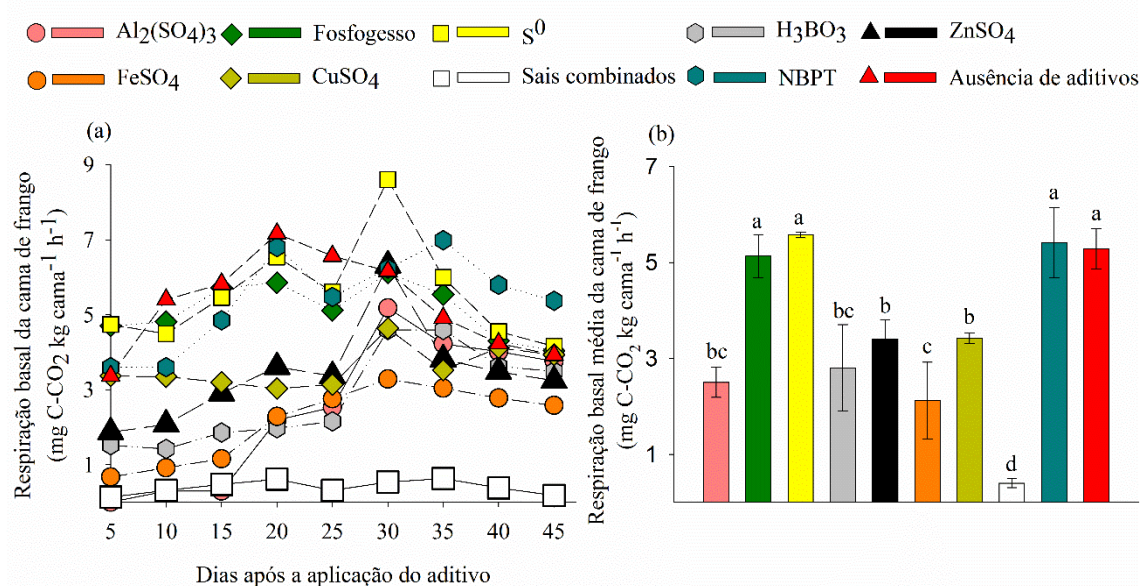


Figura 18. Respição basal (a) e respição basal média (b) com os respectivos erros-padrão da média em cama de frango tratada com aditivos químicos [$Al_2(SO_4)_3$, fosfogesso, S^0 , H_3BO_3 , $ZnSO_4$, $FeSO_4$, $CuSO_4$, sais combinados e NBPT] ou sem aplicação de aditivo. Colunas com as mesmas letras não diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$).

Ao longo do tempo, a atividade da urease na cama de frango tratada com fosfogesso apresentou valores muito próximos ao da cama sem aditivo químico (Figura 19 a). Na cama tratada com $Al_2(SO_4)_3$, a atividade da urease aumentou até o 18° DAA, ainda que seu valor tenha permanecido inferior ao da cama sem aditivo durante todo o período de incubação. O maior pico de atividade da urease ocorreu aos 27 DAA na cama tratada com S^0 ($12,56 \mu\text{g ureia g}^{-1} \text{h}^{-1}$), não obstante valores menores, oscilando entre $6,59$ e $8,11 \mu\text{g ureia g}^{-1} \text{h}^{-1}$ também tenham sido registrados para este tratamento. A atividade da urease na cama tratada com NBPT permaneceu muito baixa até o 18° DAA, quando registrou um valor 52,83 % menor que o da cama sem aditivo; posteriormente, a atividade aumentou, aproximando-se do resultado obtido na cama sem aditivo. Na cama tratada com $CuSO_4$, a atividade da urease permaneceu baixa apenas durante os nove primeiros dias de incubação; posteriormente, observou-se nítida tendência de aumento até o 36° DAA, quando foi registrada a máxima atividade hidrolítica ($11,23 \mu\text{g ureia g}^{-1} \text{h}^{-1}$). A cama tratada com H_3BO_3 , $ZnSO_4$, $FeSO_4$ e sais combinados apresentou valores de atividade da urease menores que aqueles observados na cama sem aditivo ao longo de todo período de incubação.

A atividade média da urease na cama de frango está apresentada na Figura 19 b. A atividade média da urease foi menor na cama tratada com $Al_2(SO_4)_3$, S^0 , H_3BO_3 , $ZnSO_4$, $FeSO_4$, $CuSO_4$, sais combinados e NBPT, comparativamente à cama sem aditivo. A atividade média da urease na cama de frango tratada com fosfogesso foi similar à da cama sem aditivo.

Na figura 19 c estão apresentadas as variações do teor de ureia na cama de frango ao longo do tempo. No 9º DAA, o teor de ureia na cama tratada com NBPT ($1224,16 \mu g g^{-1}$) foi 1331,9 % maior que o da cama sem aditivo ($85,49 \mu g g^{-1}$). Do 9º ao 45º dia ocorreu progressiva redução do teor de ureia na cama tratada com NBPT ($638,83 \mu g g^{-1}$ à menos). Durante o período de incubação, o valor do teor de ureia na cama sem aditivo químico oscilou entre 85,49 e $236,07 \mu g g^{-1}$. No período compreendido entre o 9º e o 18º DAA, constatou-se elevação do teor de ureia na camas tratada com $Al_2(SO_4)_3$ ($248,05 \mu g g^{-1}$ à mais), fosfogesso ($109,65 \mu g g^{-1}$ à mais), H_3BO_3 ($155,84 \mu g g^{-1}$ à mais), $ZnSO_4$ ($87,60 \mu g g^{-1}$ à mais), $FeSO_4$ ($103,13 \mu g g^{-1}$ à mais), $CuSO_4$ ($140,76 \mu g g^{-1}$ à mais) e sais combinados ($100,05 \mu g g^{-1}$ à mais). Em seguida, pequenas variações nos teores de ureia foram observadas para estes tratamentos até o 45º DAA. Na cama tratada com S^0 , o teor de ureia aumentou até o 27º DAA. Após 45 dias de incubação, apenas a cama tratada com NBPT apresentou teor de ureia na cama maior que o daquela sem aditivo (Figura 19 d).

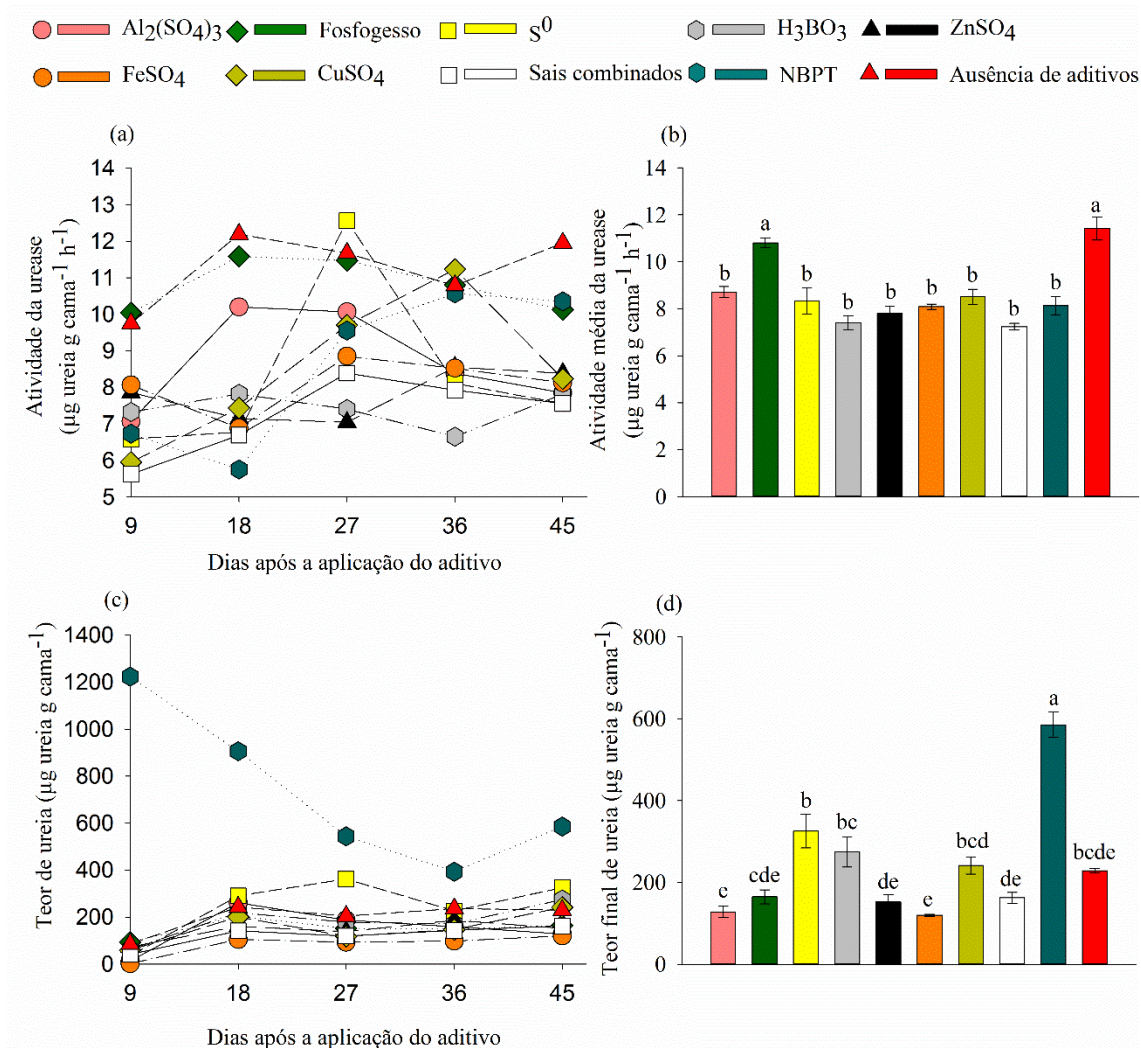


Figura 19. Atividade da urease (a), atividade média da urease (b), teor de ureia (c) e teor final de ureia (d) com os respectivos erros-padrão da média em cama de frango tratada com aditivos químicos [$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, fosfogesso, S^0 , H_3BO_3 , ZnSO_4 , FeSO_4 , CuSO_4 , sais combinados e NBPT] ou sem aplicação de aditivo. Colunas com as mesmas letras não diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$).

Os difratogramas de raio X das camas de frango tratadas com ZnSO_4 e CuSO_4 e da cama sem aditivo químico são apresentados na Figura 20. Na cama sem aditivo, observa-se uma ombreira na região de $15\text{-}20^\circ 2\theta$, seguida de uma reflexão difusa, ou seja, com alargamento expressivo em $25,8^\circ 2\theta$ ($d = 0,400$) e reflexões em $49,5$ ($0,214$) e $59,7^\circ 2\theta$ ($0,185$). As reflexões mais difusas correspondem a materiais mais mal cristalizados, ao passo que reflexões mais agudas correspondem a distâncias entre planos atômicos de materiais mais cristalinos e são representados por $d(hkl)$ e medidos em nm. As aplicações de ZnSO_4 e CuSO_4 não alteraram o padrão típico da cama de frango.

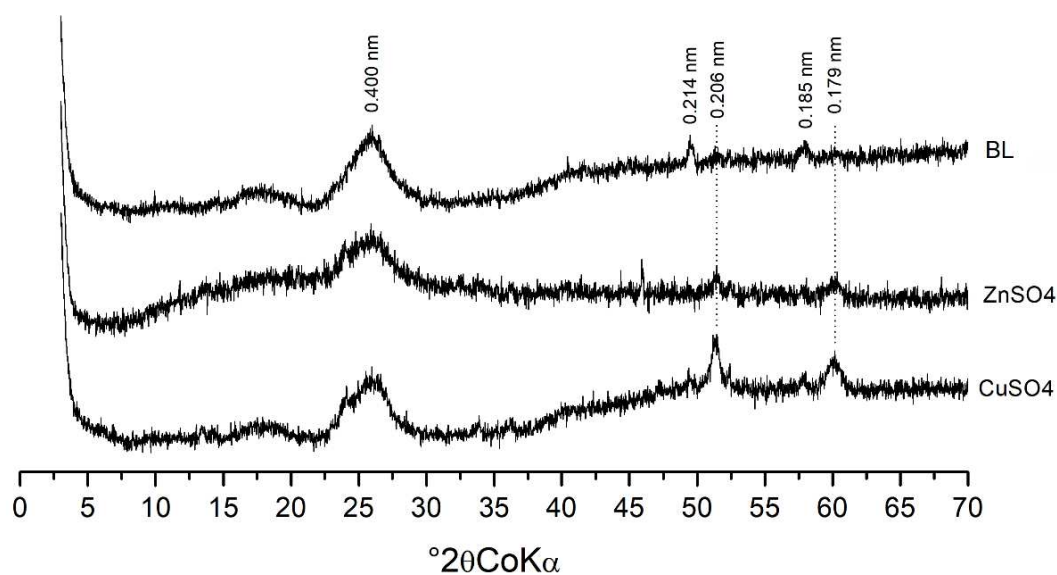


Figura 20. Difratomogramas de raios X das camas de frango sem aditivo químico (BL) e tratada com ZnSO_4 e CuSO_4 .

Na cama de frango tratada com fosfogesso, observa-se o mesmo padrão daquela sob ausência de aditivos, com ombreiras e reflexões difusas, mas também se superpõem as reflexões típicas do fosfogesso com ds iguais a 0,754; 0,426; 0,306; 0,287 e 0,268 nm (Figura 21).

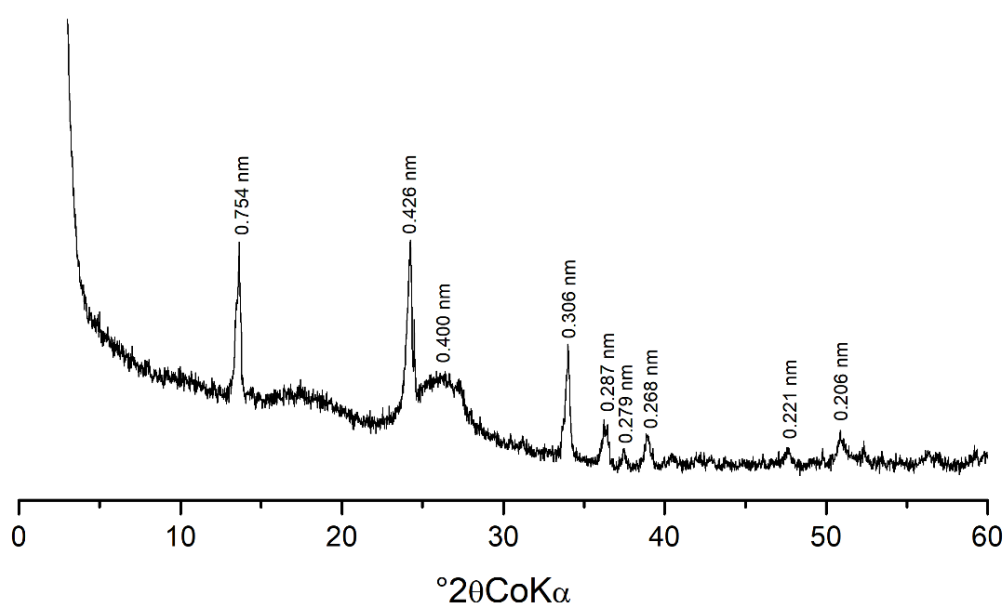


Figura 21. Difratomograma de raios X da cama de frango tratada com fosfogesso.

A cama de frango tratada com H_3BO_3 , S^0 e NBPT apresenta o mesmo padrão da cama sem aditivo (Figura 22). Pequenos picos na cama frango tratada com H_3BO_3 e S^0 sugerem a cristalização de minerais, mas não são indícios suficientes para identificá-los.

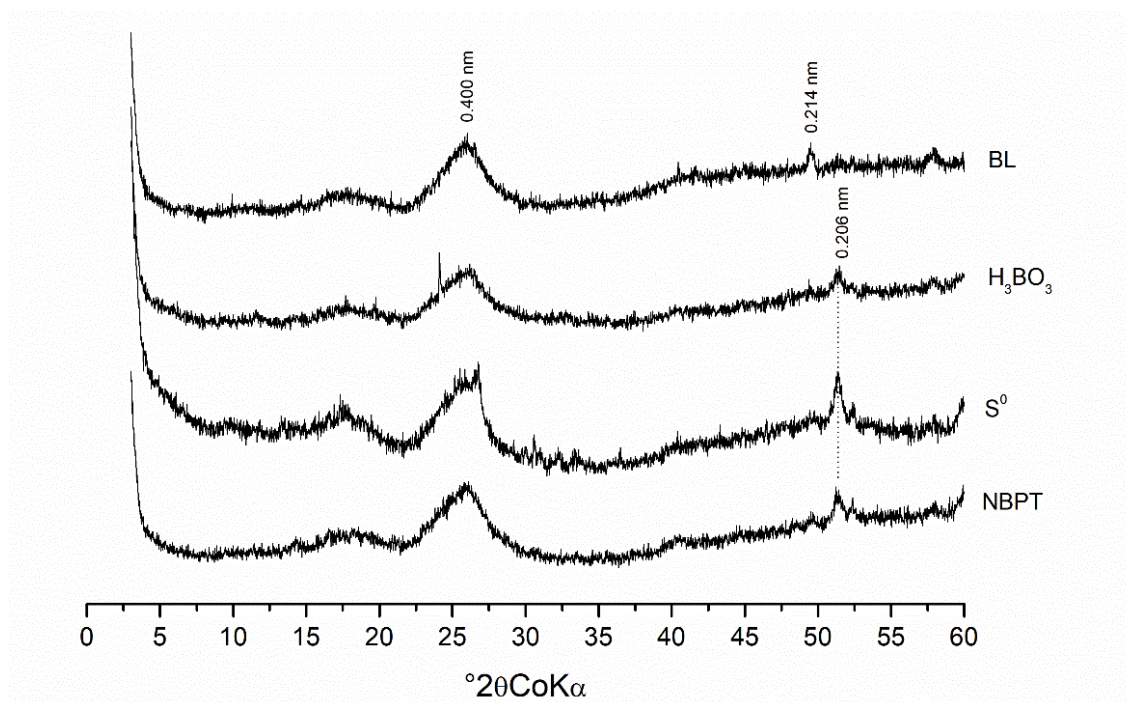


Figura 22. Difratogramas de raios X da cama de frango sem aditivo (BL) e tratada com H_3BO_3 , S^0 e NBPT.

O difratograma demonstrou que a cama tratada com $Al_2(SO_4)_3$ apresentou padrão típico, ao qual se superpõem as reflexões com ds iguais a 0,433; 0,328; 0,409 e 0,548 nm, mostrando a presença de Tschermigita, que é o sulfato de amônio e alumínio, cuja fórmula é $NH_4Al(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ (Figura 23).

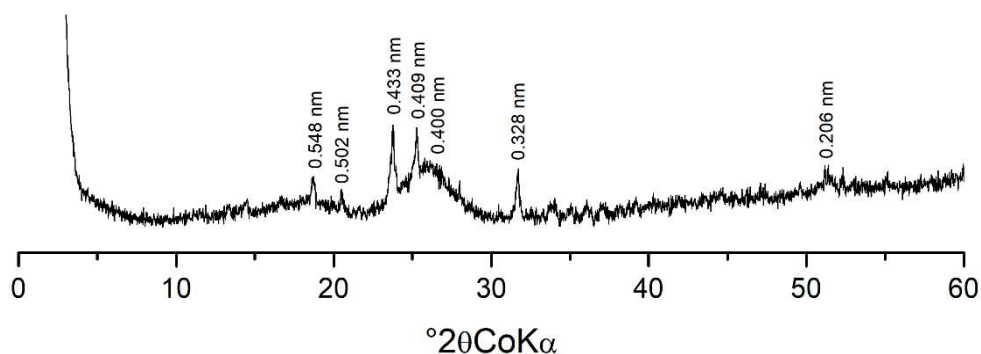


Figura 23. Difratoograma de raios X da cama de frango tratada com $Al_2(SO_4)_3$.

A cama tratada com $FeSO_4$ apresentou padrão típico, ao qual se superpõem as reflexões com ds iguais a 0,591; 0,569; 0,508; 0,307; 0,228; 0,198 e 0,182, característicos de Amôniojarosita [$NH_4Fe_3(SO_4)_2$] (Figura 10). Também foram observadas reflexões com ds iguais a 0,754; 0,426; 0,307 e 0,286 nm, característicos de Gipsita [$Ca(SO_4)_2 \cdot 2H_2O$] (Figura 24).

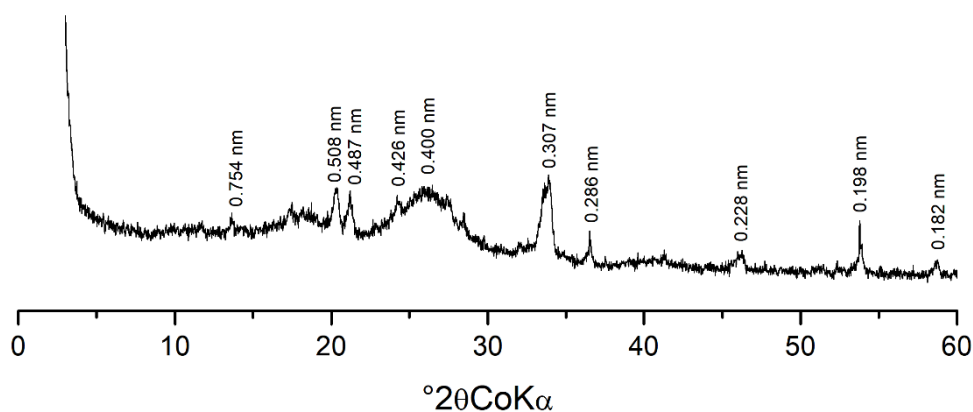


Figura 24. Difratoograma de raios X da cama de frango tratada com $FeSO_4$.

A cama que recebeu aplicação de sais combinados apresentou padrão típico, ao qual se superpõem diversas reflexões (Figura 25). Aquelas com os ds iguais a 0,490; 0,378; 0,325; 0,318 e 0,272 nm, pertencem à Melanterita, cuja fórmula é $(Fe, Cu, Zn)SO_4 \cdot 7H_2O$.

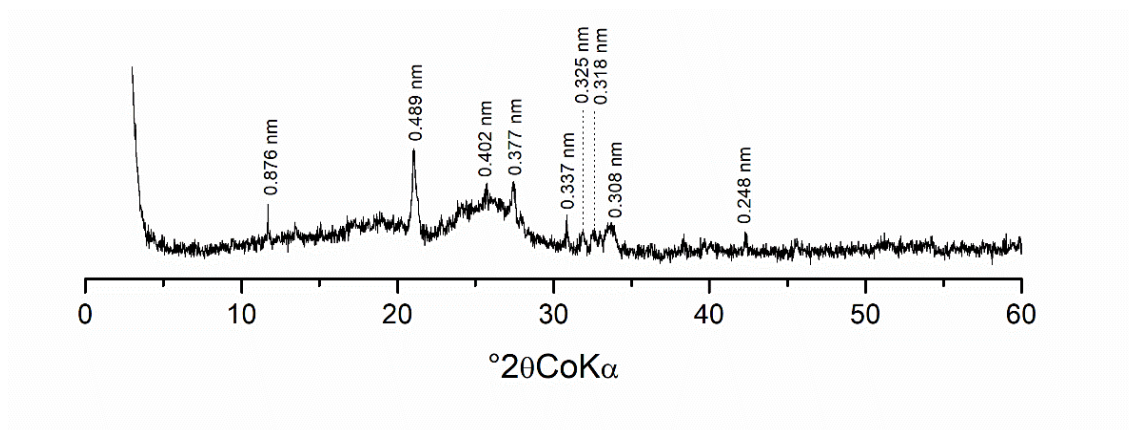


Figura 25. Difratoograma de raios X da cama de frango tratada com sais combinados.

Os teores de N total da cama de frango tratada com $Al_2(SO_4)_3$, S^0 , H_3BO_3 , $ZnSO_4$, $FeSO_4$, $CuSO_4$ e NBPT foram significativamente superiores ao obtido na cama sem aditivo químico (Tabela 13). Os teores de N nas camas que receberam aplicação de fosfogesso e sais combinados foram similares ao obtido na cama sem aditivo. As aplicações de fosfogesso e $Al_2(SO_4)_3$ aumentaram os teores de Ca e Al na cama, respectivamente. Houve aumento significativo do teor de S na cama de frango tratada com $Al_2(SO_4)_3$, fosfogesso, S^0 , $ZnSO_4$, $FeSO_4$ e sais combinados, comparativamente à cama sem aditivos. A aplicação de $Al_2(SO_4)_3$ proporcionou o maior valor médio de teor de S na cama. A aplicação de H_3BO_3 , $ZnSO_4$, $FeSO_4$ e $CuSO_4$ aumentou o teor de B, Zn, Fe e Cu na cama, respectivamente. Os teores de B, Zn, Fe e Cu na cama tratada com sais combinados foram significativamente maiores que o da cama sem aditivo.

Tabela 13. Características químicas da cama de frango tratada com aditivos químicos [$Al_2(SO_4)_3$, fosfogesso, S^0 , H_3BO_3 , $ZnSO_4$, $FeSO_4$, $CuSO_4$, sais combinados e NBPT] ou sem aplicação de aditivo

Tratamentos	N	Ca	Al	S	Fe	Zn	B	Cu
	g kg ⁻¹					mg kg ⁻¹		
$Al_2(SO_4)_3$	6,34 a	3,50 b	29,36 a	48,60 a	2,50 c	0,05 c	0,02 c	0,014 c
Fosfogesso	3,98 c	35,74 a	2,89 b	22,27 c	2,92 c	0,04 c	0,01 c	0,008 c
S^0	5,95 a	3,10 b	2,02 b	26,09 bc	1,57 c	0,04 c	0,01 c	0,009 c
H_3BO_3	6,19 a	2,32 b	2,38 b	1,33 d	1,59 c	0,02 c	6,81 a	0,008 c
$ZnSO_4$	6,15 a	2,05 b	2,48 b	29,81 bc	1,66 c	56,10 a	0,04 c	0,008 c
$FeSO_4$	6,42 a	2,39 b	3,11 b	31,84 bc	53,00 a	0,29 c	0,05 c	0,004 c
$CuSO_4$	5,90 a	1,64 b	2,56 b	5,51 d	1,82 c	0,02 c	0,01 c	8,728 a
Sais combinados	5,77 ab	2,48 b	2,71 b	33,88 b	29,75 b	30,82 b	4,00 b	4,550 b
NBPT	6,44 a	2,75 b	2,16 b	1,03 d	1,93 c	0,04 c	0,02 c	0,011 c
Ausência de aditivo	4,30 bc	2,87 b	2,39 b	0,59 d	2,06 c	0,03 c	0,01 c	0,008 c
CV (%)	12,07	20,85	30,27	23,01	27,56	15,22	34,57	22,50

Médias seguidas pela mesma letra em cada coluna não diferem entre si pelo teste de Tukey ($P < 0,05$).

4.6 DISCUSSÃO

4.6.1 Efeitos da aplicação de $Al_2(SO_4)_3$

A manutenção do pH ácido (3,49, em média) durante os 45 dias de incubação pode ser atribuído ao aumento da atividade de H^+ na cama (Moore Jr. et al., 2000) em função da hidrólise do Al^{3+} [$Al^{3+} + 3 H_2O \rightarrow Al(OH)_3 + 3 H^+$]. O $Al_2(SO_4)_3$ possui grande potencial de acidificação, uma vez que para cada mol a hidrólise produzirá seis mols de H^+ [$Al_2(SO_4)_3 + 6 H_2O \rightarrow 2 Al(OH)_3 + 3 SO_4^{2-} + 6 H^+$] (Moore Jr. et al., 2000). A acidificação desfavorece a mineralização dos compostos orgânicos nitrogenados (Rothrock Jr. et al., 2010) e altera o equilíbrio entre as formas de N amoniacais ($NH_3 + H^+ \leftrightarrow NH_4^+$) à favor da formação do NH_4^+ (Madrid et al., 2012), levando a redução da perda de NH_3 .

Ademais, a acidificação diminui a população microbiana (Choi et al., 2008), o que pode justificar a respiração basal extremamente baixa durante os primeiros 15 dias de incubação ($\leq 0,3 \text{ mg } C - CO_2 \text{ kg cama}^{-1} \text{ h}^{-1}$) e menor que aquela observada na cama sem aditivo ao longo de todo o período. Resultados anteriores demonstraram que a acidificação da cama reduziu a população de bactérias e fungos produtores de urease (Cook et al., 2008; Rothrock Jr. et al., 2010), o que permite supor que o estresse causado à microbiota seja a causa da menor atividade hidrolítica.

Mesmo que o teor de ureia na cama tratada com $Al_2(SO_4)_3$ tenha aumentado até o 18º dia incubação ($261,31 \mu\text{g g}^{-1}$), é importante considerar que nesse mesmo período o valor retido na cama que recebeu aplicação de NBPT foi maior ($906,02 \mu\text{g g}^{-1}$). Considerando que a concentração de ácido úrico da cama diminui ao longo do tempo (Mowrer et al., 2014) e que o $Al_2(SO_4)_3$ reduziu a atividade urease, esperava-se que a quantidade de ureia retida na cama tratada com esse aditivo fosse muito elevada. Porém, essa tendência não se confirmou, demonstrando que o $Al_2(SO_4)_3$ provavelmente reduziu a hidrólise do ácido úrico. Tal hipótese encontra suporte em resultados anteriores, onde se demonstrou que acidificação diminui população de microrganismos uricolíticos (Kim & Patterson, 2003) e a atividade da uricase (Nanda & Jagadeesh Babu, 2014).

A redução da volatilização de NH_3 e consequente aumento da retenção de N em cama de frango tratada com $Al_2(SO_4)_3$ é comumente associada aos efeitos indiretos que a acidificação

provoca sobre a comunidade microbiana (Madrid et al., 2012), atividade das enzimas hidrolíticas (Rothrock Jr. et al., 2010) e formação de NH_4^+ (Cook et al., 2011). Peak et al. (2002) também sugeriram que a cristalização de minerais de sulfato de amônio deve ser considerada como uma explicação para a diminuição das perdas de N. Os resultados apresentados demonstraram que na cama tratada com $Al_2(SO_4)_3$ houve formação de Tschermigita, um sulfato de amônio e alumínio, cuja fórmula é $NH_4Al(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$. Ao se considerar que a perda de N foi muito pequena e que a acidificação converteu a maior parte da NH_3 em NH_4^+ , é possível afirmar que a formação do mineral também contribuiu para o aumento da retenção de N na cama.

4.6.2. Efeitos da aplicação de Fosfogesso

A aplicação de fosfogesso não aumentou a retenção de N na cama. Os resultados demonstraram que a respiração basal e a atividade da urease na cama tratada com o aditivo mantiveram-se altas durante todo o período de incubação. Em consequência disso a perda de $N - NH_3$ foi muito elevada, tal como aquela observada na cama sem aditivos. Esses resultados são semelhantes aos de outros estudos, nos quais se demonstrou que a aplicação de gesso ($CaSO_4$) na cama de frango causa pequena acidificação (Loch et al., 2011; Burt et al., 2018), mas não diminui a emissão de $N - NH_3$ (Neme et al., 2000; Oliveira et al., 2004).

O teor final de ureia na cama tratada com fosfogesso foi similar ao da cama sem aditivo. Esse resultado está de acordo com o relato de Burt et al. (2017), onde se demonstrou que a aplicação de resíduo de gesso produzido por sistemas de dessulfurização diminuiu o teor de ureia na cama de frango. O pH próximo a 6,0 e a elevada respiração basal são evidências de que as condições química e microbiológica da cama tratada com fosfogesso favoreceram a hidrólise do ácido úrico e, conseqüentemente, aumentaram a produção de ureia na cama. Contudo, os resultados demonstraram que a atividade da urease permaneceu muito alta ao longo do tempo, o que favoreceu a hidrólise da ureia.

Maior atividade da urease é indicação de grande população de microrganismos ureolíticos e, conseqüentemente, de elevada emissão de NH_3 (Lanna et al., 2010). De fato, a respiração basal média da cama de frango que recebeu aplicação de fosfogesso ($5,13 \text{ mg } C - CO_2 \text{ kg}^{-1} \text{ h}^{-1}$) foi muito alta e similar àquela observada na cama sem aditivo ($5,28 \text{ mg } C - CO_2 \text{ kg}^{-1} \text{ h}^{-1}$), indicando que o aditivo não causou estresse à comunidade microbiana. Isso explica a elevada

volatilização de NH_3 (419,15 mg kg cama⁻¹) e, conseqüentemente, a menor retenção de N após 45 dias de incubação. Anteriormente, outros trabalhos também registraram elevadas emissões de NH_3 em cama de frango tratada com $CaSO_4$ (Loch et al. 2011; Neme et al., 2000; Oliveira et al., 2004).

4.6.3 Efeitos da aplicação de S^0

A acidificação da cama de frango tratada com S^0 pode ser explicada pelo aumento da atividade de H^+ devido a oxidação do S^0 à SO_4^{2-} ($2 S^0 + 2 H_2O + 3 O_2 \rightarrow 2 SO_4^{2-} + 4 H^+$) durante o processo de geração de energia pelos microrganismos. Essa hipótese está de acordo com o relato de Peak et al. (2002), no qual se demonstrou que a principal forma de enxofre na cama de frango tratada com aditivos químicos sulfurados é o SO_4^{2-} . Todavia, a acidificação da cama que recebeu aplicação do aditivo foi desprezível nos primeiros 15 dias de incubação (0,3 unidades de pH). Isso ocorreu porque a taxa de oxidação é muito lenta (Janzen, 1990), já que os cristais do enxofre padrão aplicado possuem uma superfície hidrofóbica (Janssen et al., 1999). Dado que não houve acidificação neste período, a emissão cumulativa de NH_3 na cama tratada com S^0 (66,31 mg kg⁻¹) foi semelhante àquela observada na cama sem aditivo (63,44 mg kg cama⁻¹). Ademais, ainda que a oxidação do S^0 tenha aumentado a atividade de H^+ , é importante considerar que a excreta contém bactérias acidófilas ou tolerantes a condições ácidas (Nodar et al., 1990), que seriam pouquíssimo afetadas pela pequena acidez gerada.

Até o 30º dia de incubação, a acidez gerada pela aplicação de S^0 não causou estresse aos microrganismos, como demonstrado pela elevada respiração basal. Esse resultado é semelhante ao de Mahimairaja et al. (1994), que observaram maior atividade microbiana em composto de cama de frango tratado com S^0 . É possível que o aumento do número de células microbianas esteja relacionado à elevada disponibilidade de S^0 para oxidação (García de la Fuente et al., 2007). Como esperado, o pico de emissão de CO_2 ocorreu simultaneamente ao de atividade da urease, já que a população microbiana regula a produção de enzimas hidrolíticas na cama (Rothrock Jr. et al., 2010). Em consequência disso, na mesma ocasião, houve a maior volatilização de $N - NH_3$ (17,65 mg kg cama⁻¹).

Imediatamente após esse período, ainda na cama tratada com aditivo, registraram-se reduções de 51,6 % na respiração basal e 39,8 % na atividade da urease. É possível admitir que a disponibilidade de S^0 para a produção de energia tenha se tornado um fator limitante ao crescimento e atividade microbiana o que, por consequência, reduziu a produção de urease na

cama. Em consequência disso e do progressivo aumento da atividade de H^+ , as perdas de $N - NH_3$ foram muito pequenas a partir de então. Resultados semelhantes foram obtidos em composto de cama de frango tratado com S^0 , onde se observou que grandes perdas iniciais de $N - NH_3$ são seguidas por uma diminuição abrupta da emissão entre o 5º e 10º dia após a aplicação do aditivo (Gu et al., 2018; Lu et al., 2018).

Nota-se que o teor de ureia de na cama tratada com S^0 diminuiu 37,5 % após o pico de atividade da urease. Porém, a quantidade de $N - NH_3$ volatilizada nesta ocasião foi muito pequena (4,67 mg kg cama⁻¹), provavelmente porque a acidificação da cama favoreceu sua conversão em NH_4^+ . Assim, dado que a grande quantidade de S^0 oxidado para sustentar a respiração provavelmente aumentou o teor de SO_4^{2-} na cama, é possível admitir que o N também foi retido na forma de $(NH_4)_2SO_4$. Isso proporcionou que a quantidade total de $N - NH_3$ volatilizada na cama que recebeu aplicação do aditivo fosse 78,63 % menor que aquela observada na cama sem aditivo.

4.6.4 Efeitos da aplicação de H_3BO_3

A redução da volatilização de NH_3 na cama de frango tratada com H_3BO_3 não pode ser associada à acidificação. O valor da constante de ionização do H_3BO_3 ($K_a = 5,8 \cdot 10^{-10}$; $pK_a = 9,24$) é alto; consequentemente, o ácido é fraco em solução aquosa, ou seja, possui baixa capacidade de sofrer ionização [$H_3BO_3 + H_2O \leftrightarrow B(OH)_4^- + H^+$] (Choi & Chen, 1979). Isso significa que nos valores de pH abaixo de 9,24, como aquele observado na cama que recebeu aplicação do aditivo, predomina sua forma indissociada (Parks & Edwards, 2005). Dessa forma, a acidez gerada não seria suficiente para acidificar a cama de frango ou afetar qualquer um dos processos que estejam associados à mineralização dos compostos orgânicos nitrogenados. Portanto, ao que tudo indica, o aumento da retenção de N na cama está relacionado ao B adicionado.

Ao longo do período de incubação, registraram-se dois picos de formação de ureia na cama tratada com H_3BO_3 . O primeiro ocorreu no 18º DAA e explica a subsequente perda cumulativa de $N - NH_3$. O segundo pico ocorreu aos 45 DAA, em consequência do abrupto aumento da atividade microbiana, como evidenciam as taxas de respiração basal observadas aos 30 e 35 DAA. Nesse contexto, é importante considerar que as condições química e microbiológica favoreciam a atividade da uricase (Nanda & Jagadeesh Babu, 2014), o que, teoricamente, se traduziria em aumento da quantidade de ureia na cama. Porém, mesmo que o

H_3BO_3 tenha se ligado ao sítio ativo da urease (Benini et al., 2004) e reduzido a atividade da enzima ao longo do tempo, o teor de ureia na cama que recebeu aplicação do aditivo foi semelhante ao da cama sem aditivo. Esse resultado não era esperado, uma vez que em condições análogas o NBPT reteve grande quantidade de ureia na cama.

Não havendo evidências de retenção de ácido úrico, é possível supor que o aumento da retenção de N está relacionado com a formação e bloqueio da mineralização de bases purínicas como a xantina. De fato, resultados apresentados por Mowrer et al. (2014) demonstraram que há aumento médio das concentrações iniciais de xantina na cama de frango durante os primeiros oito dias de incubação em condições laboratoriais. Nesse sentido, a redução da volatilização de NH_3 também pode ser explicada pela formação e posterior retenção de compostos na forma de purinas. Isso ocorre porque, após ser formada, a xantina teria sua mineralização impedida, pois o boro inibe a atividade da xantina oxidase (Roush & Norris, 1950), enzima do metabolismo energético dos frangos de corte que catalisa a oxidação de xantina em ácido úrico ($C_5H_4N_4O_2 + H_2O + O_2 \rightarrow C_5H_4N_4O_3 + H_2O_2$) (Carro et al., 2010).

4.6.5 Efeitos da aplicação de $ZnSO_4$

A acidificação da cama de frango tratada com $ZnSO_4$ pode ser explicada pelo aumento da atividade de H^+ em função da hidrólise do Zn^{2+} ($Zn^{2+} + 2H_2O \rightarrow Zn(OH)_2 + 2H^+$). Resultado semelhante foi encontrado no relato de Kim & Patterson (2003), onde se demonstrou que a aplicação de $ZnSO_4$ acidificou a cama de frango. Contudo, ainda que significativa, é importante mencionar que a diferença do valor de pH médio entre a cama tratada com $ZnSO_4$ e a cama sem aditivo foi muito pequena (0,5 unidades de pH). Cabe destacar que os valores mínimo e máximo registrados para essa diferença foram respectivamente iguais a 0,07 e 0,8 unidades de pH ao longo do tempo. Assim, considerando que a emissão cumulativa de $N - NH_3$ neste tratamento foi baixa e similar, é possível afirmar que a acidificação não foi o principal processo associado ao aumento da retenção de N na cama.

A baixa emissão de $N - NH_3$ está provavelmente associada aos efeitos do Zn^{2+} sobre os microrganismos mineralizadores de N e atividade de enzimas hidrolíticas. De fato, os resultados demonstraram que a aplicação de $ZnSO_4$ reduziu a respiração basal da cama de frango. A baixa emissão de CO_2 é um indicativo de condição de estresse sobre a biomassa microbiana (Gama-Rodrigues, 2008) e possivelmente está relacionada à redução da população de microrganismos uricolíticos (Kim & Patterson, 2003). Ademais, também é importante considerar que o Zn^{2+}

interage com resíduos aniônicos de aminoácidos nos sítios de ligação da uricase, reduzindo a atividade da enzima (Hunde et al., 2012) e, conseqüentemente, provocando a retenção de N na forma de ácido úrico (Kim & Patterson, 2003).

A baixa produção de ureia ao longo do tempo é um forte indício de que o aditivo reduziu a hidrólise de ácido úrico. Isso pode ter contribuído para potencializar a retenção de N na cama, uma vez que essa etapa da decomposição do N orgânico pode acarretar perda de $N - NH_3$. Outra evidência de elevada acumulação de ácido úrico é o aumento de 34,4 % do teor de ureia na cama imediatamente após o pico da respiração basal aos 30 DAA. Cabe ainda destacar que ao longo dos 45 dias de incubação a cama tratada com $ZnSO_4$ reteve $151,9 \mu g$ ureia g cama⁻¹ e registrou emissão cumulativa de $N - NH_3$ igual a $3,55 mg$ kg cama⁻¹. Isso demonstra que a redução da atividade da urease também contribuiu para a retenção de N na cama, provavelmente porque o Zn^{2+} inibiu a hidrólise (Zaborska et al., 2004).

4.6.6 Efeitos da aplicação de $FeSO_4$

A aplicação de $FeSO_4$ aumentou a retenção de N na cama de frango. Durante os 45 dias de incubação, a cama sem aditivo proporcionou uma perda cumulativa de $N - NH_3$ igual a $535,33 mg$ kg^{-1} , ao passo que não houve emissão de $N - NH_3$ na cama de frango tratada com o aditivo. A redução da perda de N e correspondente aumento de sua retenção na cama podem ser atribuídos aos efeitos diretos e indiretos da acidificação sobre a população microbiana e atividade enzimática. A acidificação e redução da emissão de $N - NH_3$ em cama de frango tratada com $FeSO_4$ está amplamente documentada na literatura (Kim et al., 2011; Li et al., 2008; Moore Jr. & Miller, 1994; Moore Jr. et al., 1995).

Após a dissociação do $FeSO_4$, os íons H^+ oriundos da hidrólise do Fe^{2+} [$Fe^{2+} + 2H_2O \rightarrow Fe(OH)_2 + 2H^+$] provocaram intensa acidificação da cama ao longo dos 45 dias de incubação. Em consequência do estresse que acidificação provoca nos microrganismos (Kim & Patterson, 2003), a respiração basal média da cama de frango tratada com $FeSO_4$ foi menor que aquela observada na cama sem aditivos. Esses resultados são semelhantes aos de relatos anteriores, nos quais se demonstrou que a redução da volatilização de $N - NH_3$ está relacionada aos efeitos provocados pelo aumento da acidificação sobre a atividade dos microrganismos na cama de frango (Choi et al., 2008; Kim et al., 2011; Palii et al., 2019).

A aplicação de $FeSO_4$ reduziu a atividade média da urease, conquanto não aumentou o teor final de ureia na cama. Esses resultados estão inter-relacionados, uma vez que a produção

de urease pelos microrganismos responde ao substrato ureia como agente indutor (Mobley & Hausinger, 1989). Diante disso e considerando que não houve perda de $N - NH_3$, pode-se supor que as condições química e microbiológica favoreceram a retenção de ácido úrico na cama. Resultados anteriores demonstraram que a acidificação também pode diminuir a população de microrganismos uricolíticos (Kim & Patterson, 2003) e a atividade da uricase (Nanda & Jagadeesh Babu, 2014) na cama de frango, processos que, teoricamente, desfavorecem a hidrólise do ácido úrico.

É importante considerar que o teor de ureia na cama aumentou até 18º dia após a aplicação do $FeSO_4$. Para isso, uma pequena quantidade de ácido úrico foi hidrolisada e, possivelmente, houve emissão de NH_3 . No entanto, dado a elevada acidez da cama, é provável que toda a NH_3 produzida ao longo do período de incubação tenha sido convertida em NH_4^+ . A formação de NH_4^+ em cama de frango acidificada por $FeSO_4$ foi anteriormente confirmada em trabalho realizado por Moore Jr. et al. (1995). Isso explica o aparecimento de picos indicativos de Amôniojarosita [$NH_4Fe_3(SO_4)_2$], mineral que precipita em soluções sulfúricas que contém NH_4^+ e elevadas concentrações de Fe^{3+} e SO_4^{2-} (Limpo et al., 1976).

4.6.7 Efeitos da aplicação de $CuSO_4$

Na cama de frango tratada com $CuSO_4$, o aumento da retenção de N resulta de diversos processos que contribuíram para a redução da mineralização dos compostos nitrogenados. No que refere à acidificação da cama, os resultados demonstraram que a aplicação de $CuSO_4$ proporcionou um valor de pH médio menor que o observado na cama sem aditivo, não obstante seu efeito sobre a acidificação tenha decrescido ao longo do tempo. A acidificação da cama de frango tratada com $CuSO_4$ tem sua origem na hidrólise do Cu^{2+} dissociado do aditivo [$Cu^{2+} + 2H_2O \rightarrow Cu(OH)_2 + 2H^+$] e foi semelhante à obtida no trabalho de Younis et al. (2016). A dose de $CuSO_4$ aplicada na cama, menor que a dos demais aditivos, não impediu o aumento do pH ao longo do tempo, mas manteve seu valor ácido (< 5,0) até o final do período de incubação.

A quantidade de $N - NH_3$ volatilizada na cama tratada com $CuSO_4$ foi irrisória (9,84 mg kg cama⁻¹) se comparada àquela observada na cama sem aditivo químico (535,33 mg kg cama⁻¹). Esse resultado está de acordo com o relato de Medeiros et al. (2008), no qual se demonstrou que o $CuSO_4$ pode ter uma eficiência de redução da volatilização de $N - NH_3$ superior a 70 %. Além da retenção de N na forma de NH_4^+ em função da acidificação ($NH_3 + H^+ \leftrightarrow NH_4^+$), outros mecanismos também podem ter colaborado para diminuir as perdas de N na cama. Como

demonstrado, a aplicação de $CuSO_4$ também reduziu a respiração basal na cama. Considerando que a respiração quantifica a atividade dos microrganismos, mensurada pela emissão de CO_2 resultante da atividade microbiológica (Gama-Rodrigues, 2008), é possível admitir que o $CuSO_4$ tenha reduzido a população de fungos e bactérias produtores de uricase e urease.

A redução da atividade da urease na cama de frango tratada com $CuSO_4$ demonstra que o bloqueio da enzima também contribuiu para o aumento da retenção de N. Neste caso, especificamente, o efeito pode ser atribuído às alterações que o Cu^{2+} provoca no sítio ativo da urease, inibindo sua atividade (Yan-Qing & Hong-Mei, 2012). O aumento da retenção de ureia na cama, que variou de 59,5 à 241,6 mg kg⁻¹ entre o 9º e 45º DAA, sem que tenha havido correspondente aumento da emissão cumulativa de $N - NH_3$ corrobora essa hipótese. Ademais, é importante mencionar que o aumento da retenção de N também pode ser atribuído à redução da hidrólise do ácido úrico. Resultados anteriores demonstraram que o $CuSO_4$ pode inibir aproximadamente 90 % da atividade da uricase em cama de frango (Kim & Patterson, 2003), em função do bloqueio da enzima pelo Cu^{2+} (Anderson & Vijayakumar, 2011) dissociado do aditivo.

4.6.8 Efeitos da aplicação de NBPT

A aplicação de NBPT reduziu a atividade da urease na cama de frango e, consequentemente, a perda de $N - NH_3$. Considerando que o aditivo não acidificou a cama, pode-se afirmar que o bloqueio da urease é o principal processo associado ao aumento da retenção de N na cama. Nota-se que o efeito do aditivo sobre a atividade da urease diminuiu ao longo tempo, possibilitando que grande quantidade de ureia fosse hidrolisada. Assim, dado que o pH favorecida a conversão do NH_4^+ , perdas crescentes de $N - NH_3$ foram registradas a partir do 15º DAA. Esses resultados estão de acordo com relatos anteriores, nos quais foi demonstrado que o NBPT não acidifica a cama de frango, mas reduz a volatilização de $N - NH_3$ (Sing et al., 2009), aumentando, consequentemente, a retenção de N na cama de frango (Cook et al., 2011).

A molécula do N-(n-butil) tiofosfórico triamida (NBPT) tem forma análoga à ureia e atua saturando os sítios ativos da urease. Imediatamente após sua aplicação, o produto é convertido em seu análogo de oxigênio fosfato de N-n-butiltriamida (NBPTO) (Engel et al., 2015). Em ambientes ácidos ou neutros, como aquele da cama que recebeu aplicação do aditivo (pH médio igual a 6,04), o NBPTO se liga a três pontos do sítio ativo da urease: nos dois átomos de Ni e no átomo de O do grupo carbamato (Manunza et al., 1999). Esse vínculo impede que a ureia se

ligue ao sítio ativo da enzima, retardando sua hidrólise e, conseqüentemente, a perda de $N - NH_3$ (Cantarella et al., 2018). Contudo, os resultados demonstraram que seu efeito sobre a inibição da urease em cama de frango pode se limitar às primeiras semanas após a aplicação, provavelmente em função do baixo tempo de meia vida do aditivo (Engel et al., 2013).

No presente estudo, o NBPT manteve a atividade da urease muito baixa até o 18º dia de incubação. Em face desse efeito e da conseqüente retenção de ureia na cama ao longo do mesmo período, pode-se afirmar que as condições químicas e microbiológicas possibilitaram a hidrólise do ácido úrico. Os elevados valores de pH e de respiração basal corroboram essa hipótese. Ao que tudo indica, uma vez que a população de microrganismos uricolíticos é muito alta nas primeiras semanas de incubação (Rothrock Jr. et al., 2010) e que o pH da cama favorecia elevada atividade da uricase (Nanda & Jagadeesh Babu, 2014), a maior parte do ácido úrico foi hidrolisado. Assim, dado que a urease estava bloqueada pelo NBPT, grande quantidade de N permaneceu retido na forma de ureia.

A atividade hidrolítica aumentou conforme o efeito do aditivo sobre o bloqueio da urease decrescia. Ao longo de todo o período de incubação, a atividade da urease aumentou 53,8 %, o que resultou numa redução do teor de ureia equivalente a 638,83 $\mu\text{g g}^{-1}$. Em razão do elevado valor de pH, grande parte do N proveniente da ureia hidrolisada foi perdido via volatilização de $N - NH_3$. No entanto, ainda que tenha registrado uma perda cumulativa de 159,48 mg $N - NH_3 \text{ kg}^{-1}$, esta quantidade é 70,21 % menor que aquela observada na cama sem aditivo. Isso demonstra que o NBPT pode aumentar a retenção de N na cama, ainda que sua eficácia sobre o bloqueio da urease diminua ao longo do tempo. É possível que esse resultado esteja relacionado ao fato de que a degradação do NBPT é muito lenta em valores de pH elevados (Engel et al., 2013), como os verificados na cama que recebeu aplicação deste aditivo (6,04, em média).

4.6.9 Efeitos da aplicação de sais combinados

O aumento da retenção de N foi proporcionado pelo efeito sinérgico resultante da aplicação combinada de H_3BO_3 , $ZnSO_4$, $FeSO_4$ e $CuSO_4$ sobre os processos que regulam a perda de $N - NH_3$ na cama. Os resultados demonstraram que os sais acidificaram a cama, reduziram a respiração basal e a atividade da urease. Também houve um pequeno incremento do teor de ureia ao longo do período de incubação (121,13 $\mu\text{g g}^{-1}$) que, todavia, não se traduziu em perda de $N - NH_3$. Posto isso, é evidente que a aplicação dos sais combinados desfavoreceu

os processos químicos e microbiológicos associados a decomposição dos compostos orgânicos nitrogenados.

A redução da emissão de $N - NH_3$ é um efeito indireto da acidificação causada pelos sais combinados. Ela tem sua origem no aumento da atividade de H^+ em função da hidrólise dos cátions dissociados do $ZnSO_4$ (Kim & Patterson, 2003), $FeSO_4$ (Moore Jr. et al., 1995) e $CuSO_4$ (Younis et al., 2016). A acidificação altera o equilíbrio entre as formas de N amoniacal na cama ($NH_3 + H^+ \leftrightarrow NH_4^+$) à favor da formação de NH_4^+ (Cook et al., 2011) e, consequentemente, aumenta a retenção de N (Moore Jr. et al., 1995). No entanto, é provável que a amonificação não seja o principal processo responsável pelo aumento da retenção de N na cama tratada com sais combinados. O pequeno aumento da formação de ureia na cama, sem que haja correspondente emissão de NH_3 e sob baixa atividade da urease ao longo do tempo, são indícios de que pouco NH_4^+ foi produzido.

O aditivo foi aplicado em cama simulada, onde a proporção de ácido úrico é muito maior que aquela verificada em cama de frango oriunda de ambiente de produção comercial. Assim, considerando que a aplicação de sais combinados aumentou os teores de cobre, ferro e zinco na cama, além de tê-la acidificado, pode-se assumir que a uricase foi inibida. Essa hipótese pode ser confirmada pelo baixo teor de ureia na cama ao longo de todo o período de incubação. Cobre, ferro e zinco são reconhecidos por sua capacidade de bloquear a uricase microbiana de cama de frango e, consequentemente, inibir a hidrólise do ácido úrico (Kim & Patterson, 2003; Anderson & Vijayakumar, 2011; Hunde et al., 2012). Além disso, atividade da enzima é reduzida pela acidificação (Anderson & Vijayakumar, 2011).

Os resultados da respiração basal demonstraram que a acidificação e o aumento dos teores de boro, zinco, ferro e cobre, provocaram estresse à comunidade microbiana. O aumento do teor de cátions ocorreu proporcionou a formação de melanterita $[(Fe, Cu, Zn)SO_4 \cdot 7H_2O]$ e, provavelmente, alterou o potencial osmótico do meio. Mudanças na osmolalidade que tornem o ambiente externo hipertônico provocam plasmólise (Sleator & Hill, 2001) e morte nos casos em que a membrana celular não funciona mais como uma barreira seletiva (Korber et al., 1996). Isso pode explicar a respiração basal extremamente baixa e constante ao longo do tempo na cama que recebeu aplicação de sais combinados. Assumindo que a consequência direta da redução da população microbiana é a menor produção das enzimas que hidrolisam os compostos orgânicos nitrogenados (Rothrock Jr. et al., 2010), pode-se afirmar que o estresse causado na comunidade microbiana teve grande contribuição para o aumento da retenção de N na cama.

4.7 CONCLUSÕES

As aplicações de $Al_2(SO_4)_3$, S^0 , H_3BO_3 , $ZnSO_4$, $FeSO_4$, $CuSO_4$, sais combinados e NBPT reduziram a volatilização de $N - NH_3$ e, conseqüentemente, aumentaram a retenção de N na cama de frango. O uso de fosfogesso não se mostrou eficaz para reduzir a perda de $N - NH_3$.

Os aditivos $Al_2(SO_4)_3$ e $FeSO_4$ acidificaram a cama e, por consequência, reduziram a respiração basal e atividade da urease. As aplicações de $ZnSO_4$ e $CuSO_4$ acidificaram a cama e reduziram a perda de $N - NH_3$. Na cama tratada com $ZnSO_4$, o aumento do teor de Zn^{2+} e a redução da atividade da urease não acarretaram aumento do teor de ureia. O aumento das concentrações de Zn^{2+} e Cu^{2+} juntamente à redução da atividade da urease não alteraram o teor final de ureia na cama.

A combinação de elevada atividade microbiana e lenta acidificação favoreceu a emissão de NH_3 na cama tratada com S^0 . A retenção de N nas camas tratadas com H_3BO_3 e NBPT não pode ser associada à acidificação. O NBPT inibiu a atividade da urease e provocou grande acúmulo de ureia na cama, mas possibilitou gradual perda de $N - NH_3$ à medida em que sua eficiência decaiu ao longo do tempo. Na cama tratada com H_3BO_3 , onde houve simultânea redução das taxas de respiração basal e de atividade da urease, a quantidade de $N - NH_3$ volatilizada foi irrelevante.

Na cama que recebeu aplicação de sais combinados, a baixa emissão de NH_3 resultou do efeito sinérgico entre os sais, que levaram a acidificação, redução da atividade microbiana e da atividade da urease. A precipitação ou insolubilização com a conseqüente formação de novos minerais também pode ser sugerida como um processo que favorece a retenção de N na cama.

4.8 REFERÊNCIAS

- Anderson A, Vijayakumar S. Purification and optimization of uricase enzyme produced by *Pseudomonas aeruginosa*. J Exp Sci. 2011; 2:5-8.
- Avila VS, Oliveira U, Figueiredo EAP, Costa CAF, Abreu VMN, Rosa OS. Avaliação de materiais alternativos em substituição à maravalha como cama de aviário. Rev Bras de Zootec. 2008; 37:273-77. <https://doi.org/10.1590/S1516-35982008000200013>
- Benini S, Rypniewski WR, Wilson KD, Mangani S, Ciurli S. Molecular details of urease inhibition by boric acid: insights into the catalytic mechanism. J Am Chem Soc. 2004; 126:3714-715. <https://doi.org/10.1021/ja049618p>
- Burt CD, Cabrera ML, Rothrock Jr. MJ, Kissel DE. Flue-gas desulfurization gypsum effects on urea-degrading bacteria and ammonia volatilization from broiler litter. Poult Sci. 2017; 0:1-8. <http://dx.doi.org/10.3382/ps/pex044>
- Burt CD, Cabrera ML, Rothrock Jr MJ, Kissel DE. Urea hydrolysis and calcium carbonate precipitation in gypsum-amended broiler litter. J Environ Qual. 2018; 47:162-69. <https://doi.org/10.2134/jeq2017.08.0337>
- Cantarella H, Otto R, Soares JR, Silva AGB. Agronomic efficiency of NBPT as a urease inhibitor: a review. J Adv Res. 2018; 13:19-27. <https://doi.org/10.1016/j.jare.2018.05.008>
- Carlile FS. Ammonia in poultry houses: a literature review. Worlds Poult Sci J. 1984; 40: 99-113. <https://doi.org/10.1079/WPS19840008>
- Carro MD, Falkenstein E, Radke WJ, Klandorf H. Effects of allopurinol on uric acid concentrations, xanthine oxidoreductase activity and oxidative stress in broiler chickens. Comp Biochem Physiol C. 2010; 151: 12-17. <https://doi.org/10.1016/j.cbpc.2009.07.010>
- Cauwenberghe SV, Burnham D. New developments in amino acid and protein nutrition of poultry, as related to optimal performance and reduced nitrogen excretion. 13th European Symposium Poultry Nutrition. Blankenberg, Belgium. 2001.
- Cemek B, Kucuktopcu E, Demir Y. Determination of spatial distribution of ammonia levels in broiler houses. Agron Res. 2016; 14:359-36.

- Chakraborti R, Pramanik PS, Panday G, Kumar S, Gautam P, Gupta V, Singh B. Effect of alum treated litter in reduction of ammonia, pH, and moisture level of poultry litter and its effect on the broiler performance. *J Pharmacogn Phytochem*. 2018; 1:1084-87.
- Choi WW, Chen KY. Evaluation of boron removal by adsorption on solids. *Environ Sci Technol*. 1979; 13:189-96. <https://doi.org/10.1021/es60150a012>
- Choi IH, Kim JN, Kwon YM. Effects of chemical treatments on pH and bacterial population in poultry litter: a laboratory experiment. *Br Poult Sci*. 2008; 49:497-501, 2008.
- Cook KL, Rothrock Jr. MJ, Eiteman MA, Lovanh N, Sistani K. Evaluation of nitrogen retention and microbial populations in poultry litter treated with chemical, biological or adsorbent amendments. *J Environ Manage*. 2011; 92:1760-66, 2011.
- Cook KL, Rothrock Jr. MJ, Warren JG, Sistani KR, Moore Jr. PA. Effect of alum treatment on the concentration of total and ureolytic microorganisms in poultry litter. *J Environ Qual*. 2008; 37:2360-67. <https://doi.org/10.2134/jeq2008.0024>
- David B, Mejdell C, Michel V, Lund V, Moe RO. Air Quality in alternative housing systems may have an impact on laying hen welfare. Part II - Ammonia. *Animals*. 2015; 5:886-96. doi:10.3390/ani5030389
- Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária - EMBRAPA. Manual de métodos de análise de solo. 3ª ed. Brasília: EMBRAPA; 2017.
- Engel RE, Williams E, Wallander R, Hilmer J. Apparent persistence of N-(n-butyl) thiophosphoric triamide is greater in alkaline soils. *Soil Sci Soc Am J*. 2013; 77: 1424-429. <https://doi.org/10.2136/sssaj2012.0380>
- Engel RE, Towey BD, Gravens E. Degradation of the urease inhibitor NBPT as affected by soil pH. *Soil Sci Soc Am J*. 2015; 79:1674-683. <https://doi.org/10.2136/sssaj2015.05.0169>
- Ferreira DF. *Sisvar: a Guide for its Bootstrap procedures in multiple comparisons*. Ciênc Agrotec. 2014; 38:109-12. <http://dx.doi.org/10.1590/S1413-70542014000200001>
- Gama-Rodrigues EF, Gama-Rodrigues AC. Biomassa microbiana e ciclagem de nutrientes. In: Santos GA, Silva LS, Canellas LP, Camargo FAO, editores. *Fundamentos da matéria orgânica do solo: ecossistemas tropicais e subtropicais*. Porto Alegre: Gênese, 2008. p. 159-170.
- García de la Fuente R, Carrión C, Botella S, Fornes F, Noguera V, Abad M. Biological oxidation of elemental sulphur added to three composts from different feedstocks to reduce their pH for

horticultural purposes. *Bioresour Technol.* 2007; 98:3561-569.
<https://doi.org/10.1016/j.biortech.2006.11.008>

Koerkamp PWGG, Metz JHM, Uenk GH, Phillips VR, Holden MR, Sneath RW, Short JL, White RP, Hartung J, Seedorf J, Linkert KH, Pedersen S, Takai H, Johnsen JO, Wathe CM. Concentrations and emissions of ammonia in livestock buildings in northern Europe. *J Agric Eng Res.* 1998; 70:79-95.

Gu W, Sun W, Lu Y, Li X, Xu P, Xie K, Sun L, Wu H. Effect of *Thiobacillus thioparus* 1904 and sulphur addition on odour emission during aerobic composting. *Bioresour Technol.* 2018; 249:254-60. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2017.10.025>

Hernandes R, Cazetta JO, Moraes VMB. Frações nitrogenadas, glicídicas e amônia liberada pela cama de frangos de corte em diferentes densidades e tempos de confinamento. *Rev Bras Zootec.* 2002; 31:1795-802. <https://doi.org/10.1590/S1516-35982002000700023>

Hunde A, Patterson P, Ricke S, Kim WK. Supplementation of poultry feeds with dietary zinc and other minerals and compounds to mitigate nitrogen emissions - a review. *Biol Trace Elem Res.* 2012; 147:386-94. <https://doi.org/10.1007/s12011-011-9310-8>

Janssen AJH, Lettinga G, Keizer A. Removal of hydrogen sulphide from wastewater and waste gases by biological conversion to elemental sulphur colloidal and interfacial aspects of biologically produced. *Colloids Surf A Physicochem Eng Asp.* 1999; 151:389-97. [https://doi.org/10.1016/S0927-7757\(98\)00507-X](https://doi.org/10.1016/S0927-7757(98)00507-X)

Janzen HH. Elemental sulfur oxidation as influenced by plant growth and degree of dispersion within soil. *Can J Soil Sci.* 1990; 70:499-502. <https://doi.org/10.4141/cjss90-049>

Kim SC, Yi SJ, Choi IH. Reducing volatile fatty acids in poultry litter with chemical additives: a laboratory experiment. *J Poult Sci.* 2011; 48:139-43. <http://dx.doi.org/10.2141/jpsa.010071>

Kim WK, Patterson PH. Effect of minerals on activity of microbial uricase to reduce ammonia volatilization in poultry manure. *Poultry Sci.* 2003; 82:223-31. <https://doi.org/10.1093/ps/82.2.223>

Korber DR, Choi A, Wolfaardt GM, Caldwell DE. Bacterial plasmolysis as a physical indicator of viability. *Appl Environ Microbiol.* 1996; 62:3939-947. <https://doi.org/10.1128/AEM.62.11.3939-3947.1996>

Lanna AC, Silveira PM, Silva MB, Ferraresi TM, Kliemann HJ. Atividade de urease no solo com feijoeiro influenciada pela cobertura vegetal e sistemas de plantio. *Rev Bras Cienc Solo.* 2010; 34:1933-939. <https://doi.org/10.1590/S0100-06832010000600018>

- Li H, Xin H, Liang Y, Burns RT. Reduction of ammonia emissions from stored laying hen manure through topical application of zeolite, Al⁺Clear, Ferix-3, or Poultry Litter Treatment. *J Appl Poult Res*. 2008; 17:421-31. <https://doi.org/10.3382/japr.2007-00076>
- Limpo JL, Luis A, Siguin D, Hernandez A. Cinetica y mecanismo de la precipitacion del hierro como jarosita. *Rev de Metal*. 1976; 12:123-35.
- Loch FC, Oliveira MC, Silva D, Gonçalves BN, Faria BF, Menezes JFS. Quality of poultry litter submitted to different treatments in five consecutive flocks. *R Bras Zootec*. 2011; 40:1025-30. <https://doi.org/10.1590/S1516-35982011000500013>
- Lu Y, Gu W, Xu P, Xie K, Li X, Sun L, Wu H, Shi C, Wang D. Effects of sulphur and *Thiobacillus thioparus* 1904 on nitrogen cycle genes during chicken manure aerobic composting. *Waste Manage*. 2018; 80:10-16. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2018.08.050>
- Madrid J, López MJ, Orengo J, Martínez S, Valverde M, Megías MD, Hernández F. Effect of aluminum sulfate on litter composition and ammonia emission in a single flock of broilers up to 42 days of age. *Animal*. 2012; 6:1322-29. <https://doi.org/10.1017/S1751731112000158>
- Mahimairaja S, Bolan NS, Hedley MJ, Macgregor AN. Losses and transformation of nitrogen during composting of poultry manure with different amendments: An incubation experiment. *Bioresource Technology*. 1994; 47: 265-73. [https://doi.org/10.1016/0960-8524\(94\)90190-2](https://doi.org/10.1016/0960-8524(94)90190-2)
- Manunza B, Deiana S, Pintore M, Gessa C. The binding mechanism of urea, hydroxamic acid and N-(N-butyl)-phosphoric triamide to the urease active site. A comparative molecular dynamics study. *Soil Biol Biochem*. 1999; 31:789-796. [https://doi.org/10.1016/S0038-0717\(98\)00155-2](https://doi.org/10.1016/S0038-0717(98)00155-2)
- Medeiros BR, Santos BJM, Freitas M, Silva OA, Alves FF, Ferreira E. A adição de diferentes produtos químicos e o efeito da umidade na volatilização de amônia em cama de frango. *Cienc. Rural*. 2008; 38:2321-26. <https://doi.org/10.1590/S0103-84782008000800035>
- Mobley HLT, Hausinger RP. Microbial ureases: significance, regulation, and molecular characterization. *Microbiol Rev*. 1989; 53:85-108.
- Moore Jr. PA, Daniel TC, Edwards DR. Reducing phosphorus runoff and inhibiting ammonia loss from poultry manure with aluminum sulfate. *J Environ Qual*. 2000; 29:37-49. <https://doi.org/10.2134/jeq2000.00472425002900010006x>

Moore Jr. PA, Daniel TC, Edwards DR, Miller DM. Effect of chemical amendments on ammonia volatilization from poultry litter. *J Environ Qual*. 1995; 24: 293-300. <https://doi.org/10.2134/jeq1995.00472425002400020012x>

Moore Jr. PA, Edwards DR. Long-term effects of poultry litter, alum-treated litter, and ammonium nitrate on aluminum availability in soils. *J Environ Qual*. 2005; 34:2104-11. <https://doi.org/10.2134/jeq2004.0472>

Moore Jr. PA, Miles D, Burns R, Pote D, Berg K, Choi H. Ammonia emission factors from broiler litter in barns, in storage, and after land application. *J Environ Qual*. 2011; 40:1395-1404. <https://doi.org/10.2134/jeq2009.0383>

Moore Jr. PA, Miller DM. Decreasing phosphorus solubility in poultry litter with aluminum, calcium, and iron amendments. *J Environ Qual*. 1994; 23:325-30. <https://doi.org/10.2134/jeq1994.00472425002300020016x>

Mowrer J, Cabrera M, Rasmussen T, Cassity-Duffey K. Nitrogen in stored poultry litter: uric acid and xanthine. *J Environ Qual*. 43:2137-45, 2014. <https://doi.org/10.2134/jeq2014.05.0240>

Mulvaney RL, Bremner JM. A modified diacetyl monoxime method for colorimetric determination of urea and soil extracts. *Comm Soil Sci Plant Anal*. 1979; 10:1163-70. <https://doi.org/10.1080/00103627909366969>

Nahm KH. Environmental effects of chemical additives used in poultry litter and swine manure. *Crit Rev Environ Sci Technol*. 2005; 35:487-513.

Nanda P, Jagadeesh Babu PE. Isolation, screening and production studies of uricase producing bacteria from poultry sources. *Prep Biochem Biotechnol*. 2014; 44:811-21. <https://doi.org/10.1080/10826068.2013.867875>

Neme R, Sakomura NK, Oliveira MDS, Longo FA, Figueiredo AN. Adição de gesso agrícola em três tipos de cama de aviário na fixação de nitrogênio e no desempenho de frango de corte. *Cienc. Rural*. 2000; 30:687-92. <https://doi.org/10.1590/S0103-84782000000400022>

Nodar R, Acea MJ, Carballas T. Microbial composition of poultry excreta. *Biol. Wastes*. 1990; 33:95-105. [https://doi.org/10.1016/0269-7483\(90\)90150-Q](https://doi.org/10.1016/0269-7483(90)90150-Q)

Novais RF, Neves JCL, Barros NF. Ensaio em ambiente controlado. In: Oliveira AJ, Garrido WE, Araujo JD, Lourenço S, editores. *Métodos de Pesquisa em Fertilidade do Solo*. Brasília: EMBRAPA; 1991, p. 189-198. (Documentos, 3).

- Oliveira MC, Ferreira HA, Cancherini LC. Efeito de condicionadores químicos sobre a qualidade da cama de frango. *Arq Bras Med Vet Zootec.* 2004; 56:536-41. <http://dx.doi.org/10.1590/S0102-09352004000400016>
- Palii AP, Lukyanov IM, Kovalchuk AO, Denicenکو SA, Kalabska VS, Ivashchenko SG, Boyko YA, Sychova TO, Diachuk PV, Mitiashkina TY, Paliy AP. Efficiency of various reagents on ammonia reduction in litter removal from belt conveyors for battery cages. *Ukr J Ecol.* 2019; 9:571-577. https://doi.org/10.15421/2019_792
- Parks JL, Edwards M. Boron in the Environment. *Crit Rev Environ Sci Technol.* 2005; 35:81-114. <https://doi.org/10.1080/10643380590900200>
- Peak D, Sims JT, Sparks DL. Solid-state speciation of natural and alum-amended poultry litter using XANES spectroscopy. *Environ Sci Technol.* 2002; 36:4253-61. <https://doi.org/10.1021/es025660d>
- Ritz CW, Fairchild BD, Lacy MP. Implications of ammonia production and emissions from commercial poultry facilities: a review. *J Appl Poult Res.* 2004; 13:684-692. <https://doi.org/10.1093/japr/13.4.684>
- Rothrock Jr. MJ, Cook KL, Warren JG. Microbial mineralization of organic nitrogen forms in poultry litters. *J Environ Qual.* 2010; 39:1848-57. <https://doi.org/10.2134/jeq2010.0024>
- Roush A, Norris E. The inhibition of xanthine oxidase by borates. *Arch. Biochem. Biophys.* 1950; 29:344-47.
- Silva EE, Azevedo PHS, De-Polli H. Determinação da respiração basal (RBS) e quociente metabólico do solo (qCO_2). Seropédica: Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária; 2007. (Comunicado técnico, 99).
- Silva YL, Rodrigues PB, Freitas RTF, Zangeronimo MG, Fialho ET. Níveis de proteína e fósforo em rações com fitase para frangos de corte, na fase de 14 a 21 dias de idade. 2. Valores energéticos e digestibilidade de nutrientes. *R Bras Zootec.* 2008; 37:469-77. <https://doi.org/10.1590/S1516-35982008000300012>
- Singh A, Casey KD, King WD, Pescatore AJ, Gates RS, Ford MJ. Efficacy of urease inhibitor to reduce ammonia emission from poultry houses. *J Appl Poult Res.* 2009; 18:34-42. <https://doi.org/10.3382/japr.2008-00046>
- Schefferle HE. The decomposition of uric acid in built up poultry litter. *J Appl Bacteriol.* 1965; 28:412-420. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2672.1965.tb02171.x>

Sleator RD, Hill C. Bacterial osmadaptation: the role of osmolytes in bacterial stress and virulence. *FEMS Microbiol. Rev.* 2001; 26:49-71. <https://doi.org/10.1111/j.1574-6976.2002.tb00598.x>

Younis MEM, Bazh EKA, Ahmed HA, Elbestawy AR. Broiler performance, carcass characters and litter composition after management of fresh litter with two types of acidifier amendments. *Int J Agric Innov Res.* 2016; 4:1050-56.

Yan-Qing W, Hong-Mei Z. Spectral studies on the interaction between Cu^{2+} and urease. *Spectrochim Acta A Mol Biomol Spectrosc.* 2012; 96:352-57. <https://doi.org/10.1016/j.saa.2012.05.014>

Zaborska W, Krajewska B, Olech Z. Heavy metal ions inhibition of jack bean urease: potential for rapid contaminant probing. *J. Enzyme Inhib. Med. Chem.* 2004; 19:65-9. <https://doi.org/10.1080/14756360310001650237>

5 ANEXOS

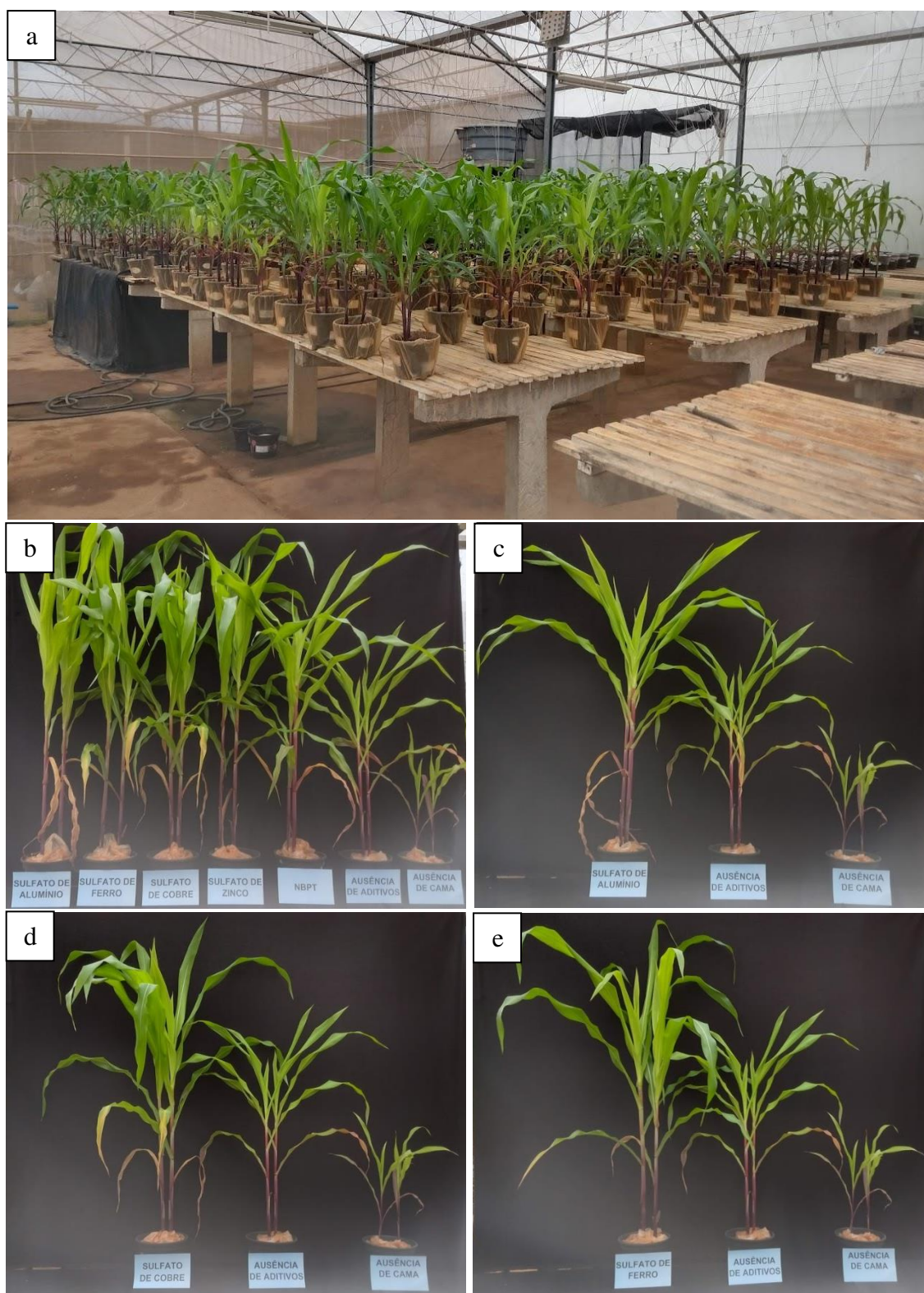


Figura 26. Experimento com plantas em vasos com solo (a), plantas representativas dos tratamentos aos 45 dias de crescimento (b) e comparativo entre as plantas que cresceram sob ausência de aditivos ou de cama e aquelas adubadas com camas enriquecidas com $Al_2(SO_4)_3$ (c), $CuSO_4$ (d), $FeSO_4$ (e), NBPT (f) e $ZnSO_4$ (g).

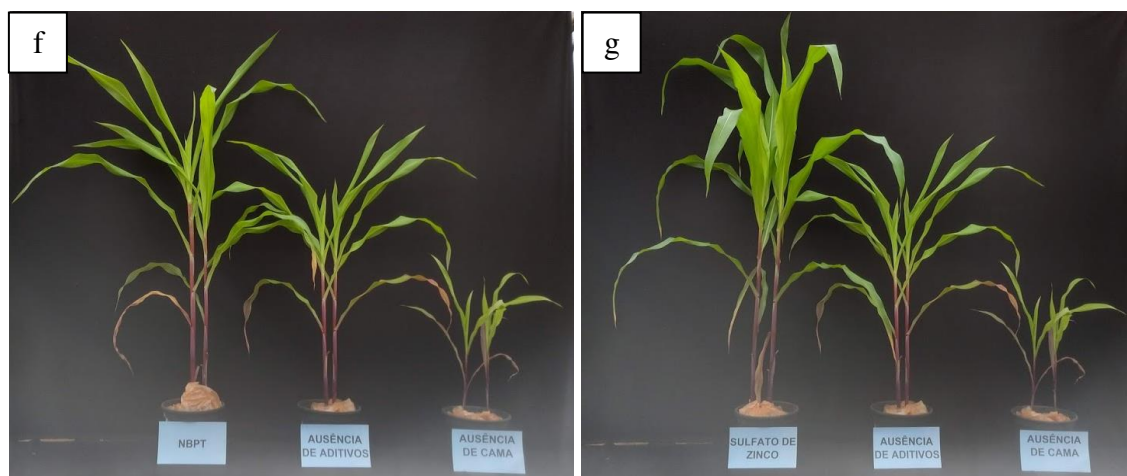


Figura 27. Continuação.



Figura 28. Imagens da instalação de produção comercial (a) e das unidades experimentais aos 20 (b) e 45 dias de crescimento dos frangos (c).