

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM AGRICULTURA E AMBIENTE**

FABIANE KAREN GODOY

**LIXIVIAÇÃO DOS ÍONS NITRATO E POTÁSSIO EM
LATOSSOLO SUBMETIDO À APLICAÇÃO DE
DIFERENTES DOSES E TIPOS VINHAÇA**

ARARAS

2013

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM AGRICULTURA E AMBIENTE

FABIANE KAREN GODOY

**LIXIVIAÇÃO DOS ÍONS NITRATO E POTÁSSIO EM
LATOSSOLO SUBMETIDO À APLICAÇÃO DE
DIFERENTES DOSES E TIPOS VINHAÇA**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Agricultura e Ambiente como requisito para a obtenção do título de **Mestre em Agricultura e Ambiente**.

Orientador: Prof. Dr. Marcio Roberto Soares

ARARAS

2013

**Ficha catalográfica elaborada pelo DePT da
Biblioteca Comunitária da UFSCar**

G589Li

Godoy, Fabiane Karen.

Lixiviação dos íons nitrato e potássio em latossolo submetido à aplicação de diferentes doses e tipos vinhaça / Fabiane Karen Godoy. -- São Carlos : UFSCar, 2013. 220 p.

Dissertação (Mestrado) -- Universidade Federal de São Carlos, 2013.

1. Vinhaça. 2. Adsorção. 3. Setor sucroenergético. 4. Resíduo agroindustrial. I. Título.

CDD: 543.07 (20^a)

MEMBROS DA BANCA EXAMINADORA DA DISSERTAÇÃO DE MESTRADO
DE

FABIANE KAREN GODOY

APRESENTADA AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM AGRICULTURA
E AMBIENTE, DA UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS, EM **12 DE
AGOSTO DE 2013.**

BANCA EXAMINADORA:



PROF. DR. MARCIO ROBERTO SOARES

ORIENTADOR

DRNPA/CCA/USFSCAR



PROF. DR. JOSÉ CARLOS CASAGRANDE

DRNPA/CCA/USFSCAR



DR. ESTEVÃO VICARI MELLIS

IAC/CAMPINAS

Aos meus pais Solange da Silva Godoy e Romeu Donizeti Godoy

Dedico

*Há pessoas desagradáveis apesar das suas qualidades e outras
encantadoras apesar dos seus defeitos.*

François La Rochefoucauld

AGRADECIMENTOS

A todos que de alguma forma contribuíram para a realização deste trabalho, meus sinceros agradecimentos, mas especialmente:

Ao meu orientador, Prof. Dr. Marcio Roberto Soares, pela confiança em mim depositada, pelos ensinamentos, sugestões, orientação e pela sincera amizade durante todo o curso do Mestrado, além do incentivo constante ao meu progresso na área acadêmica;

À minha família, especialmente, à minha mãe Solange, ao meu pai Romeu, às minhas irmãs Juliana, Ana Paula e Amanda, que não somente me incentivaram e me apoiaram neste período, mas também idealizaram este experimento e trabalharam na construção do aparato experimental desta dissertação;

Ao Programa de Pós-graduação em Agricultura e Ambiente pela oportunidade e pelo apoio durante o mestrado, principalmente, agradeço à secretária Sirlene.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) e à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) pela bolsa de estudos e pelo suporte financeiro durante a pesquisa (Processo 2011/04145-8);

Ao Prof. Dr. José Carlos Casagrande, ao Prof. Dr. Reinaldo Gaspar Bastos, ao Prof. José Geanini Peres, à Prof. Dr.^a Maria Teresa Mendes Ribeiro Borges, à Prof. ^a Dr.^a Elma Neide Vasconcelos Martins Carrilho, agradeço a todos pela grandiosa ajuda e pela paciência ao solucionar minhas dúvidas;

À Prof. Dr.^a Simone Sartorio e ao Prof. Dr. Norberto Antonio Lavorenti pelos ensinamentos e dicas nas análises estatísticas;

Ao Prof. Dr. Claudinei Fonseca Souza e à futura engenheira agrônoma Glaucia Cristina Pavão pelos ensinamentos para a confecção das sondas de TDR, pela ajuda e pelo empréstimo do equipamento TDR100 sempre que foi necessário;

Aos amigos do Laboratório de Análise Química de Solos e Plantas, João, Campagna, Roberto e Larissa, pela convivência diária, por toda a ajuda nas análises, ensinamentos e pela amizade.

Às técnicas do Laboratório de Microbiologia Aplicada e Controle (LABMAC/CCA/UFSCar) Cláudia e Tina, pela ajuda, pelos ensinamentos e pela amizade.

Ao grupo de estudos GEMASO pela força e ajuda na construção do aparato experimental, que não mediram esforços para concluir as tarefas necessárias, principalmente aos amigos Washington Luiz Pereira (Rodovia), Barnabé, Panetoni, Donatello, Liana, Noviça, Willian, Xupla e Camila.

A todos os colegas do CCA, especialmente Vanessa Urbano, Otávio Lopes, Jéssica Gabriel, Larissa Viglio, Danda Xavier, Jacqueline Malvestiti, pela ajuda nos momentos difíceis e pelo companheirismo durante o decorrer do mestrado;

Aos meus anjinhos vira-latas, que eu tive muita sorte em encontrar, Docinho, Mel, Nina, Minnie, Liliane, Lola, Morena e Sara, muito obrigada por existirem;

À Deus, responsável por tudo, sem o qual nada seria possível.

LIXIVIAÇÃO DOS ÍONS NITRATO E POTÁSSIO EM LATOSSOLO SUBMETIDO À APLICAÇÃO DE DIFERENTES DOSES E TIPOS VINHAÇA

Autora: FABIANE KAREN GODOY

Orientador: Prof. Dr. MARCIO ROBERTO SOARES

RESUMO

A vinhaça é um efluente líquido com alta carga orgânica e que possui importantes concentrações de nitrato (NO_3^-) e de potássio (K^+), de grande interesse para o setor sucroenergético por reduzir os custos com a aplicação de fertilizantes. Impasses para o uso da vinhaça na fertirrigação, conforme a Norma Técnica P4.231 da CETESB, levam a busca de novas alternativas de uso e de tratamento do efluente. Este trabalho objetivou estudar a mobilidade de NO_3^- e de K^+ em diferentes profundidades de um LATOSSOLO VERMELHO Eutrófico (LVE), verificar alterações da condutividade elétrica do solo (CEs) na camada próxima ao lençol freático, avaliar se a taxa e o período de aplicação de vinhaça estabelecidos pela P4.231 estão adequados para a minimização do risco de contaminação do solo e da água subterrânea, avaliar os efeitos residuais da vinhaça no solo das colunas após 6 meses de monitoramento, além de contribuir para o aprimoramento da P4.231. O estudo foi conduzido em colunas de PVC de 150 mm de \varnothing , por 170 cm de altura. O empacotamento da coluna foi feito de maneira a reproduzir o perfil de 1,5 m de um LVE, principalmente quanto à espessura e à densidade das camadas coletadas. Foram instalados extratores de solução do solo do solo, nas profundidades de 50 cm e de 100 cm a partir do topo das colunas. Na base da coluna, a 150 cm, foi colocado um dreno para coleta do lixiviado. Sondas de TDR foram instaladas a 120 cm para monitoramento da umidade volumétrica e da CEs. Após 15 dias da saturação com água destilada, as colunas receberam a aplicação de vinhaça *in natura* (V), vinhaça *in natura* submetida a tratamento químico (Q), vinhaça *in natura* submetida a tratamento biológico (B) e vinhaça concentrada (C), em doses equivalentes à calculada pela norma P4.231 (1) e ao dobro da calculada (2). As colunas foram submetidas a simulação da chuva com base no comportamento pluviométrico da região de Araras-SP. Após a coleta das soluções, a 50 e a 100 cm, a cada 15 dias, e do lixiviado, a 150 cm, semanalmente, foram feitas determinações dos teores de NO_3^- , pelo método da brucina, e de K^+ , por fotometria de chama, durante 5 meses. Foram observadas diferenças significativas nos teores de NO_3^- e de K^+ em solução do solo atribuídas ao tempo, à profundidade e ao tipo e dose de vinhaça. Após 45 dias da aplicação de V1, V2, Q1, Q2, B1 e B2, o NO_3^- lixiviou para a camada até 100 cm. A adsorção de NO_3^- , que ocorreu na camada até 100 cm, retardou mas não impediu a lixiviação do íon para camadas mais profundas

do que 100 cm, a partir dos 90 dias, independente do tipo e da dose de vinhaça. Todos os tratamentos com vinhaça, após 105 dias, resultaram em teores de NO_3^- 3 a 4 vezes maiores no lixiviado do que o valor máximo permitido para a qualidade das águas subterrâneas (10 mg L^{-1}). Na camada até 50 cm, todos os tratamentos com vinhaça promoveram alterações nos teores de K^+ em solução do solo aos 30 dias da aplicação, mas a aplicação de Q2, C1, C2 e, principalmente, de B2, resultaram nos maiores de K^+ em solução do solo. Foi observado diminuição dos teores de K^+ em solução do solo a partir dos 90 dias na camada até 50 cm. Ao contrário do que aconteceu com o NO_3^- , o K^+ foi adsorvido nas camadas superficiais e sua lixiviação foi evitada. Independentemente do tipo e da dose da vinhaça, houve aumento da CEs até a 15ª semana após a aplicação, mas sem comprometimento da qualidade da água. A aplicação das vinhaças *in natura* tratadas química e biologicamente resultaram nos maiores valores de CEs. A utilização de vinhaça *in natura*, na taxa calculada pela norma P4.231 da CETESB, resultou nos menores valores de NO_3^- e de K^+ em solução do solo, independentemente da profundidade, desta forma recomenda-se que a norma P4.231 deve ser usada somente para aplicação de vinhaça *in natura*. É indicada a incorporação dos teores de NO_3^- na equação de cálculo da dose de vinhaça da norma P4.231, uma vez que o NO_3^- alcançou a camada até 100 cm em 45 dias, ou seja, período de tempo incompatível com o adequado desenvolvimento radicular da cana-de-açúcar e que permite a lixiviação do NO_3^- para fora da zona de influência das raízes. Em geral, através das análises de solo das colunas de percolação após 6 meses de monitoramento, pode-se verificar um efeito residual da vinhaça, considerando todos os tipos e doses, nas amostras de solo para os parâmetros Na^+ , K^+ , e Fe^{3+} . O K^+ ficou retido na camada de 0 a 50 cm das colunas de percolação. De forma contrária, o Na^+ apresentou as maiores concentrações nas profundidades de 80 a 130 cm, evidenciando seu maior potencial de lixiviação em relação ao K^+ .

Palavras-chave: lixiviação, adsorção, setor sucroenergético, solo tropical, NO_3^- , K^+ , resíduo agroindustrial.

LEACHING OF NITRATE AND POTASSIUM IONS IN OXISOL SUBJECTED TO DIFFERENT DOSES AND TYPES OF VINASSE

Author: FABIANE KAREN GODOY
Adviser: Prof. Dr. MARCIO ROBERTO SOARES

ABSTRACT

Vinasse is a liquid effluent with a high organic load and it has significant concentrations of Nitrate (NO_3^-) and Potassium (K^+). It is of great interest for the sugarcane sector by reducing costs in fertilizer application. According to the technical regulation P4.231 of CETESB, the impasse in the usage of vinasse in fertigation leads the search toward new alternatives for the effluent usage and treatment. This study investigated the mobility of NO_3^- and K^+ at different depths of Oxisol and the changes in soil electrical conductivity (ECs) in the layer next to the water table. Additionally, this work evaluated whether the rate and period of vinasse application established by the technical regulation P4.231 are appropriate to minimize the risk of soil and groundwater contamination, also evaluate the residual effects of vinasse in soil columns after 6 months monitoring, in order to contribute to the improvement of P4.231. The study was conducted in 15 x 170 cm PVC columns (diameter x height). The column packing was done in order to reproduce the profile of Oxisol, mainly on the thickness and density of the layers collected. Extractors of soil solution were installed at depths of 50 cm and 100 cm from the top of the columns. In the base of the column, a drain was placed at 50 cm to collect the leached. TDR (Time Domain Reflectometer) probes were installed at 120 cm to monitor soil moisture and ECs. After 15 days of saturation with distilled water, the columns received the application of vinasse *in nature* (V), vinasse *in nature* subjected to chemical treatment (Q), vinasse *in nature* subjected to biological treatment (B) and concentrated vinasse (C) at dose calculated by the P4.231 (1) and at duplicated dose calculated (2). The columns were subjected to a simulated rainfall based on the behavior of the rainfall in the region of Araras, SP. After collecting the solution at 50 and 100 cm and leached at 150 cm, determinations of NO_3^- contents, by the method of brucine, and K^+ , by flame photometry, were made every 15 days for 5 months. Significant differences were observed in the levels of NO_3^- and K^+ in solution attributed to time, depth, type and dose of vinasse. After 45 days of the application of V1, V2, Q1, Q2, B1, B2 vinasses, the NO_3^- had leached through the layer until 100 cm. The adsorption of NO_3^- , which occurred in the layer until 100 cm, delayed but

not prevented ion leaching to a deeper layers than 100 cm, from the 90 days, independent of the type and dose of vinasse. All vinasses, after 105 days, resulted in levels of NO_3^- from 3 to 4 times greater than the maximum allowed value for the quality of groundwater (10 mg L^{-1}). At the layer until 50 cm, all the vinasses promoted changes in the K^+ solution after 30 days of application, but the application of Q2, C1, C2, and specifically B2, resulted in higher rate of K^+ solution. In the layer until 50 cm, a decrease in the levels of K^+ in solution was observed from 90 days. Unlike what happened with NO_3^- , K^+ was absorbed by surface soil layers and its leaching was avoided. Regardless of the type and dose of vinasse, there was an increase in ECs until the 15th week after application, without compromising the quality of the water. The application of vinasses *in nature* treated chemically and biologically resulted in higher values of ECs. The use of vinasse *in nature*, at the rate calculated by P4.231, resulted in lower values of NO_3^- and K^+ in solution, regardless of depth, thus it is recommended that the standard P4.231 should be used only for the application of vinasse in nature. It is suitable to incorporate the levels of NO_3^- in the equation in order to calculate the dose of vinasse by P4.231, since the NO_3^- had reached the layer at 100 cm in 45 days, i.e., an incompatible period of time with the adequate development of the sugarcane root system, allowing the leaching of NO_3^- out of the root zone of influence. In general through the analysis of soil column percolation after 6 months of monitoring, it was possible to verify a residual effect of vinasse, considering all types and doses, in soil samples for the parameters Na^+ , K^+ , and Fe^{3+} . The K^+ was retained in the 0 to 50 cm in the percolation columns. Conversely Na^+ , showed the highest concentrations in the depths of 80-130 cm, showing their greatest potential leaching compared to K^+ .

Keywords: leaching, adsorption, sugarcane industry, tropical soil, NO_3^- , K^+ , agroindustrial residue.

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO.....	31
1.1.	Objetivos	32
2.	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	33
2.1.	A vinhaça: produção e principais características	34
2.2.	Uso agrícola da vinhaça	37
2.3.	O Potássio.....	40
2.4.	O Nitrato.....	43
2.5.	Os tratamentos de vinhaça.....	47
2.6.	A legislação relacionada à destinação da vinhaça.....	50
3.	MATERIAL E MÉTODOS.....	52
3.1.	O Solo.....	52
3.1.1.	Caracterização química	53
3.1.2.	Caracterização física	54
3.1.3.	Metodologias de análises dos diferentes tipos de vinhaças	60
3.2.	Estudo de percolação de vinhaça pela coluna de solo.....	61
3.2.1.	Aparato experimental.....	61
3.2.2.	Cálculo das taxas de aplicação de vinhaça.....	75
3.2.3.	Simulação do regime pluviométrico e coleta do lixiviado.....	76
3.3.	Avaliação das alterações das soluções do solo coletadas.....	78
3.4.	Estudo de adsorção de nitrato pelo método “batch” de laboratório	78
4.	DELINEAMENTO EXPERIMENTAL E TRATAMENTO DE RESULTADOS.....	79
4.1.1.	Análise estatística dos tratamentos de vinhaça	79
4.1.2.	Análise estatística das soluções lixiviada e coletada dos extratores de solução do solo.....	80
4.1.3.	Análise de variância e comparação entre médias.....	80

4.1.4.	Umidade e condutividade elétrica medidas por sondas de TDR	83
4.1.5.	Análise química das amostras de solo coletadas após o experimento	83
5.	RESULTADOS E DISCUSSÃO	83
5.1.	Caracterização das vinhaças	83
5.2.	Nitrato (NO_3^-).....	86
5.2.1.	Mobilidade do NO_3^- ao longo da coluna de percolação	86
5.2.2.	Mobilidade do NO_3^- em diferentes profundidades de coleta de solução do solo	99
5.3.	Potássio (K^+)	122
5.3.1.	Comportamento do K^+ nas três profundidades de coleta de solução do solo	122
5.3.2.	Comportamento do K^+ em cada uma das profundidades de coleta de solução do solo	135
5.4.	Condutividade elétrica e umidade volumétrica do solo	152
5.4.1.	Umidade do solo	152
5.4.2.	Condutividade elétrica do solo (CEs).....	153
5.5.	EFEITO RESIDUAL DA VINHAÇA NO LVe DAS COLUNAS DE PERCOLAÇÃO APÓS 6 MESES DE MONITORAMENTO	160
6.	CONCLUSÕES	168
7.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	170
	APÊNDICE	184

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Caracterização físico-química da vinhaça (média de 64 amostras de 28 usinas do Estado de São Paulo).....	35
Tabela 2. Valores de Potássio Total do 3º Quartil por triênio no período 1998 a 2012 nos aquíferos do Estado de São Paulo e Valor de Referência da Qualidade (VRQ) das águas subterrâneas do Estado de São Paulo para o parâmetro potássio.....	42
Tabela 3. Valores de Nitrogênio Nitrato do 3º Quartil por triênio no período 1998 a 2012 nos aquíferos do Estado de São Paulo e Valor de Referência da Qualidade (VRQ) das águas subterrâneas do Estado de São Paulo para o parâmetro nitrato.	47
Tabela 4. Resultados da análise química de caracterização inicial do LATOSSOLO VERMELHO Eutrófico (LVe) utilizado no experimento.....	54
Tabela 5. Resultados da análise física de caracterização inicial do LATOSSOLO VERMELHO Eutrófico (LVe) utilizado no experimento.....	55
Tabela 6. Composição do meio de cultura Braun-Grunow Medium (BGN).....	58
Tabela 7. Densidade aparente (Da) e massa das amostras das diferentes camadas do LATOSSOLO VERMELHO Eutrófico (LVe) empregadas no preenchimento das colunas de percolação.	63
Tabela 8. Tratamentos adotados para o estudo da percolação de diferentes tipos de vinhaças em colunas de solo.	72
Tabela 9. Taxas de aplicação de vinhaça, calculadas de acordo com a norma CETESB P4.231/2006, em cada um dos tratamentos empregados no experimento.	75
Tabela 10. Informações de três estações meteorológicas sobre o regime pluviométrico do município de Araras - SP.	76
Tabela 11. Quadro de análise de variância (ANOVA) empregado para os parâmetros NO ₃ , K ⁺ , DQO, pH e CE de vinhaças submetidas a diferentes tratamentos.	79

Tabela 12. Quadro de análise de variância (ANOVA) da variável DQO de vinhaças, antes e após o tratamento microbiológico.	80
Tabela 13. Quadro de análise de variância para a solução do solo do solo e do extrato lixiviado, em três profundidades, considerando 10 amostragens (amostragens quinzenais durante 5 meses de monitoramento).	81
Tabela 14. Quadro de análise de variância (interação dupla: tratamentos x tempo) para as soluções coletadas considerando as amostragens realizadas durante o tempo.	81
Tabela 15. Quadro de análise de variância para avaliação da diferença entre as doses de vinhaça em cada um dos tratamentos na em cada um das profundidades de coleta de solução do solo.	82
Tabela 16. Caracterização das vinhaças <i>in natura</i> , concentrada e submetidas aos tratamentos químico e biológico, de acordo com a norma CETESB P4.231/2006.	84
Tabela 17. Redução de DQO antes e depois do tratamento da vinhaça <i>in natura</i> com microalgas <i>Aphanothece microscopica Nægeli</i>	86
Tabela 18. Quadro de análise de variância da variável teor de NO_3^- em solução do solo em função dos fatores profundidade da coluna de percolação, tipo de vinhaça e tempo e de suas interações.	87
Tabela 19. Desdobramento da interação profundidade (P) x tipo de vinhaça (V) x tempo (T): teores médios de NO_3^- (mg L^{-1}) na solução do solo coletada em três profundidades da coluna de percolação, submetida à aplicação de diferentes tipos de vinhaça, ao longo de 150 dias.	90
Tabela 20. Desdobramento da interação profundidade (P) x tempo (T): teores médios de NO_3^- (mg L^{-1}) na solução do solo coletada em três profundidades da coluna de percolação, ao longo de 150 dias, considerando todos os tipos de vinhaça.	93
Tabela 21. Desdobramento da interação profundidade (P) x tipo de vinhaça (V): teores médios de NO_3^- (mg L^{-1}) na solução do solo coletada em três profundidades da coluna de percolação, submetida à diferentes tipos de vinhaça, considerando os 5 meses de experimento.	93
Tabela 22. Desdobramento da interação tipo de vinhaça (V) x tempo (T): teores médios de NO_3^- (mg L^{-1}) na solução do solo das colunas de percolação submetida à diferentes tipos de	

vinhaça, ao longo de 150 dias de experimento, considerando as três profundidades de amostragem.	98
Tabela 23. Teores médios de NO_3 (mg L^{-1}) em solução do solo coletada a 50 cm na coluna de percolação após a adição de doses de diferentes de vinhaças.	105
Tabela 24. Teores médios de NO_3 (mg L^{-1}) em solução do solo coletada a 100 cm na coluna de percolação após a adição de doses de diferentes de vinhaças.	111
Tabela 25. Variação dos teores de NO_3 na solução do solo coletada a 150 cm, incluindo o período do pico e a concentração ao final do experimento.	117
Tabela 26. Teores médios de NO_3 (mg L^{-1}) em solução do solo coletada a 150 cm na coluna de percolação após a adição de doses de diferentes de vinhaças.	117
Tabela 27. Quadro de análise de variância da variável teor de K^+ em solução do solo em função dos fatores profundidade da coluna de percolação, tipo de vinhaça e tempo e de suas interações.	122
Tabela 28. Desdobramento da interação profundidade (P) x tipo de vinhaça (V) x tempo (T): teores médios de K^+ (mg L^{-1}) na solução do solo coletada em três profundidades das colunas, submetida à aplicação de diferentes tipos de vinhaça, ao longo de 150 dias de monitoramento.	124
Tabela 29. Desdobramento da interação profundidade (P) x tempo (T): teores médios de K^+ (mg L^{-1}) na solução do solo coletada em três profundidades da coluna de percolação, ao longo de 150 dias, considerando todos os tipos e doses de vinhaça.	130
Tabela 30. Desdobramento da interação profundidade (P) x tipo de vinhaça (V): teores médios de K^+ (mg L^{-1}) na solução do solo coletada em três profundidades da coluna de percolação, submetida à diferentes tipos de vinhaça, considerando os 5 meses de experimento.	130
Tabela 31. Desdobramento da interação tipo de vinhaça (V) x tempo (T): teores médios de K^+ (mg L^{-1}) na solução do solo de Latossolo submetido à diferentes tipos de vinhaça, ao longo de 150 dias de experimento, considerando as três profundidades de amostragem.	134
Tabela 32. Teores médios de K^+ (mg L^{-1}) em solução do solo coletada a 50 cm na coluna de percolação após a adição de doses de diferentes de vinhaças.	137

Tabela 33. Variação dos teores de K^+ na solução do solo coletada a 150 cm, incluindo o período do pico e a concentração ao final do experimento.	147
Tabela 34. Teores médios de K^+ ($mg L^{-1}$) em solução do solo coletada a 150 cm na coluna de percolação após a adição de doses de diferentes de vinhaças.	147
Tabela 35. Quadro de análise de variância da variável umidade volumétrica ($m^3 m^{-3}$) das colunas de percolação, medida por sondas de TDR, em função dos fatores tipo de vinhaça, tempo de monitoramento e de sua interação.	152
Tabela 36. Quadro de análise de variância da variável condutividade elétrica do solo (CEs) das colunas de percolação, medida por sondas de TDR a 120 cm, em função dos fatores tipo de vinhaça, tempo de monitoramento e de sua interação.	154
Tabela 37. Variação da condutividade elétrica do solo (CEs), medida por sonda de TDR a 120 cm, em função dos diferentes tratamentos com vinhaça.	154
Tabela 38. Variação da condutividade elétrica do solo (CEs), medida por sonda de TDR a 120 cm, em função dos diferentes períodos de monitoramento.	155
Tabela 39. Valores de condutividade elétrica (CE) para a interpretação da qualidade da água para irrigação.	160
Tabela 40. Análise química do LVe , na profundidade de 0-20 cm, das colunas de percolação após 6 meses de monitoramento.	163
Tabela 41. Análise química do LVe , na profundidade de 20-50 cm, das colunas de percolação após 6 meses de monitoramento.	164
Tabela 42. Análise química do LVe , na profundidade de 50-80 cm, das colunas de percolação após 6 meses de monitoramento.	165
Tabela 43. Análise química do LVe , na profundidade de 80-110 cm, das colunas de percolação após 6 meses de monitoramento.	166
Tabela 44. Análise química do LVe , na profundidade de 110-130 cm, das colunas de percolação após 6 meses de monitoramento.	167

APÊNCIDE
LISTA DE TABELAS

Tabela I. Parâmetros analisados com 4 repetições (de 4 amostras distintas) para a análise estatística das vinhaças utilizadas no experimento.	185
Tabela II. Quadro de análise com interação dupla para NO ₃ no lixiviado (tratamentos x tempo).	185
Tabela III. Médias de NO ₃ na solução do solo do extrator superior pela interação dupla (tratamentos x tempos).	186
Tabela IV. Quadro de análise com para NO ₃ nos tratamentos microbiológicos V1 e V2. ...	187
Tabela V. Quadro de análise com para NO ₃ nos tratamentos microbiológicos C1 e C2.	187
Tabela VI. Quadro de análise com para NO ₃ nos tratamentos microbiológicos Q1 e Q2. ...	187
Tabela VII. Quadro de análise com para NO ₃ ⁻ nos tratamentos microbiológicos B1 e B2. ...	188
Tabela VIII. Teores médios de NO ₃ ⁻ em solução do solo coletada a 50 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça in natura.	189
Tabela IX. Teores médios de NO ₃ em solução do solo coletada a 50 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça concentrada.	189
Tabela X. Teores médios de NO ₃ em solução do solo coletada a 50 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça in natura após tratamento químico.	190
Tabela XI. Teores médios de NO ₃ em solução do solo coletada a 50 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça in natura após tratamento biológico.	190
Tabela XII. Quadro de Análise com interação dupla (tratamentos x tempo) para NO ₃ ⁻ para a solução do solo coletada a 100 cm, através do extrator inferior.	191
Tabela XIII. Médias de NO ₃ na solução do solo lixiviada em cada um dos tratamentos nos 5 meses de monitoramento quinzenal.	192

Tabela XIV. Quadro de análise com para NO_3^- nos tratamentos microbiológicos V1 e V2	193
Tabela XV. Quadro de análise com para NO_3^- nos tratamentos microbiológicos C1 e C2 ...	193
Tabela XVI. Quadro de análise com para NO_3^- nos tratamentos microbiológicos Q1 e Q2..	193
Tabela XVII. Quadro de análise com para NO_3^- nos tratamentos microbiológicos B1 e B2.....	194
Tabela XVIII. Médias de NO_3^- nos tratamentos B1 e B2 nas dez medições realizadas.....	195
Tabela XIX. Médias de NO_3^- nos tratamentos C1 e C2 nas dez medições realizadas.	195
Tabela XX. Médias de NO_3^- nos tratamentos Q1 e Q2 nas dez medições realizadas.	195
Tabela XXI. Médias de NO_3^- nos tratamentos V1 e V2 nas dez medições realizadas.....	196
Tabela XXII. Quadro de análise com interação dupla para NO_3^- no lixiviado (tratamentos x tempo).....	196
Tabela XXIII. Médias de NO_3^- na solução do solo lixiviada pela interação dupla (tratamentos x tempos).	197
Tabela XXIV. Quadro de análise com para NO_3^- nos tratamentos microbiológicos B1 e B2.	198
Tabela XXV. Quadro de análise com para NO_3^- nos tratamentos microbiológicos C1 e C2	198
Tabela XXVI. Quadro de análise com para NO_3^- nos tratamentos microbiológicos Q1 e Q2.	199
Tabela XXVII. Quadro de análise com para NO_3^- nos tratamentos microbiológicos V1 e V2.	199
Tabela XXVIII. Diferenças na concentração de NO_3^- entre as doses de vinhaça dos tratamentos B1 e B2 no lixiviado em relação ao tempo.	200

Tabela XXIX. Diferenças na concentração de NO ₃ entre as doses de vinhaça dos tratamentos C1 e C2 no lixiviado em relação ao tempo.	200
Tabela XXX. Diferenças na concentração de NO ₃ entre as doses de vinhaça dos tratamentos Q1 e Q2 no lixiviado em relação ao tempo.	201
Tabela XXXI. Diferenças na concentração de NO ₃ entre as doses de vinhaça dos tratamentos V1 e V2 no lixiviado em relação ao tempo.	201
Tabela XXXII. Quadro de Análise com interação dupla para K ⁺ no lixiviado (tratamentos X tempo).	202
Tabela XXXIII. Médias de K ⁺ na solução do solo do extrator superior pela interação dupla (Tratamentos x tempos)	203
Tabela XXXIV. Médias de K ⁺ na solução do solo do extrator inferior em cada um dos tratamentos nos 5 meses de monitoramento quinzenal.	204
Tabela XXXV. Médias de K ⁺ (mg. L ⁻¹) na solução do solo lixiviada pela interação dupla (tratamentos x tempos).	205
Tabela XXXVI. Quadro de análise com para K ⁺ nos tratamentos microbiológicos V1 e V2.	206
Tabela XXXVII. Quadro de análise com para K ⁺ nos tratamentos microbiológicos C1 e C2	206
Tabela XXXVIII. Quadro de análise com para K ⁺ nos tratamentos microbiológicos Q1 e Q2	207
Tabela XXXIX. Quadro de análise com para K ⁺ nos tratamentos microbiológicos B1 e B2.	207
Tabela XL. Médias de K ⁺ nos tratamentos V1 e V2 nas dez medições realizadas.	208
Tabela XLI. Médias de K ⁺ nos tratamentos C1 e C2 nas dez medições realizadas.	208
Tabela XLII. Médias de K ⁺ nos tratamentos Q1 e Q2 nas dez medições realizadas.	209
Tabela XLIII. Médias de K ⁺ nos tratamentos B1 e B2 nas dez medições realizadas.	209

Tabela XLIV. Quadro de análise com interação dupla para K ⁺ no extrator inferior (tratamentos x tempo).....	210
Tabela XLV. Quadro de Análise com interação dupla para K ⁺ no lixiviado (tratamentos X tempo).....	210
Tabela XLVI. Quadro de análise com para K ⁺ nos tratamentos microbiológicos V1 e V2 na solução do solo lixiviada.	210
Tabela XLVII. Quadro de análise com para K ⁺ nos tratamentos microbiológicos C1 e C2 na solução do solo lixiviada.	211
Tabela XLVIII. Quadro de análise com para K ⁺ nos tratamentos microbiológicos B1 e B2 na solução do solo lixiviada.	211
Tabela XLIX. Quadro de análise com para K ⁺ nos tratamentos microbiológicos Q1 e Q2 na solução do solo lixiviada.	211
Tabela L. Diferenças na concentração de K ⁺ entre as doses de vinhaça dos tratamentos V1 e V2 na solução do solo lixiviada em relação ao tempo.	212
Tabela LI. Diferenças na concentração de K ⁺ entre as doses de vinhaça dos tratamentos C1 e C2 na solução do solo lixiviada em relação ao tempo.....	212
Tabela LII. Diferenças na concentração de K ⁺ entre as doses de vinhaça dos tratamentos Q1 e Q2 na solução do solo lixiviada em relação ao tempo.	213
Tabela LIII. Diferenças na concentração de K ⁺ entre as doses de vinhaça dos tratamentos B1 e B2 na solução do solo lixiviada em relação ao tempo.....	213
Tabela LIV. Variação da umidade volumétrica do solo (m ³ m ⁻³) das colunas de percolação, medida por sondas TDR, durante 20 semanas de monitoramento.	214
Tabela LV. Médias de Umidade volumétrica (m ³ m ⁻³) do solo pela interação dupla (tratamentos x tempo).....	215
Tabela LVI. Médias de CEs para a interação dupla (tratamentos x tempo) para todos os tratamentos ao longo das 21 semanas de monitoramento.....	216

Tabela LVII. Quadro de análise com interação dupla para umidade do solo ($m^3 m^{-3}$) pelas sondas de TDR (tratamentos B1 e B2 x tempo).....	217
Tabela LVIII. Quadro de análise com interação dupla para umidade do solo ($m^3 m^{-3}$) pelas sondas de TDR (tratamentos C1 e C2 x tempo).....	217
Tabela LIX. Quadro de análise com interação dupla para umidade do solo ($m^3 m^{-3}$) pelas sondas de TDR (tratamentos Q1 e Q2 x tempo).	218
Tabela LX. Quadro de análise com interação dupla para umidade do solo ($m^3 m^{-3}$) pelas sondas de TDR (tratamentos V1 e V2 x tempo).	218
Tabela LXI. Resultado das médias de CEs entre as doses nos tratamentos C1 e C2	219
Tabela LXII. Resultado das médias de CEs entre as doses nos tratamentos Q1 e Q2.....	220
Tabela LXIII. Resultado das médias de CEs entre as doses nos tratamentos B1 e B2.....	221
Tabela LXIV. Resultado das médias de CEs entre as doses nos tratamentos V1 e V2.	222

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1. Trincheira de LATOSSOLO VERMELHO Eutrófico em área da UFSCar – Campus Araras - SP, usada para coleta de amostras até a profundidade de 110 cm.	52
Figura 2. Preparo de amostra deformada de LATOSSOLO VERMELHO Eutrófico (LVe), seca ao ar e passada em peneira com malha de 2 mm.	53
Figura 3. Coleta de amostras indeformadas para análises físicas do solo do experimento.	55
Figura 4. Soluções de NaOH, em diversas concentrações, utilizadas no ajuste de pH do meio BGN e da vinhaça in natura utilizada no experimento.	57
Figura 5. Ajuste e medição do potencial hidrogeniônico (pH) da vinhaça com eletrodo combinado Digimed®.	57
Figura 6. (A) Amostras centrifugadas e (B) centrífuga de bancada FANEM®, modelo Excelsa II, utilizada na separação da biomassa do meio de cultura.	59
Figura 7. Volume reduzido do meio BGN, concentrado em biomassa de <i>Aphanothece microscopica</i> Nägeli.	59
Figura 8. Balões volumétricos contendo vinhaça in natura em tratamento por cianobactéria <i>Aphanothece microscopica</i> Nägeli.	60
Figura 9. Etapas da montagem do sistema de filtragem: (A) instalação do adaptador de mangueira ½” com a cola adesiva no cap; (B) camada de argila expandida; (C) círculos de tela de nylon e de pano multiuso, (D) encaixe do arame galvanizado; (E) sistema de filtrante colado no cano de PVC.	62
Figura 10. Esquemas representativos (sem escala): (A) coluna de PVC preenchida com amostras de solo simulando as camadas coletadas em campo e (B) posicionamento dos extratores de solução do solo e da sonda de TDR na coluna de solo.	64
Figura 11. Materiais utilizados para o preenchimento das colunas de solo: balança eletrônica (A), recipientes para medir a massa de solo (B), régua para medir a profundidade do solo nas colunas (C), funis construídos com garrafa PET e cano de PVC ½” (D) e martelos de borracha utilizados na acomodação do solo nas colunas.	65

Figura 12. (A) Sonda de TDR (Time Domain Reflectometer); (B) Instalação da sonda no centro da coluna de solo; (C) cabo coaxial mantido 15 cm em linha reta; (D) cabo coaxial fixado com fita adesiva na parede interna de PVC, (E) até atingir o topo da coluna de solo. .	67
Figura 13. Esquema representativo do extrator de solução do solo do solo, com detalhes dos seus componentes (adaptado de BOEIRA e SOUZA, 2005).....	68
Figura 14. Bomba manual de vácuo com vacuômetro para extração da solução do solo do solo.....	68
Figura 15. Construção dos extratores de solução do solo. (A) Colagem da fita adesiva na cápsula porosa para a formação de um poço para inserir a cola araldite; (B) cola araldite sendo colocada na cápsula, e (C) cápsula colada no cano de PVC.....	69
Figura 16. Construção dos extratores de solução do solo. (A) Cápsula limpa e pronta para a secagem e (B) extratores posicionados na posição vertical para a secagem sem bolhas de ar na camada de cola araldite.....	69
Figura 17. (A) Frasco vidro âmbar, de 200 mL, empregado no extrator de solução do solo(B) frasco de vidro, rolha de borracha e mangueiras de nylon e silicone formando um sistema fechado com vácuo.....	70
Figura 18. Extrator pronto para ser instalado nas colunas de solo.....	71
Figura 19. Extratores inferiores de solução do solo instalados nas colunas de solo (A) Extrator instalado na lateral, a 100 cm de profundidade. (B) Detalhe do extrator inferior, que foi fixado na lateral com resina epóxi.....	71
Figura 20. Extratores superiores de solução do solo instalados nas colunas de solo (A) Extrator instalado na lateral, a 100 cm de profundidade. (B) Detalhe do extrator superior. ...	72
Figura 21. Aparato experimental completo, contendo 30 colunas de percolação, preparado para saturação e para receber os tratamentos com diferentes tipos de vinhaça.	73
Figura 22. Colunas de solo saturadas por fluxo capilar ascendente de água destilada.	74
Figura 23. Coluna-teste usada para atestar o bom funcionamento das colunas de percolação e dos seus acessórios, além da aquisição da solução do solo lixiviada de forma adequada.	74

Figura 24. Provetas graduadas de 500 mL utilizadas para a aplicação de água destilada nas colunas de solo.	77
Figura 25. Coleta da solução do solo lixiviada. (A) Frasco plástico posicionado embaixo do dreno para a coleta do lixiviado; (B) Solução do solo lixiviada límpida.	77
Figura 26. Esquema de posicionamento das colunas de solo em ambiente fechado com temperatura e umidade homogêneas durante todo o experimento.	82
Figura 27. Teores médios de NO_3^- em solução do solo coletada em diferentes profundidades de coluna de percolação submetida ao tratamento testemunha durante 5 meses.	89
Figura 28. Teores médios de NO_3^- em solução do solo das colunas de percolação com aplicação de vinhaça <i>in natura</i> na dose calculada conforme a norma P4.231 multiplicada por 2 (V2), coletada em diferentes profundidades durante 5 meses.	94
Figura 29. Teores médios de NO_3^- em solução do solo das colunas de percolação com aplicação de vinhaça concentrada na dose calculada conforme a norma P4.231 (C1), coletada em diferentes profundidades durante 5 meses.	94
Figura 30. Teores médios de NO_3^- em solução do solo das colunas de percolação com aplicação de vinhaça concentrada na dose calculada conforme a norma P4.231 multiplicada por 2 (C2), coletada em diferentes profundidades durante 5 meses.	95
Figura 31. Teores médios de NO_3^- em solução do solo das colunas de percolação com aplicação de vinhaça após tratamento químico na dose calculada conforme a norma P4.231 (Q1), coletada em diferentes profundidades durante 5 meses.	95
Figura 32. Teores médios de NO_3^- em solução do solo das colunas de percolação com aplicação de vinhaça após tratamento químico na dose calculada conforme a norma P4.231 multiplicada por 2 (Q2), coletada em diferentes profundidades durante 5 meses.	96
Figura 33. Teores médios de NO_3^- em solução do solo das colunas de percolação com aplicação de vinhaça após tratamento biológico na dose calculada conforme a norma P4.231 (B1), coletada em diferentes profundidades durante 5 meses.	96
Figura 34. Teores médios de NO_3^- em solução do solo das colunas de percolação com aplicação de vinhaça após tratamento biológico na dose calculada conforme a norma P4.231 multiplicada por 2 (B2), coletada em diferentes profundidades durante 5 meses.	97

Figura 35. Médias de teores de nitrato na solução do solo coletada a 50 cm de profundidade da coluna de percolação, após a aplicação de diferentes tipos de vinhaça, durante as 20 semanas de monitoramento.....	103
Figura 36. Teores médios de NO ₃ em solução do solo coletada a 50 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça in natura. V1 – dose calculada conforme a norma P4.231; V2 = dose calculada x 2.....	106
Figura 37. Teores médios de NO ₃ em solução do solo coletada a 50 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça concentrada. C1 – dose calculada conforme a norma P4.231; C2 - dose calculada x 2.....	106
Figura 38. Teores médios de NO ₃ em solução do solo coletada a 50 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça in natura submetida a tratamento químico. Q1 – dose calculada conforme a norma P4.231; Q2 - dose calculada x 2.....	107
Figura 39. Teores médios de NO ₃ em solução do solo coletada a 50 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça in natura submetida a tratamento biológico. B1 – dose calculada conforme a norma P4.231; B2 - dose calculada x2.	108
Figura 40. Médias de teores de nitrato na solução do solo coletada a 100 cm de profundidade da coluna de percolação, após a aplicação de diferentes tipos de vinhaça, durante as 20 semanas de monitoramento.....	109
Figura 41. Teores médios de NO ₃ em solução do solo coletada a 100 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça in natura. V1 – dose calculada conforme a norma P4.231; V2 = dose calculada x 2.....	112
Figura 42. Teores médios de NO ₃ em solução do solo coletada a 100 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça concentrada. C1 – dose calculada conforme a norma P4.231; C2 - dose calculada x 2.....	112
Figura 43. Teores médios de NO ₃ em solução do solo coletada a 100 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça in natura submetida a tratamento químico. Q1 – dose calculada conforme a norma P4.231; Q2 = dose calculada x 2.....	113

Figura 44. Teores médios de NO ₃ em solução do solo coletada a 100 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça <i>in natura</i> submetida a tratamento biológico. B1 – dose calculada conforme a norma P4.231; B2 = dose calculada x 2.	114
Figura 45. Médias de teores de nitrato na solução do solo coletada a 150 cm de profundidade da coluna de percolação, após a aplicação de diferentes tipos de vinhaça, durante as 20 semanas de monitoramento.	115
Figura 46. Teores médios de NO ₃ em solução do solo coletada a 150 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça <i>in natura</i> . V1 – dose calculada conforme a norma P4.231; V2 = dose calculada x 2.	118
Figura 47. Teores médios de NO ₃ em solução do solo coletada a 150 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça concentrada. C1 – dose calculada conforme a norma P4.231; C2 = dose calculada x 2.	118
Figura 48. Teores médios de NO ₃ em solução do solo coletada a 150 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça <i>in natura</i> submetida a tratamento químico. Q1 – dose calculada conforme a norma P4.231; Q2 = dose calculada x 2.	119
Figura 49. Teores médios de NO ₃ em solução do solo coletada a 150 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça <i>in natura</i> submetida a tratamento biológico. B1 – dose calculada conforme a norma P4.231; B2 = dose calculada x 2.	120
Figura 50. Teores médios de K ⁺ em solução do solo coletada em diferentes profundidades de coluna de percolação submetida ao tratamento testemunha durante 5 meses.	123
Figura 51. Teores médios de K ⁺ em solução do solo de colunas de percolação com aplicação de vinhaça <i>in natura</i> na dose calculada conforme a norma P4.231 (V1), coletada em diferentes profundidades durante 5 meses.	128
Figura 52. Teores médios de K ⁺ em solução do solo do solo de colunas de percolação com aplicação de vinhaça <i>in natura</i> dose calculada x 2 (V2) coletada em diferentes profundidades durante 5 meses.	129
Figura 53. Teores médios de K ⁺ em solução do solo do solo de colunas de percolação com aplicação de vinhaça concentrada na dose calculada conforme a norma P4.231 (C1) coletada em diferentes profundidades durante 5 meses.	131

Figura 54. Teores médios de K^+ em solução do solo de colunas de percolação com aplicação de vinhaça concentrada na dose calculada x 2 (C2) coletada em diferentes profundidades durante 5 meses.	131
Figura 55. Teores médios de K^+ em solução do solo de colunas de percolação com aplicação de vinhaça in natura quimicamente tratada na dose calculada conforme a norma P4.231 (Q1), coletada em diferentes profundidades durante 5 meses.	132
Figura 56. Teores médios de K^+ em solução do solo de colunas de percolação com aplicação de vinhaça in natura quimicamente tratada na dose calculada x 2. (Q2), coletada em diferentes profundidades durante 5 meses.	132
Figura 57. Teores médios de K^+ em solução do solo de colunas de percolação com aplicação de vinhaça in natura biologicamente tratada na dose calculada conforme a norma P4.231 (B1), coletada em diferentes profundidades durante 5 meses.	133
Figura 58. Teores médios de K^+ em solução do solo de colunas de percolação com aplicação de vinhaça in natura biologicamente tratada na dose calculada x 2 (B2), coletada em diferentes profundidades durante 5 meses.	133
Figura 59. Médias de teores de K^+ na solução do solo coletada a 50 cm de profundidade da coluna de percolação, após a aplicação de diferentes tipos de vinhaça, durante as 20 semanas de monitoramento.	138
Figura 60. Teores médios de K^+ em solução do solo coletada a 50 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça in natura. V1 – dose calculada conforme a norma P4.231; V2 = dose calculada x 2.	140
Figura 61. Teores médios de K^+ em solução do solo coletada a 50 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça concentrada. C1 – dose calculada conforme a norma P4.231; C2 - dose calculada x 2.	140
Figura 62. Teores médios de K^+ em solução do solo coletada a 50 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça in natura submetida a tratamento químico. Q1 – dose calculada conforme a norma P4.231; Q2 - dose calculada x 2.	141

Figura 63. Teores médios de K^+ em solução do solo coletada a 50 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça in natura submetida a tratamento biológico. B1 – dose calculada conforme a norma P4.231; B2 - dose calculada x 2.	141
Figura 64. Teores médios de K^+ em solução do solo coletada a 100 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça in natura. V1 – dose calculada conforme a norma P4.231; V2 = dose calculada x 2.	143
Figura 65. Médias de teores de K^+ na solução do solo coletada a 100 cm de profundidade da coluna de percolação, após a aplicação de diferentes tipos de vinhaça, durante as 20 semanas de monitoramento.	144
Figura 66. Teores médios de K^+ em solução do solo coletada a 100 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça concentrada. C1 – dose calculada conforme a norma P4.231; C2 - dose calculada x 2.	145
Figura 67. Teores médios de K^+ em solução do solo coletada a 100 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça in natura submetida a tratamento químico. Q1 – dose calculada conforme a norma P4.231; Q2 - dose calculada x 2.	145
Figura 68. Teores médios de K^+ em solução do solo coletada a 100 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça in natura submetida a tratamento biológico. B1 – dose calculada conforme a norma P4.231; B2 - dose calculada x 2.	146
Figura 69. Médias de teores de K^+ na solução do solo coletada a 150 cm de profundidade da coluna de percolação, após a aplicação de diferentes tipos de vinhaça, durante as 20 semanas de monitoramento.	148
Figura 70. Teores médios de K^+ em solução do solo coletada a 150 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça in natura. V1 – dose calculada conforme a norma P4.231; V2 = dose calculada x 2.	150
Figura 71. Teores médios de K^+ em solução do solo coletada a 150 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça concentrada. C1 – dose calculada conforme a norma P4.231; C2 - dose calculada x 2.	150

Figura 72. Teores médios de K^+ em solução do solo coletada a 150 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça in natura submetida a tratamento químico. Q1 – dose calculada conforme a norma P4.231; Q2 - dose calculada x 2.....	151
Figura 73. Teores médios de K^+ em solução do solo coletada a 150 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça in natura submetida a tratamento biológico. B1 – dose calculada conforme a norma P4.231; B2 - dose calculada x 2.	151
Figura 74. Variação da umidade volumétrica ($m^3 m^{-3}$) do solo das colunas de percolação, medida por sonda de TDR a 120 cm, durante 21 semanas de monitoramento.	153
Figura 75. Variação da condutividade elétrica do solo (CEs) das colunas de percolação, medida por sonda de TDR a 120 cm, durante 21 semanas de monitoramento.	156
Figura 76. Variação da condutividade elétrica do solo (CEs) das colunas de percolação, medida por sonda de TDR a 120 cm durante 21 semanas de monitoramento, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça in natura. V1 – dose calculada conforme a norma P4.231... ..	157
Figura 77. Variação da condutividade elétrica do solo (CEs) das colunas de percolação, medida por sonda de TDR a 120 cm durante 21 semanas de monitoramento, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça in natura quimicamente tratada.	158
Figura 78. Variação da condutividade elétrica do solo (CEs) das colunas de percolação, medida por sonda de TDR a 120 cm durante 21 semanas de monitoramento, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça in natura biologicamente tratada.	159
Figura 79. Variação da condutividade elétrica do solo (CEs) das colunas de percolação, medida por sonda de TDR a 120 cm durante 21 semanas de monitoramento, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça concentrada. C1 – dose calculada conforme a norma P4.231.	159

1. INTRODUÇÃO

O Brasil é o maior produtor de cana-de-açúcar do mundo e a indústria de sucroalcooleira é, de longa data, um dos esteios da economia brasileira. A partir da introdução das primeiras mudas no país, em 1532, por mais de dois séculos o açúcar foi o principal produto brasileiro. Além do açúcar, as usinas passaram a ter foco na produção do etanol e, recentemente, na bioeletricidade, nos alcoolquímicos e na comercialização de créditos de carbono (SOUZA; MACEDO, 2010).

Como todo setor produtivo, o sucroenergético também produz resíduos e efluentes. O principal deles é a vinhaça, que resulta da produção de álcool. Atualmente, deixou de ser classificada como resíduo e tem sido considerada um subproduto, face aos benefícios quando aplicada no solo (MARQUES, 2006).

A fim de regulamentar a aplicação de vinhaça em solo agrícola, a CETESB homologou a Norma Técnica P4.231 – Vinhaça – Critérios e Procedimento para Aplicação no Solo Agrícola, que propõe medidas de controle e procedimentos para esta prática agrícola (CETESB, 2005).

Em razão do grande volume de vinhaça gerado, ainda não há alternativa viável que substitua sua disposição por fertirrigação. Na última década, houve evidente avanço na compreensão dos efeitos da aplicação da vinhaça no solo para fins agrícolas. Ainda que persistam algumas dúvidas sobre os benefícios e malefícios de seu uso, é bastante clara a necessidade do suporte técnico-científico na definição da dosagem do efluente a ser aplicada, e esta definição depende do conhecimento dos diferentes atributos do solo, das características hidrogeológicas de cada área e das características do efluente.

O impacto da atividade agrícola sobre a qualidade das águas subterrâneas no Brasil ainda é desconhecido, devido aos poucos estudos realizados sobre o tema. Faz-se necessário, também, o contínuo monitoramento dos aquíferos brasileiros, a fim de identificar a evolução da qualidade das águas subterrâneas e as áreas mais vulneráveis à ação antrópica.

Como alternativa tecnológica para reduzir o potencial poluidor da vinhaça quanto à matéria orgânica, podem ser utilizados métodos de tratamento biológicos e físico-químicos (SOWMEYAN; SWAMINATHAN, 2008) com a finalidade de reduzir a quantidade de matéria orgânica, mas ainda com concentrações consideráveis de nutrientes (MADEJÓN et al., 2001; DÖLL et al., 2010). Entretanto, após os tratamentos, é necessário verificar as alterações que foram causadas no efluente e se este ainda pode ser aplicado no solo.

Por isso, neste trabalho, foi abordado o tema da aplicação de vinhaça em um experimento em escala laboratorial, empregando diversos tipos de vinhaça, incluindo a vinhaça concentrada e submetida aos tratamentos químico e microbiológico, que vem sendo bastante utilizados pelas usinas paulistas atualmente.

1.1. Objetivos

Partindo da hipótese que outros tipos e doses de vinhaça, diferentes da vinhaça *in natura*, podem apresentar efeitos adversos no solo de forma a alterar sua qualidade e a qualidade das águas subterrâneas, mesmo ao considerar os critérios de aplicação da norma P4.231, os objetivos deste trabalho foram:

(a) avaliar a mobilidade dos íons NO_3^- e K^+ que poderiam ser encontradas nas soluções lixiviada e coletadas através dos extratores de solução do solo, instalados em duas profundidades nas colunas de percolação;

(b) verificar, através das sondas de TDR, se a umidade e a CEs da última camada de solo da coluna de lixiviação tiveram alterações nos diferentes tratamentos;

(c) verificar o efeito dos quatro tratamentos de vinhaça sobre os atributos químicos do solo;

(d) avaliar se a taxa e o período de aplicação de vinhaça estabelecidos pela norma CETESB (adotadas de forma a simular as práticas rotineiras de aplicação da vinhaça pelas usinas) estão adequados para a minimização do risco de contaminação do solo e da água subterrânea;

(e) verificar os efeitos residuais dos diferentes tipos e doses de vinhaça utilizados no solo do experimento, após 6 meses de monitoramento; e

(f) contribuir para o aprimoramento da norma CETESB P4.231, através de sugestões elaboradas a partir dos resultados.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

O Brasil é o maior produtor mundial de cana-de-açúcar e o único país do mundo a implantar um combustível alternativo ao petróleo em larga escala (CRESPI et al., 2011). As regiões de cultivo são Sudeste, Centro-Oeste, Sul e Nordeste, permitindo duas safras por ano. Portanto, durante todo o ano, o Brasil produz açúcar e etanol para os mercados interno e externo (UNICA, 2010).

A área cultivada com cana-de-açúcar que será colhida e destinada à atividade sucroalcooleira na safra 2013/2014 está estimada em 8.893 mil hectares, 4,8% maior em relação à safra passada, distribuídos em todos os Estados produtores conforme suas características. A produção de etanol total no Brasil totalizou 23,64 bilhões de litros na safra 2012/13 e está estimada em 25,77 bilhões de litros para 2013/14, um incremento de 8,99% que corresponde a 2,13 bilhões de litros (CONAB, 2013).

No Estado de São Paulo, o cultivo de cana-de-açúcar está em franca expansão. De acordo com os dados da União da Indústria de Cana-de-açúcar (UNICA), a quantidade de cana-de-açúcar processada pelas usinas paulistas, em toneladas, duplicou entre a safra 2000/2001 e a safra de 2008/2009 (UNICA, 2010). Atualmente, o Estado de São Paulo é o maior produtor, com 51,3% da área plantada de cana-de-açúcar do país (4.560,88 mil hectares). A produção deste Estado deverá alcançar 12.651.164,9 mil litros nesta safra, 3,71% maior que a produção da safra 2011/2012, de acordo com o 1º Levantamento de Cana-de-açúcar de abril de 2013 da Companhia Nacional de Abastecimento (CONAB, 2013).

O setor sucroenergético tem passado por um novo ciclo de crescimento desde meados de 1995, com o aumento da exportação de açúcar e com a retomada, a partir de 2001, do crescimento do consumo do etanol pelo mercado externo e, sobretudo, pelo mercado interno na frota de automóveis bicombustível, os chamados *flexfuel* (ELIA NETO et al., 2009). Estimativas mostraram que, em 2011, o Brasil tinha mais de 15 milhões (38,4%) de veículos de ciclo Otto (automóveis, veículos comerciais leves e motocicletas) que podem ser movidos a etanol (etanol hidratado e *flexfuel*). Em 2020, este número pode atingir cerca de 60% da frota nacional, totalizando aproximadamente 40,3 milhões de veículos (BRASIL, 2011a).

Hoje, o Brasil responde por mais de 30% da produção mundial de etanol, com grandes perspectivas de crescimento do mercado internacional dessa commodity (ELIA NETO et al., 2009). Conforme os estudos de expansão da oferta de biocombustíveis líquidos carburantes

para atendimento da demanda total, a produção de etanol no Brasil deverá alcançar aproximadamente 73 bilhões de litros em 2020 (BRASIL, 2011b).

A rápida expansão da produção de etanol de cana-de-açúcar no Brasil tem suscitado uma série de questões sobre as suas consequências negativas e a sustentabilidade dos processos que compõem sua cadeia produtiva (GOLDEMBERG, 2008). Aumentos substanciais na produção de etanol irão exigir efetivas soluções para o gerenciamento de vinhaça (WILKIE, 2000). A tecnologia atual da produção de etanol gera de 10 a 15 litros de vinhaça para cada litro do biocombustível, com composição bastante variável dependendo do processo industrial e da qualidade da cana-de-açúcar (RAVAGNANI et al. 2007).

Embora os estudos sobre a disposição de vinhaça no solo tenham iniciado em 1950, somente com o advento do Proálcool é que foram desenvolvidas pesquisas com o intuito de se verificar a possibilidade de poluição das águas subterrâneas e dos lençóis freáticos por alguns componentes da vinhaça (LYRA et al., 2003).

2.1. A vinhaça: produção e principais características

A vinhaça, resíduo líquido resultante da etapa de destilação do álcool, é o principal efluente das destilarias, por apresentar alto poder poluidor, considerável volume de produção e elevada potencialidade de uso (GOMES et al., 2011). Conforme Ludovice (1997), a vinhaça pode ser considerada uma suspensão de sólidos orgânicos e minerais, contendo os componentes do vinho, não arrastados na etapa de destilação, além de quantidades residuais de açúcar, álcool e compostos voláteis mais pesados. Possui alto potencial poluidor por se tratar de uma suspensão com teor de sólidos em torno de 7%, dos quais 75% são orgânicos e biodegradáveis, apresentando elevadas DQO (Demanda Química de Oxigênio) e DBO (Demanda Biológica de Oxigênio). A DBO deste efluente varia entre 12.000 e 22.000 ppm (FREIRE; CORTEZ, 2000), valor considerado extremamente elevado quando comparado a outros efluentes industriais, como da indústria de papel e celulose e de curtumes (BRAILE; CAVALCANTI, 1993). É uma solução do solo tamponada com pH em torno de 4,3, fato que, aliado à alta temperatura na qual é obtida, lhe confere caráter altamente corrosivo (LAIME et al., 2011).

A composição química da vinhaça indica que a matéria orgânica é seu principal componente, mas elementos químicos, o que inclui cálcio (Ca), magnésio (Mg), sulfato (SO_4^{2-}) e, principalmente, potássio (K) e nitrogênio (N) (Tabela 1), são de grande interesse para o setor sucroenergético por reduzir os custos com a aplicação de fertilizantes.

Tabela 1. Caracterização físico-química da vinhaça (média de 64 amostras de 28 usinas do Estado de São Paulo).

Parâmetros	Concentrações			Padrão por litro de álcool
	Mínima	Média	Máxima	
pH	3,7-4,6	4,4-4,6	4,2-5,0	
Temperatura (°C)	65,00	89,16	110,50	
Demanda Bioquímica de Oxigênio (DBO ₅)(mg/L)	6680,00	16949,76	75330,00	175,13g
Demanda Química de Oxigênio (DQO)(mg/L)	9200,00	28450,00	97400,00	297,60g
Sólidos Solúveis Totais (SST) (mg/L)	10780,00	25154,61	38680,00	268,90g
Cálcio (mg/L CaO)	71,00	515,25	1096,00	5,38g
Cloreto (mg/L Cl)	480,00	1218,91	2300,00	12,91g
Cobre (mg/L CuO)	0,50	1,20	3,00	0,01g
Ferro (mg/L Fe ₂ O ₃)	2,00	25,17	200,00	0,27g
Fósforo total (mg/L P ₂ O ₄)	18,00	60,41	188,00	0,65g
Magnésio (mg/L MgO)	97,00	225,64	456,00	2,39g
Manganês (mg/L MnO)	1,00	4,82	12,00	0,05g
Nitrogênio (mg/L N)	90,00	356,63	885,00	3,84g
Nitrogênio amoniacal (mg/L N)	1,00	10,94	65,00	0,12g
Potássio total (mg/L K ₂ O)	814,00	2034,89	3852,00	21,21g
Sódio (mg/L Na)	8,00	51,55	220,00	0,56g
Sulfato (mg/L SO ₄)	790,00	1537,66	2800,00	16,17g
Sulfito (mg/L SO ₄)	5,00	35,90	153,00	0,37g
Zinco (mg/L ZnO)	0,70	1,70	4,60	0,02g

Adaptado de Rossetto et al. (2010).

Na década de 70, iniciou-se a destinação da vinhaça no solo. As usinas escavavam imensos tanques de acumulação. Destes tanques, a vinhaça era destinada às áreas ditas de inundação, formando-se extensos alagados a fim de permitir sua infiltração no terreno, sem nenhum controle. Por isso, estes locais eram conhecidos como áreas de sacrifício (ANDRADE; DINIZ, 2007).

No início dos anos 80, aconteceram inúmeros episódios de poluição das águas causada pelo lançamento de efluentes líquidos nos corpos d'água. A alta carga orgânica,

associada à baixa vazão dos corpos receptores, provocou incontável mortandade de peixes. Nessa época, as águas de lavagem de cana-de-açúcar e a vinhaça eram lançadas nos rios, prática que foi proibida no ano de 1978 (ANDRADE; DINIZ, 2007; SILVA; FERREIRA, 2010).

Desde a proibição do descarte nos recursos hídricos, a vinhaça, sem nenhum tratamento subsequente, é misturada com outras águas residuárias ou com fertilizantes inorgânicos para posteriormente utilização na fertirrigação das plantações de cana-de-açúcar. Esta solução do solo tem ajudado a proteger os sistemas aquáticos em certa medida, já que não é incomum para as destilarias de pequeno porte a descarga de vinhaça em córregos e rios devido à falta de infraestrutura de aplicação, principalmente em outros estados brasileiros, ou ainda, acidentes ou manuseio inadequado durante o armazenamento e transporte de vinhaça (GUNKEL et al. 2007; MARTINELLI; FILOSO, 2008).

O território brasileiro é constituído, na sua maior parte, por solos ácidos e pobres em nutrientes como o potássio (K). Para torná-los produtivos, são utilizadas grandes quantidades de fertilizantes, que englobam cerca de 40% dos custos variáveis de produção. Consequentemente, é necessário buscar alternativas econômicas aos fertilizantes tradicionais (RESENDE et al., 2010). Neste contexto, surge o interesse pelo uso dos resíduos orgânicos na agricultura brasileira, quando devidamente tratados e, ou, compostados, está fundamentado nos teores de carbono de compostos orgânicos e de nutrientes neles contidos, no aumento da CTC e na neutralização da acidez (ABREU JUNIOR et al., 2005).

A utilização de fertilizantes na cultura de cana-de-açúcar no Brasil é baixa (média aproximada de 0,425 ton ha⁻¹). Isto se deve principalmente à utilização de resíduos industriais da produção do etanol e do açúcar, como a vinhaça e a torta de filtro na forma de fertilizantes orgânicos (DEMATTE, 1992; ROSSETTO et al., 2010; UNICA, 2010).

A fertirrigação é realizada nas áreas mais próximas da usina, que são sistematizadas para receber a vinhaça e outras águas residuárias. A partir de certa distância de uma usina, a aplicação via fertirrigação pode tornar-se antieconômica. O fato é muito preocupante, pois considerando a atual relação média de 1:12 álcool/vinhaça e uma aplicação média de 150 m³ de vinhaça ha⁻¹ ano⁻¹, seriam necessários mais de 5,8 milhões de hectares fertirrigados para absorver os 876 milhões de litros de vinhaça previstos para serem gerados em 2020, conforme estimativa de produção de álcool da CONAB (BRASIL, 2011b; ELIA NETO et al., 2009; SZMRECSÁNYI et al., 2008).

O grande volume de vinhaça gerado a cada safra impõe dificuldades de armazenamento em tanques impermeabilizados e a necessidade de se obter sistemas de

fertirrigação rápidos e eficientes (MUTTON et al., 2007). A porcentagem da área de fertirrigação das usinas é bastante variável, tanto em escala regional, como dentro de uma mesma região. Existem usinas que praticam fertirrigação com vinhaça em 70% da sua área de cultivo (SOUZA, 2007).

2.2. Uso agrícola da vinhaça

Atualmente, a vinhaça é considerada fonte alternativa de nutrientes para uso agrícola (DONZELLI et al., 2005). Sua utilização *in natura*, através da fertirrigação em quantidades racionais, apresenta efeitos altamente positivos sobre a produtividade agrícola (elevação da produtividade por hectare e prolongamento do ciclo da cana-de-açúcar) e ainda reduz a poluição dos rios e mananciais, já que se evita o despejo do resíduo em cursos d'água (MELO; SILVA, 2001). Devido à reciclagem de água e de nutrientes para o solo cultivado, o manejo da cana-de-açúcar que contempla a aplicação de vinhaça também mitiga os efeitos dessa monocultura sobre o ambiente (BEBÉ et al., 2009b).

No Brasil, praticamente toda a vinhaça produzida é usada como fertilizante na irrigação como alternativa para atender as exigências nutricionais da cana-de-açúcar, principalmente as de K (DEMATTE et al., 2004). Em muitas situações, a aplicação de vinhaça elimina a necessidade de utilização de fertilizantes potássicos (MAGALHÃES, 2010; WAAL et al., 2009; WHEALS et al., 1999).

A aplicação da vinhaça como fertilizante teve boa aceitação devido ao pouco investimento inicial, ao baixo custo de manutenção à rápida disposição, aos ganhos compatíveis com o investimento e à baixa dependência de tecnologia complexa (CORTEZ et al., 1992).

A vinhaça pode contribuir para elevar o pH dos solos, melhorar as propriedades físicas, químicas e biológicas dos solos, além de favorecer o aumento da disponibilidade de alguns elementos para as plantas e o desenvolvimento de microrganismos que atuam nas reações químicas do solo, proporcionando mais fácil nitrificação e conferindo-lhe maior índice de fertilidade; principalmente em solos pobres e em regiões mais secas, substituindo os fertilizantes tradicionais. Este efluente também propicia condições mais favoráveis ao ciclo vegetativo da cana-de-açúcar, retardando sua maturação. Porém, pode aumentar a riqueza sacarina e a pureza do caldo, se cortada na ocasião correta. Seu uso contínuo modifica os padrões das terras, além de características e de padrões de solos férteis e produtivos

(ALMEIDA, 1955, apud FREIRE; CORTEZ, 2000; GIACHINI; FERRAZ, 2009; SILVA et al., 2007; COELHO et al., 2006).

A vinhaça também pode promover modificações das propriedades físicas do solo, melhorando a agregação e aumentando a capacidade de infiltração da água no solo. Consequentemente, há aumento da probabilidade de lixiviação de íons, de forma a contaminar as águas subterrâneas quando em concentrações elevadas, além de promover a dispersão de partículas do solo (SILVA et al., 2007).

O estudo de BRITO et al. (2007) indicaram que as variações nos valores de Demanda Bioquímica de Oxigênio (DBO₅), Demanda Química de Oxigênio (DQO), Condutividade Elétrica (CE), Sólidos Dissolvidos Totais (SDT) e pH, decorrentes da aplicação da vinhaça em colunas de solo, não trouxeram maiores preocupações quanto às questões ambientais. Esta afirmação foi feita com base na comparação dos valores dos parâmetros citados no percolado de colunas de solo com os mesmos valores da vinhaça *in natura*. Desta forma, os solos Nitossolo Háptico, Argissolo Amarelo e Espodossolo Cárbico, apesar de apresentarem diferentes texturas e, consequentemente, diferentes propriedades físico-químicas, mostraram elevado poder de retenção, diminuindo sobremaneira a possibilidade do resíduo causar poluição às águas subsuperficiais

Mesmo com os efeitos benéficos da vinhaça no solo, Centurión et al. (1989) alertaram que, quando aplicada em altas taxas, conduz a efeitos indesejáveis, como o comprometimento da qualidade da cana-de-açúcar para produção de açúcar, poluição do lençol freático e até para a salinização do solo. Com a difusão da prática da fertirrigação e com o uso ainda continuado de "áreas de sacrifício", o solo é o elemento dos ecossistemas que passa a ser mais afetado pela disposição da vinhaça (CORAZZA, 2006). Porém, os impactos que incidem sobre o solo repercutem na qualidade das águas, especialmente as subterrâneas.

Camargo et al. (1984) incubaram um LATOSSOLO VERMELHO Distrófico com o objetivo de verificar os efeitos da adição da vinhaça *in natura* e de outros resíduos da agroindústria sucroalcooleira, e verificaram que o teor de nitrato aumentou no solo com o tempo, para o tratamento com a vinhaça *in natura*. Cruz e Righetto (1991), em experimento realizado em áreas com diferentes períodos de aplicação de 300 m³ ha⁻¹ ano⁻¹ de vinhaça por fertirrigação (0, 5, 10 e 15 anos), avaliaram as mudanças na absorção de nitrogênio e na fertilidade do solo. Constataram que houve tendência de manutenção da fertilidade do solo, mas com elevação da concentração de nitratos nas águas subterrâneas.

Os estudos de Hassuda (1989) sobre o efeito da infiltração da vinhaça no aquífero Bauru, um dos mais importantes do Estado de São Paulo, apontaram para riscos de

contaminação das águas subterrâneas relacionadas à aplicação de vinhaça. O autor sugeriu que a avaliação as alterações provocadas pela infiltração da vinhaça nos aquíferos, seja feita pelas indústrias canavieiras, com o objetivo de determinar o impacto da aplicação deste efluente sobre a zona não saturada do solo e sobre o aquífero, principalmente pela avaliação dos parâmetros que excederem os padrões de potabilidade.

Os resultados obtidos por Gloeden (1994) nas análises químicas da água subterrânea da região de recarga regional do Sistema Aquífero Botucatu, demonstraram que os parâmetros carbono orgânico dissolvido (COD), cloreto (Cl⁻), nitrogênio Kjeldahl total, nitrogênio amoniacal (NH₄⁺) e SO₄²⁻, atingiram as águas subterrâneas após a aplicação da vinhaça, causando alterações nos seus valores naturais. Desta forma, estes parâmetros, devido ao fato constatado de que podem atingir a zona saturada e alterar as características naturais de qualidade de água, deveriam ser considerados na decisão de definição de taxas de aplicação da vinhaça, com o intuito de não alterar as características naturais das águas subterrâneas.

A aplicação de vinhaça na fertirrigação de canaviais, apesar de minimizar seu potencial poluidor, não garante o atendimento a todos os parâmetros de qualidade exigidos pela CONAMA 357/2005 (BRASIL, 2005) para rios de Classe 2, podendo afetar a qualidade da água do lençol freático, não somente pelo K, mas também para o nitrato, para uma taxa de aplicação de 300 m³ ha⁻¹ (LYRA et al., 2003).

Szmrecsányi et al. (2008) consideraram que a maior parte dos estudos sobre vinhaça no solo abordou apenas os aspectos relativos à fertilidade, geralmente enfatizando seus efeitos positivos, sendo pouco numerosos e pouco conclusivos os estudos mais aprofundados sobre o potencial poluidor da aplicação desse resíduo sobre o solo e água subterrânea.

A maioria dos estudos sobre o impacto da aplicação da vinhaça dedicou-se à dinâmica do K no solo e ao seu potencial de alcançar as águas subterrâneas (NUNES et al., 1981; SENGIK et al., 1998; BRITO et al., 2005; BEBÉ et al., 2009a). Gonzalo et al. (2005; 2006) observaram que as quantidades de K variaram de 385 e 2369 kg de K₂O, na camada de 0-1 m de solos fertirrigados por 10 anos consecutivos com vinhaça. Os teores estiveram de 2 a 19 vezes mais altos do que em áreas sem aplicação do efluente. Amostras de solo coletadas sob os canais de escoamento de vinhaça, à profundidade de 0,8-1 m, apresentaram 9830 kg K₂O ha⁻¹.

Dalri et al. (2010) identificaram alterações em atributos físicos do solo, já que a aplicação de vinhaça propiciou redução da taxa de infiltração básica do solo de textura franco arenosa, causando efeito negativo para essa característica, pois isso pode elevar o risco de erosão do solo por escoamento superficial.

A possibilidade de a fertirrigação por vinhaça aumentar os níveis de metais em diferentes componentes ambientais, como em solos e, conseqüentemente, na cana-de-açúcar cultivada na região, não pode ser descartada (SEGURA-MUÑOZ et al., 2006; RIBEIRO et al., 2010). Ribeiro et al. (2010), em condições de não equilíbrio (ensaio de lixiviação em colunas), observaram que a aplicação da vinhaça aumentou a lixiviação de Pb em um Cambissolo. Com base nesses resultados, atenção especial deve ser dada a áreas que estejam recebendo vinhaça ao longo dos anos e que estejam ocasionalmente sujeitas à contaminação por Pb.

2.3. O Potássio

O potássio é o cátion mais abundante na planta, sendo adsorvido em grandes quantidades pelas raízes. Tem importante função no estado energético da planta, na translocação e no armazenamento de assimilados e na manutenção da água nos tecidos vegetais. Este cátion tem alta mobilidade nas plantas, o que explica as principais funções e características do K^+ como principal elemento que atua na neutralização das cargas e como o mais importante e ativo componente inorgânico osmótico. A alta concentração do K nos cloroplastos e no citoplasma é responsável pela manutenção do pH das células e dos tecidos entre 7 e 8. Em plantas deficientes em K, se o pH interno cai para abaixo de 7, muitos processos fisiológicos podem ser paralisados (MEURER, 2006).

O potássio é um nutriente importante para a cana-de-açúcar, sendo o mais extraído pela cultura (MALAVOLTA, 1994), principalmente pela cana-soca (KORNDÖRFER, OLIVEIRA; 2005). A cana-de-açúcar apresenta, ainda, consumo de luxo, ou seja, mesmo absorvendo o K em altas quantidades, não há prejuízo à produtividade (Malavolta, 1980 citado por Flores et al., 2012). Além disso, a produtividade da cultura da cana-de-açúcar apresentou uma relação direta com o aumento da razão de adsorção de K no solo (ZOLIN et al., 2011; BEBÉ et al., 2009a; ROSSETTO et al., 2004). Entretanto, o excesso desse elemento não é desejável para a fabricação do açúcar, pois seus altos teores no caldo dificultam a cristalização, reduzindo o rendimento industrial de açúcar. Já, no entanto, altos teores de cinzas favorecem a produção de álcool, agindo como fonte de nutrientes para as leveduras (RODRIGUES, 1995).

Após o nitrogênio (N), o K é o nutriente requerido em maiores quantidades pelas culturas (RESENDE et al., 2006). Entretanto, diferentemente do N que pode ser disponibilizado por processos de fixação biológica, não existem fontes renováveis de K, de

modo que sua disponibilidade às plantas depende essencialmente das reservas do solo e da aplicação de fertilizantes. Nas condições brasileiras, o problema agrava-se pelo fato de os solos serem pobres em minerais contendo K e apresentarem baixa capacidade de retenção de cátions, o que favorece a lixiviação do K oriundo dos fertilizantes para fora da zona de crescimento radicular (VILELA et al., 2004; CURI et al., 2005).

A disponibilidade de K, assim como a capacidade de suprimento deste nutriente pelo solo, depende da presença de minerais primários e secundários, da aplicação de fertilizantes, da CTC e do pH do solo e da ciclagem do nutriente pelas plantas (WERLE et al., 2008; ERNANI et al., 2007). Em estudo de adsorção, Nicochelli et al. (2012) observaram que o íon K^+ teve maior afinidade com a amostra de solo com maior percentual de argila e maior CTC. Concluíram que na maioria das concentrações de KCl adicionadas, o material caulínico adsorveu quantidade maior de K do que a amostra de solo laterítico, fato esse explicado pela maior capacidade de troca catiônica e pela predominância de cargas superficiais negativas do material caulínico quando comparado aos minerais oxídicos (SANTOS et al., 2006).

A lixiviação consiste no movimento vertical dos íons no perfil do solo para profundidades abaixo daquelas exploradas pelas raízes. Ela preocupa tanto sobre o ponto de vista ambiental quanto econômico, porque o K é o segundo nutriente mais absorvido pela maioria das espécies vegetais. A lixiviação de K depende de sua presença em concentrações significativas na solução do solo do solo, razão por que aumenta com a adição de fertilizantes potássicos e da quantidade de água que percola no perfil. A lixiviação é um fenômeno importante em solos com baixa CTC, especialmente em áreas com alta precipitação pluvial (ERNANI et al., 2007).

O K adicionado via adubação potássica, assim como aquele disponibilizado da palha que permanece sobre o solo, pode ser intensamente lixiviado no perfil do solo, dependendo da quantidade de chuva, da dose de nutriente e da textura do solo, entre outros fatores (ROSOLEM et al., 2006; OTTO et al., 2010). Tendo em vista os altos teores de nutrientes, como K, Ca e Mg e, principalmente, de matéria orgânica, a disposição da vinhaça no solo como fertilizante não deve ultrapassar a capacidade de retenção de água do solo (SILVA et al., 2007), uma vez que pode ocorrer lixiviação de vários desses elementos, sobremaneira do K, presente em grande quantidade nesse resíduo, com a possibilidade de alcançar as águas subsuperficiais (NICOCHELLI, 2012).

Nos estudos de Zolin et al. (2011) e de Canellas et al. (2003), a aplicação de vinhaça contribuiu para o aumento dos teores de carbono orgânico e de K no solo. Os resultados da aplicação de vinhaça durante sete anos consecutivos em um LATOSSOLO VERMELHO

AMARELO Distrófico álico, textura arenosa, mostraram um aumento significativo na quantidade de nutrientes disponíveis para a planta após quatro aplicações consecutivas divididas em quatro anos. A concentração de K aumentou significativamente até a profundidade de 100 cm, de acordo com aumento das doses de vinhaça aplicadas. A dose máxima de vinhaça ($300 \text{ m}^3 \text{ ha}^{-1}$) produziu 73 t ha^{-1} adicionais de cana-de-açúcar em seis anos, ou o equivalente a um corte a mais, quando comparada com a adubação mineral convencional (PENATTI et al., 2005; DONZELLI et al., 2005).

A fertirrigação com vinhaça em longo prazo leva ao acúmulo de K no solo, o que resulta em níveis muito altos do elemento, toxicologicamente relevantes. Assim, o K pode ser considerado um indicador para os efeitos da vinhaça nas águas subterrâneas ou de superfície, e poderia ser usado para controlar as taxas de aplicação para reduzir a contaminação da água pela fertirrigação com vinhaça (GUNKEL et al., 2007).

Os efeitos do consumo excessivo de K são pouco difundidos, mas a hipercalemia é a alteração mais comum do organismo causada pela ingestão de elevadas concentrações do elemento, caracterizada pelo desbalanço osmótico entre os líquidos intra e extracelular, levando a sérias situações clínicas, tais como a deficiência de insulina, lise celular e diminuição da excreção renal (ROCHA, 2009).

Tabela 2. Valores de Potássio Total do 3º Quartil por triênio no período 1998 a 2012 nos aquíferos do Estado de São Paulo e Valor de Referência da Qualidade (VRQ) das águas subterrâneas do Estado de São Paulo para o parâmetro potássio.

Aquífero	Potássio Total ($\text{mg L}^{-1} \text{ K}$)					VRQ ¹
	1998-2000	2001-2003	2004-2006	2007-2009	2010-2012	
Bauru	4,8	4,5	4,3	4,5	5,6	4,5
Serra Geral	2,5	2,7	2,1	2,1	2,3	2,0
Guarani	4,0	4,2	4,0	4,1	5,0	4,0
Tubarão	2,5	2,4	2,1	2,1	2,4	2,0
Pré-cambriano	3,2	3,0	2,3	2,2	2,8	2,5
Taubaté	4,1	3,4	5,0	3,7	4,5	5,0
São Paulo	-----	-----	4,5	5,2	4,8	4,5

Adaptado de CETESB (2010) e de CETESB (2013). ¹Os valores em negrito ultrapassaram os VRQs estabelecidos para os aquíferos.

Apesar de não existirem valores de referência de K para solos, eles estão estabelecidos para as águas subterrâneas do Estado de São Paulo. No Relatório da Qualidade das Águas Subterrâneas do Estado de São Paulo, no período de 2010 a 2012, observou-se elevação dos

teores de K nos Aquíferos Bauru e Guarani (CETESB, 2013) (Tabela 2). As possíveis fontes de potássio não foram citadas no relatório da CETESB.

2.4. O Nitrato

O nitrogênio (N) é o quarto elemento mais abundante na planta, depois do carbono, hidrogênio e oxigênio. O N é constituinte de vários compostos em plantas, destacando-se os aminoácidos, ácidos nucleicos e clorofila. Assim, as principais reações bioquímicas envolvem a presença do N, o que o torna um dos elementos mais absorvidos por plantas cultivadas (CANTARELLA, 2007). Sua deficiência resulta em clorose gradual das folhas mais velhas e redução do crescimento da planta (SOUZA; FERNANDES, 2006).

Os tecidos vegetais apresentam, de maneira geral, teores de N que variam de 2 a 5% da matéria seca. As plantas são capazes de absorver N do meio nas formas de N_2 , uréia, NH_4^+ e NO_3^- , sendo esta última predominante em condições naturais, devido ao processo de nitrificação. As formas NH_4^+ e NO_3^- são rapidamente absorvidas pelas raízes das plantas e a maior absorção de uma forma em relação a outra é acompanhada por variações no pH do meio (FAQUIN, 2005).

O NO_3^- , por ser um ânion, não é retido em solos cuja predominância de cargas seja negativa, apresentando, por isso, grande potencial de lixiviação, o que pode causar sérios problemas de poluição das águas subterrâneas (LELIS NETO, 2008). Do ponto de vista eletroquímico, existe grande diferença entre a adsorção de NO_3^- e a de outros oxianions, como fosfato (PO_4^{3-}), sulfato (SO_4^{2-}) e borato ($H_2BO_3^-$) (ALLEONI et al., 2009). O NO_3^- é adsorvido, via de regra, por mecanismos eletrostáticos dependentes exclusivamente da carga do solo (ALCÂNTARA; CAMARGO, 2005). A baixa adsorção de NO_3^- nas camadas superficiais do solo deve-se, principalmente, ao acúmulo de matéria orgânica (MO), que é a principal fonte de cargas elétricas negativas em solos altamente intemperizados, como os LATOSSOLOS, excluindo ou repelindo o ânion da superfície dos colóides. Além disso, a menor capacidade de troca de ânions (CTA) dos horizontes superficiais deve-se ao efeito físico da MO, ao bloquear os sítios de carga positiva das superfícies dos óxidos de Fe e de Al (MARCANO-MARTINEZ; McBRIDE, 1989).

O NO_3^- é muito susceptível à competição com outros ânions, como o PO_4^{3-} e o SO_4^{2-} , que normalmente são adicionados à superfície do solo por meio de fertilizantes e outros insumos (KINJO; PRATT, 1971). A adição de PO_4^{3-} e SO_4^{2-} pode provocar aumento das cargas negativas do solo pela sua própria adsorção, o que favorece ainda mais a lixiviação do

NO_3^- , uma vez que o ânion é adsorvido eletrostaticamente (ALCÂNTARA; CAMARGO, 2005).

Em solos que apresentam inversão de carga em subsuperfície, muito comum em LATOSSOLOS, a retenção de NO_3^- deve ser maior do que naqueles em que a carga elétrica líquida é negativa em todo o perfil. Porém, Oliveira et al. (2000) concluíram que a adsorção de NO_3^- é sempre maior nos horizontes subsuperficiais do solo, independentemente da sua carga elétrica líquida. Esses autores argumentaram que a maior adsorção de NO_3^- em subsuperfície está associada com os menores teores de MO do que com qualquer outro fator. Cahn et al. (1992) verificaram que a adsorção de NO_3^- variou de pequenas quantidades na camada de 0-15 cm a até 25-50 % na camada 90-120 cm, ou seja, a adsorção de NO_3^- aumentou com a profundidade. O incremento dos teores de MO em subsuperfície pode deslocar o NO_3^- da superfície dos colóides, principalmente por ácidos orgânicos solúveis, frequentemente presentes na vinhaça.

A textura do solo e o conteúdo de MO têm maior influência nas perdas por lixiviação. Solos de textura arenosa e de baixo conteúdo de MO tendem a permitir maiores perdas de NO_3^- por lixiviação, enquanto as menores perdas devem ocorrer em solos argilosos (MUCHOVEJ; RECHCIGL; 1994). A velocidade de difusão do NO_3^- , maior em solos arenosos com pouca agregação e menor em solos argilosos com ou sem agregados de maior tamanho, afeta a taxa de lixiviação. Isso ocorre quando a maior parte do NO_3^- está ou é produzida no interior dos agregados, como é o caso do N mineralizado pela matéria orgânica do solo (MOS). Nestas circunstâncias, o NO_3^- é lixiviado mais lentamente. Por outro lado, o NO_3^- pode ser lixiviado mais rapidamente, mesmo em solo argiloso, se em alta concentração na solução do solo e ocorrer uma chuva de média a grande intensidade que desce rapidamente por fissuras ou ao redor de grânulos do solo, de modo que impossibilite a difusão do íon para seu interior (CANTARELLA, 2007).

Em geral, as perdas de NO_3^- por lixiviação em solos arenosos são mínimas quando o N é aplicado em taxas menores que $200 \text{ kg ha}^{-1}\text{ano}^{-1}$ e aumenta rapidamente em taxas maiores. Nesses solos, os limites de potabilidade (10 mg L^{-1}) da água subterrânea foram suplantados para taxas de aplicação entre 350 e $400 \text{ kg ha}^{-1}\text{ano}^{-1}$ em áreas cultivadas com pastos (COSTA et al., 1999). Oliveira et al. (2000), a partir de experimentos com LATOSSOLO tratado com lodo de esgoto e cultivado com cana-de-açúcar, observaram aumentos da concentração de NO_3^- na solução do solo do solo a 0,3, 0,6 e 0,9 m de profundidade.

O processo de nitrificação que ocorre no solo apresenta significativa relevância quando da transformação do íon NH_4^+ para nitrito (NO_2^-) e NO_3^- , resultando em mudança de carga positiva para negativa (DEMATTÊ, 1992). Como a maior parte da fração coloidal orgânica e inorgânica do solo possui carga negativa, os íons de carga positiva, como o NH_4^+ , são atraídos para a sua superfície. Por outro lado, a nitrificação modifica a carga líquida do íon, o que significa que o NO_2^- e o NO_3^- podem ser lixiviados rapidamente no perfil do solo até atingir o lençol freático. Este é um processo duplamente comprometedor, uma vez que representa uma perda de formas adsorvidas de N que poderiam ser assimiladas pelas plantas e transformadas em biomassa e por se constituir em potencial de poluição das águas subterrâneas.

Com respeito à qualidade das águas subterrâneas, o NO_3^- tem recebido maior atenção, devido a sua maior mobilidade no solo e, conseqüentemente, facilidade para alcançar os aquíferos, além de seu potencial para causar problemas de saúde pública, já que concentrações acima de 10 mg L^{-1} de nitrato (CETESB, 2005) constituem condições para a ocorrência de metamoglobinemia (limitações de transporte de oxigênio pelo sangue) e de nitrosaminas e nitrosamidas carcinogênicas (ALABURDA; NISHIHARA, 1998). As crianças pequenas, principalmente as menores de três meses de idade, são bastante suscetíveis ao desenvolvimento desta doença por causa das condições mais alcalinas do seu sistema gastrointestinal, fato também observado em pessoas adultas que apresentam gastroenterites, anemia, porções do estômago cirurgicamente removidas e mulheres grávidas (BOUCHARD et al., 1992; OLIVEIRA et al., 1987 citados por FREITAS et al., 2001).

Estudos sobre a dinâmica de NO_3^- em solo fertirrigado com vinhaça são escassos e ainda não reúnem informações conclusivas sobre o potencial de poluição. De acordo com o Relatório da Qualidade das Águas Subterrâneas do Estado de São Paulo (CETESB, 2010), as cidades paulistas tem expandido as redes de coleta e de tratamento de esgoto, mas a avaliação da evolução das concentrações dos compostos nitrogenados nos poços monitorados pela CETESB mostra aumento desses contaminantes nos aquíferos, sugerindo que a contaminação por NO_3^- pode vir a decorrer de outras fontes. Por exemplo, na Bacia no Alto do Paranapanema (Unidade de Gerenciamento de Recursos Hídricos - UGRHI 22), a coleta de esgoto está em 97,5% e o tratamento é de 89,1%. Ainda assim, foram registrados níveis elevados de NO_3^- , com base nos resultados coletados pela CETESB nos 5 pontos de amostragem em uma área de 12.395 km^2 , dos quais 4 estão localizados no importante Aquífero Bauru. Destaca-se que a região tem sua base econômica em atividades de usinas de

açúcar e álcool, frigoríficos e abatedouros, que passaram a constituir fontes importantes de NO_3^- (CETESB, 2010).

No Relatório da Qualidade das Águas Subterrâneas do Estado de São Paulo do período de 2010 a 2012 (CETESB, 2013) foi destacado o aumento das concentrações de NO_3^- no Aquífero Serra Geral e sua estabilização nos aquíferos Bauru e Pré-Cambriano. Para os Aquíferos Taubaté, Guarani e Serra Geral, verificou-se tendência de aumento nos valores de condutividade associada ao incremento de sódio.

De acordo com o relatório da CETESB (2013), no Aquífero Bauru, o nitrato ultrapassou o padrão de potabilidade de 10 mg N L^{-1} nos pontos de Murutinga do Sul, Vista Alegre do Alto e, principalmente, de Luiziânia, com resultados até quatro vezes superior ao valor máximo permitido (VMP). As concentrações nos pontos de Gália e de Guarani d'Oeste ultrapassam o valor de prevenção de 5 mg N L^{-1} . Nas proximidades dos poços instalados em Luiziânia, Murutinga do Sul e Vista Alegre do Alto foram registradas, respectivamente, a existência currais, fossas sépticas e cultivo de cana-de-açúcar, quando foram realizados o levantamento preliminar e a primeira amostragem de qualidade. Em Gália e Guarani d'Oeste há a presença de fossa e criação de animais em área aberta nas proximidades dos poços.

Em resumo, os resultados da Rede de Monitoramento da Qualidade das Águas Subterrâneas do triênio 2010-2012 mostraram que houve redução no número de poços com concentrações elevadas de NO_3^- . Oito poços ultrapassaram o padrão de potabilidade e vinte e dois poços tiveram pelo menos uma amostra com resultado entre 5 e 10 mg N L^{-1} , ou seja, respectivamente 3% e 9% dos poços monitorados (Tabela 3). No período 2007-2009 (CETESB, 2010) foram registrados resultados acima do VMP em oito poços (5%) e acima do valor de prevenção e abaixo do de potabilidade em trinta poços (17%). Observou-se em alguns poços a diminuição das concentrações de NO_3^- . Alguns estudos associaram as concentrações elevadas de NO_3^- em poços que captam água dos aquíferos do Estado de São Paulo, às porções mais antigas das áreas urbanas e nas áreas rurais, onde se concentraram fossas negras e sépticas, vazamentos de redes coletoras de esgotos e áreas de deposição de resíduos (CETESB, 2013).

Segundo Hassuda (1989), cerca de 97% das usinas e destilarias do Estado de São Paulo encontram-se sobre três domínios geológicos, que constituem os principais sistemas aquíferos do Estado de São Paulo: 43% sobre o domínio do Grupo Bauru, 25% sobre o domínio da Formação Serra Geral e 29% sobre a Formação Botucatu.

Tabela 3. Valores de Nitrogênio Nitrato do 3º Quartil por triênio no período 1998 a 2012 nos aquíferos do Estado de São Paulo e Valor de Referência da Qualidade (VRQ) das águas subterrâneas do Estado de São Paulo para o parâmetro nitrato.

Aquífero	Nitrogênio Nitrato ($\text{mg L}^{-1} \text{NO}_3^-$)					VRQ ¹
	1998-2000	2001-2003	2004-2006	2007-2009	2010-2012	
Bauru	2,78	2,88	3,91	4,99	4,45	1,5
Serra Geral	0,30	0,46	0,66	0,84	1,46	0,5
Guarani	0,30	0,30	0,30	0,31	0,29	0,3
Tubarão	0,20	0,23	0,22	<0,2	0,23	0,2
Pré-cambriano	0,25	0,55	0,56	0,89	0,90	0,4
Taubaté	<0,01	0,02	0,01	0,20	0,12	0,2
São Paulo	-----	-----	<0,2	<0,2	<0,2	0,2

Adaptado de CETESB (2010) e CETESB (2013). ¹Os valores em negrito ultrapassaram os VRQs estabelecidos para os aquíferos.

Além do mapeamento da distribuição dos cultivos agrícolas mais importantes, principalmente da cana-de-açúcar que confronta com a localização das áreas de recarga e de poços profundos, visando o estabelecimento de zonas potenciais de contaminação, torna-se necessário também a desenvolvimento de um inventário de aplicação de fertilizantes e de resíduos agroindustriais no solo, para uma estimativa mais precisa do potencial gerador de carga contaminante da atividade agrícola no subsolo (CASAGRANDE; SALVADOR, 2009). Para prevenir a minimizar a poluição das águas subterrâneas por NO_3^- , é necessário um controle das taxas de N aplicadas anualmente ao solo, além da compreensão dos fatores intervenientes na mobilidade do ânion no solo (LELIS NETO, 2008).

2.5. Os tratamentos de vinhaça

O efluente proveniente da destilação de soluções alcoólicas posterior ao processo de fermentação, conhecido como vinhaça, pode levar ao solo e aos recursos hídricos uma grande carga poluidora. A eliminação de poluentes e da cor de efluentes de destilaria está se tornando cada vez mais importante do ponto de vista ambiental e estético (PANT; ADHOLEYA, 2007). O tratamento antes do uso de vinhaça para fertirrigação pode reduzir a quantidade de matéria orgânica biodegradável, preservando as propriedades de adubação e de irrigação da vinhaça (GUNKEL et al., 2007).

Com a interdição do lançamento da vinhaça em rios e aquíferos superficiais, a questão sobre o que fazer com a vinhaça, a partir de então, passou a fazer parte da pauta da pesquisa tecnológica, seja de grupos de cientistas, seja de pesquisadores individuais, tanto em

instituições públicas de pesquisa, quanto na própria agroindústria canavieira. Com a perspectiva de aumento substancial da produção de vinhaça e, tendo em vista o aumento do controle sobre a disposição do resíduo, surgiram diversas iniciativas de busca de tecnologias para solucionar o problema (FARIA et al., 2011).

A disposição direta da vinhaça no solo ou na água subterrânea (rios, córregos ou lagos), ou mesmo para a irrigação direta das culturas, polui o meio ambiente devido ao seu alto conteúdo orgânico, sólidos dissolvidos e muitos outros compostos que podem ser tóxicos ou contaminantes sob certas condições ambientais (ESPAÑA-GAMBOA et al., 2011). Há necessidade urgente de resolver as limitações dos métodos existentes e desenvolver integrados os processos de tratamento que fornecem uma solução do solo completa para o tratamento de águas residuais provenientes das destilarias (SATYAWALI; BALAKRISHNAN, 2008).

Diferentes processos cobrindo os métodos anaeróbicos e aeróbicos, bem como os físico-químicos, têm sido empregados para tratar a vinhaça. O tratamento anaeróbio é o tratamento mais atrativo, principalmente devido à remoção de DBO acima de 80% combinada com a recuperação de energia na forma de biogás. Tratamentos adicionais para reduzir a carga orgânica residual e a cor incluem métodos biológicos, empregando diferentes fungos, bactérias e algas, e métodos físico-químicos, tais como adsorção, coagulação/precipitação, oxidação e filtração por membranas (SATYAWALI; BALAKRISHNAN, 2008).

A maioria das propostas de tratamentos físico-químicos e biológicos para vinhaça consiste em alterar a característica do poluente através da degradação de compostos orgânicos e substâncias tóxicas, além de promover sua transformação em resíduo biodegradável. Os tratamentos físico-químicos geralmente utilizam grande quantidade de reagentes a fim de oxidar os contaminantes orgânicos, enquanto os biológicos são conhecidos por serem métodos mais eficazes para o tratamento de diferentes tipos de águas residuárias industriais altamente contaminados (ESPAÑA-GAMBOA et al., 2011).

Ambos os sistemas aeróbio e anaeróbio de tratamento biológico são comumente usados para tratar os efluentes das plantas agroindustriais, incluindo os efluentes das destilarias. Nos últimos anos, a atenção está sendo orientada para utilizar atividade microbiana (bactérias e fungos) para a descoloração e mineralização da vinhaça. Além disso, os efluentes tratados biologicamente poderiam ser usados de forma segura e eficaz para aumentar a produtividade do solo (PANT; ADHOLEYA, 2007).

Em vinhaças pré-tratadas por um processo anaeróbio foi possível determinar a presença de condições satisfatórias para o crescimento de microalgas (PANT; ADHOLEYA, 2007). Tratamento por microalgas remove nutrientes, matéria orgânica e cor das águas

residuais. O tratamento de efluentes de destilaria pré-tratados anaerobiamente usando as microalgas *Chlorella vulgaris*, seguidas por *Lemna minuscula*, resultou em redução de 52% da cor (ESPAÑA-GAMBOA et al., 2011).

Nos ensaios com vinhaça realizados por Bonini (2012), verificou-se a remoção de 60,8% de DQO pela cianobactéria *Aphanothece microscopica Nægeli*, com crescimento expressivo e alto rendimento em biomassa. Desta forma, existe a possibilidade de utilização da vinhaça como meio de cultivo para microalgas, com destaque para a cianobactéria citada, com a possibilidade de produzir biomassa com alto valor agregado a partir de um meio de baixo custo.

Os tratamentos físico-químicos se mostram importantes ferramentas para o tratamento da vinhaça. O processo integrado Fenton-coagulação/floculação (processo químico baseado nas reações de oxido-redução) utilizando hidróxido de cálcio ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) como precipitante de base, foi empregado no estudo de Beltran et al. (2005) para tratar as águas residuais de destilarias. No experimento que utilizou a razão molar ideal ($[\text{H}_2\text{O}_2]_0:[\text{Fe}^{2+}]_0 = 15 \text{ mol/mol}$), foram removidos 84% da demanda química de oxigênio (DQO) e 100% da turbidez.

Zayas et al. (2007) empregaram métodos de coagulação e floculação e de oxidação eletroquímica para tratar a vinhaça, já submetida à tratamento biológico. Os resultados do experimento mostraram que o processo da coagulação/floculação, com a concentração de coagulante de 20 mg L^{-1} e pH de 8,4, removeu 84% da DQO e aproximadamente 99% da cor e turbidez. O tratamento subsequente, por oxidação eletroquímica, satisfatoriamente complementou a purificação da vinhaça, produzindo eficiências de remoção de mais de 95% para DQO e da ordem de 100% para cor e turbidez.

A vinhaça concentrada pode ser uma alternativa para facilitar o transporte do efluente para áreas mais distantes, contribuindo para a nutrição da cana-de-açúcar com uma economia significativa para o país em fertilizantes importados. No entanto, a investigação é ainda mais urgentemente necessária para descobrir se a vinhaça concentrada é um poluente potencialmente maior do que a vinhaça *in natura* (ROSSETTO, 2010). Por exemplo, a aplicação direta da vinhaça de beterraba concentrada em terras agrícolas levou a problemas econômicos e ambientais devido à alta salinidade, baixo teor de P ($0,06 \text{ g kg}^{-1}$) e caráter líquido denso ($1,3 \text{ g cm}^{-3}$) (DIAZ et al., 2002).

A concentração da vinhaça pode ser fonte de água para a indústria sucroenergética, além de diminuir o volume de vinhaça a ser transportada para o campo. A concentração da vinhaça é uma opção para reduzir os custos de transporte em caminhões-tanque para a lavoura

com fins de fertilização. Os mesmos equipamentos e técnicas usados na aplicação de vinhaça *in natura* podem ser usados na aplicação de vinhaça concentrada com até °Brix (FARIA et al., 2011).

A vinhaça concentrada é uma opção considerada promissora em algumas usinas, mas pouco se conhece sobre seus efeitos no solo e sobre sua eficiência agrônômica, já que doses muito elevadas poderão acarretar em desbalanço de cátions básicos no solo, principalmente devido ao K, e em perdas de nutrientes por lixiviação, devido a grande concentração de íons aplicada na linha de plantio (SILVA, 2012).

Não são frequentemente encontrados trabalhos que avaliaram o comportamento de vinhaça concentrada ou submetida a tratamentos físico-químicos e microbiológicos, por isso o comportamento desses novos tipos de vinhaça no solo ainda é pouco desconhecido. Com o estabelecimento de normas mais rigorosas para a eliminação desse resíduo, tem havido um interesse crescente no desenvolvimento de novas tecnologias e de procedimentos para o seu tratamento (BELTRAN et al., 2005). Observa-se, portanto, a grande importância em verificar o comportamento dessas vinhaças no solo agrícola, já que, mesmo posteriormente aos tratamentos, a vinhaça pode manter tanto seu potencial agrônômico quanto o poluidor.

2.6. A legislação relacionada à destinação da vinhaça

A portaria nº 158, de 03 de novembro de 1980, considera que, além da vinhaça, os demais efluentes das destilarias de álcool e de bebidas alcoólicas, bem como os efluentes das usinas de açúcar, prejudicam de maneira sensível o abastecimento d'água para as cidades e para as atividades econômicas, alterando de forma intensa o equilíbrio ecológico das águas interiores e causando sérios prejuízos aos recursos pesqueiros (BRASIL, 1980).

A Portaria GM nº 323, de 29 de novembro de 1978, proibiu, a partir da safra de 1979/1980, o lançamento, direto ou indireto, da vinhaça em qualquer coleção hídrica, pelas destilarias de álcool instaladas ou que venham a se instalar no País, deixando de prever, contudo, a poluição causada pelas destilarias de bebidas alcoólicas (BRASIL, 1978).

Os artigos nº 51 e nº 52 do decreto estadual nº 8486 de 1976 apontam que não é permitido depositar, dispor, descarregar, enterrar, infiltrar ou acumular no solo, resíduos, em qualquer estado da matéria, desde que poluentes e, o solo, somente poderá ser utilizado para destino final de resíduos de qualquer natureza, desde que sua disposição seja feita de forma adequada, estabelecida em projetos específicos de transporte e destino final, ficando vedada a

simples descarga ou depósito, seja em propriedade pública ou particular (SÃO PAULO, 1976).

A resolução do solo do Conselho Nacional de Meio Ambiente (CONAMA) nº 357 de 2005 em seu artigo 29º declara que a disposição de efluentes no solo, mesmo tratados, não poderá causar poluição ou contaminação das águas (BRASIL, 2005). Entretanto, devido à necessidade de se destinar o grande volume de vinhaça no solo agrícola de forma controlada, a CETESB homologou a Norma Técnica P4.231 – Vinhaça – Critérios e Procedimento para Aplicação no Solo Agrícola, através da Decisão de Diretoria nº 35, de 09 de março de 2005. A criação da norma elaborada por esta companhia propôs medidas de controle e de procedimentos para esta prática agrícola (CETESB, 2005).

Este documento demonstrou ser um instrumento de gestão de grande avanço ambiental, já que a fertirrigação com vinhaça e o armazenamento desse efluente já vinham sido empregados pelas usinas, sem qualquer critério. Entretanto, cabe expressar que, com a criação desta norma, abre-se um grande espaço para pesquisa científica para avaliar sua eficiência e seu suposto impacto positivo na preservação ambiental (KLEIN et al., 2009).

Há alguns tópicos desta norma que requerem maior detalhamento ou modificações. A equação de cálculo para a taxa de aplicação de vinhaça considera somente a CTCt do solo e o teor de K do solo e da vinhaça. Segundo a norma, o teor de K do solo deve ser avaliado na profundidade de 0 a 80 cm. Entretanto, esta profundidade deve ser reavaliada, já que a profundidade média da zona de influência de 90% das raízes da cana-de-açúcar em solos brasileiros não ultrapassa os 40 cm de profundidade (KORNDÖRFER et al., 1989). Ao se realizar a análise de K em uma amostra de 0-80 cm, a concentração de K pode ser subestimada, já que o potássio, geralmente, fica retido nas camadas superficiais do solo e, conseqüentemente, a dose de vinhaça aplicada pode ser maior e exceder não poderá exceder 5% da CTC nas camadas superficiais.

O monitoramento das águas subterrâneas na área dos tanques de monitoramento não é protocolado junto aos planos de aplicação de vinhaça pelas usinas. Portanto, não há informações sobre as alterações que tanques de armazenamento de vinhaça antigos possam ter causado (ou possam causar atualmente) nos aquíferos. Entretanto, as usinas ficaram isentas de cumprir este item, já que há outro item na norma que dispensa a instalação dos poços de monitoramento caso ocorra a implantação de drenos testemunha nos tanques.

Quando se trata das instruções da aplicação de vinhaça no item nº 6 da norma CETESB, não há definições sobre os intervalos que devem ser adotados para as taxas de aplicação de vinhaça superiores a $150 \text{ m}^3 \text{ ha}^{-1}$, ficando assim sob a decisão da própria usina.

Com o surgimento de outros tipos de vinhaça com grandes alterações nos teores de íons e compostos nitrogenados, a equação da norma CETESB pode não ser adequada para o controle da poluição do solo e das águas subterrâneas na forma em que está descrita atualmente.

3. MATERIAL E MÉTODOS

3.1. O Solo

O solo empregado nesse estudo foi um LATOSSOLO VERMELHO Eutrófico (LVe) (EMBRAPA, 2006), coletado no Centro de Ciências Agrárias (CCA), da Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), no município de Araras – SP (Figura 1). A ordem dos LATOSSOLOS, amplamente cultivada com cana-de-açúcar e fertirrigada com vinhaça, ocupa cerca de 50% da área do Estado de São Paulo. A subordem dos LATOSSOLOS VERMELHOS representa 39% da área paulista (OLIVEIRA, 1999). A coleta das amostras de solo foi feita de modo a reproduzir a sequência típica de horizontes dos Latossolos (A_p - B_w) até a profundidade de 110 cm (BRITO et al., 2007), em quatro camadas distintas: 0-20 cm; 20-50 cm; 50-80 cm e de 80-110 cm. Conforme procedimentos da EMBRAPA (1997) foram coletadas amostras indeformadas, para a caracterização física, e deformadas para a caracterização química e preenchimento das colunas de percolação.



Figura 1. Trincheira de LATOSSOLO VERMELHO Eutrófico em área da UFSCar – Campus Araras - SP, usada para coleta de amostras até a profundidade de 110 cm.

3.1.1. Caracterização química

Para cada uma das quatro camadas de solo (0-20 cm, 20-50 cm, 50-80 cm e 80-110 cm), foram coletadas três repetições de amostras deformadas. Cada repetição representou uma amostra composta, constituída por cinco subamostras homogeneizadas em um balde. O material das 12 amostras foi preparado conforme procedimentos descritos por EMBRAPA (1997), ou seja, seco ao ar e passado por peneira de malha de 2 mm (Figura 2).



Figura 2. Preparo de amostra deformada de LATOSSOLO VERMELHO Eutrófico (LVe), seca ao ar e passada em peneira com malha de 2 mm.

A caracterização química das amostras de solo (Tabela 4) foi feita no Laboratório de Fertilidade do Solo, do Centro de Ciências Agrárias (CCA), da Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), integrado ao Programa de Qualidade de Análise de Solo do Instituto Agrônômico de Campinas (IAC).

Foram empregados métodos convencionais, descritos por Raij et al. (2001) e por Camargo et al. (2009). Os parâmetros químicos analisados incluíram aqueles constantes na norma P4.231, para solos que receberão vinhaça (CETESB, 2006): fósforo (P resina, em mg dm^{-3}), teor de matéria orgânica (MO, em g dm^{-3}), pH (em CaCl_2), potássio (K, em $\text{mmol}_c \text{ dm}^{-3}$), cálcio (Ca, em $\text{mmol}_c \text{ dm}^{-3}$), magnésio (Mg, em $\text{mmol}_c \text{ dm}^{-3}$), sódio (Na, em $\text{mmol}_c \text{ dm}^{-3}$), acidez potencial (H+Al em $\text{mmol}_c \text{ dm}^{-3}$), alumínio (Al, em $\text{mmol}_c \text{ dm}^{-3}$), soma de bases (SB em $\text{mmol}_c \text{ dm}^{-3}$), capacidade de troca de cátions total (CTC_t , em $\text{mmol}_c \text{ dm}^{-3}$), saturação por bases (V%), saturação por alumínio (m%), enxofre (SO_4^{2-} , em mg dm^{-3}) e micronutrientes (B, Cu, Fe, Mn e Zn, em mg dm^{-3}). O nitrato do solo (NO_3^- , em $\mu\text{g g}^{-1}$) foi mensurado pelo método da brucina, que consiste em uma extração com sulfato de sódio a $0,25 \text{ mol L}^{-1}$ e, posteriormente, foram submetidas ao método da Brucina (BAKER, 1969) cujo princípio se

baseia no na reação do nitrato com a brucina em meio ácido, produzindo uma solução do solo com coloração amarela.

Tabela 4. Resultados da análise química de caracterização inicial do LATOSSOLO VERMELHO Eutrófico (LVE) utilizado no experimento.

Parâmetro	Unidade	Camada (cm)			
		0 - 20	20 -50	50 - 80	80 - 110
P Resina	mg dm ⁻³	4	1	1	1
M.O.	g dm ⁻³	24	17	12	11
pH	(em CaCl ₂)	5,9	5,6	5,9	6
K		1,2	0,3	0,2	0,1
Ca		41	26	17	17
Mg		11	9	7	7
Na	mmol _c dm ⁻³	5,3	4,0	3,0	2,3
H+Al		26	25	21	18
Al		0,9	0,8	0,7	0,5
SB		52,8	35,4	23,6	24,8
CTC		78,8	60,4	44,6	42,8
V	%	67	59	53	58
m		1,68	2,21	2,88	1,98
S		4	19	22	26
B		0,51	0,07	0,21	0,41
Cu	mg dm ⁻³	4,1	1,6	1,2	2,7
Fe		11,0	9,0	7,0	10,0
Mn		32,2	10,7	5,9	23,1
Zn		0,7	0,2	0,1	0,2
NO ₃		μg g ⁻¹	34,07	19,86	10,47

Análises de solo realizadas por laboratório integrado ao Instituto Agrônômico – IAC.

Ao final do experimento, as colunas foram subdivididas para a coleta de amostras a fim de averifiguar o efeito residual dos diferentes tipos e doses de vinhaça aplicados ao longo dos 6 meses de monitoramento. Foram coletadas 5 amostras de solo em cada coluna, conforme a profundidade: 0-20 cm, 20-50 cm, 50-80 cm, 80-110 cm e 110 130 cm. Os parâmetros analisados foram os mesmos descritos acima neste item.

3.1.2. Caracterização física

A caracterização física das amostras de solo (Tabela 2) foi feita no Laboratório de Física do Solo, do Centro de Ciências Agrárias (CCA), da Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), que emprega métodos descritos pela EMBRAPA (1997).

Para cada uma das quatro camadas de solo (0-20 cm, 20-50 cm, 50-80 cm e 80-110 cm), foram coletadas amostras indeformadas em anéis volumétricos de Kopecky, com volume interno de 50 cm³, utilizando o amostrador de Uhland (Figura 3). A curva de retenção de água foi elaborada após a avaliação de amostras saturadas em câmara de pressão de Richards, submetidas às tensões de 10 kPa (limite superior da água disponível ou capacidade de campo), de 30 kPa e de 1500 kPa (limite inferior da água disponível ou ponto de murcha permanente) (WARD; TRIMBLE, 2004). Foram coletadas 12 amostras com estrutura preservada, sendo três de cada camada do solo para cada tensão. Ao final da aplicação de todas as tensões predefinidas, as amostras foram levadas para estufa a 105 °C, por cerca de 48 horas, para a determinação da densidade aparente (Da).

Tabela 5. Resultados da análise física de caracterização inicial do LATOSSOLO VERMELHO Eutrófico (LVe) utilizado no experimento.

Camada (cm)	Potencial matricial (kPa)			Densidade aparente (Da) (g cm ⁻³)	Análise Granulométrica				
	10	30	1500		Argila (%)	Areia (%)			Silte (%)
	Umidade do solo (% do peso seco)			Grossa		Fina	Total		
0 - 20	31,2	28,5	20,2	1,29	58,7	6,7	8,0	14,7	26,7
20 - 50	31,2	28,6	21,4	1,30	63,0	6,0	8,0	14,0	23,0
50 - 80	33,7	30,4	22,4	1,02	57,7	5,7	9,0	14,7	27,7
80 - 110	34,7	31	22,3	0,99	56,6	6,0	8,7	14,7	29,0

Doze amostras compostas, semelhantes às coletadas para a caracterização química, foram usadas para a análise granulométrica, pelo método do densímetro, com posterior classificação textural do solo.



Figura 3. Coleta de amostras indeformadas para análises físicas do solo do experimento.

2.1.3. A vinhaça e seus tratamentos

Foram utilizadas vinhaças *in natura* e concentrada, coletadas de um mesmo lote, em uma usina sucroenergética do Estado de São Paulo. A vinhaça *in natura* foi submetida aos tratamentos químico e biológico. Segue abaixo a descrição das vinhaças empregadas neste trabalho:

a) Natural ou *in natura*: coletada diretamente das colunas de destilação, à 95 °C;

b) Concentrada: obtida por evaporador de múltiplos efeitos do tipo névoa turbulenta, com elevado coeficiente de troca térmica. O evaporador fica acoplado à destilaria e utiliza o vapor alcoólico do topo da coluna “B” de retificação. Pode reduzir o volume de vinhaça em até seis vezes;

c) Vinhaça *in natura* submetida ao tratamento químico: o tratamento químico consistiu no ajuste do pH da vinhaça *in natura*. Foram utilizadas algumas soluções de hidróxido de sódio (NaOH) em várias concentrações (0,1 mol L⁻¹, 1 mol L⁻¹ e 10 mol L⁻¹) (Figura 4), até que o pH atingisse valores entre 7,4 e 7,6.

d) Vinhaça *in natura* submetida ao tratamento biológico: o tratamento microbiológico da vinhaça foi feito com a cianobactéria *Aphanothece microscopica Nägeli*, segundo metodologia desenvolvida por PAIVA et al. (2009) e por BASTOS et al. (2010). O inóculo da cianobactéria foi propagado no Laboratório de Microbiologia Aplicada e Controle (LABMAC), em meio BGN (*Braun-Grunow Medium*) (Tabela 6) (RIPKA et al., 1979) previamente corrigido para pH 7,4-7,6 com solução de NaOH. Esta técnica consiste em aclimatar as cianobactérias em meio de cultura BGN (Figura 5) e, posteriormente, adicioná-las à vinhaça. *Aphanothece microscopica Nägeli* é uma cianobactéria de grande ocorrência no sul do Brasil, sendo amplamente estudada nesta região para valoração de resíduos agroindustriais, tendo demonstrado grande potencial de remoção de DQO e de N (MATOS et al., 2010).



Figura 4. Soluções de NaOH, em diversas concentrações, utilizadas no ajuste de pH do meio BGN e da vinhaça in natura utilizada no experimento.



Figura 5. Ajuste e medição do potencial hidrogeniônico (pH) da vinhaça com eletrodo combinado Digimed®.

Após a preparação, o meio de cultura foi submetido à esterilização em autoclave, a 121°C por 20 minutos. Em balão volumétrico de 6,0 L, foram adicionados 15 mL de cultivo de *Aphanothece microscopica* Nägeli, com concentração aproximada de 300 mg L⁻¹ a fim de se iniciar a propagação da cianobactéria em 5,0 L de meio BGN autoclavados. O meio foi submetido à agitação constante de 1 VVM (volume volume⁻¹ minuto⁻¹). Posteriormente, o aumento da concentração de cianobactérias foi averiguado semanalmente através da retirada de alíquotas para determinação da biomassa por gravimetria, determinando o teor de massa seca a 105°C por 24 h, conforme metodologia proposta pelo Standard Methods (APHA, 2005).

A biomassa foi novamente propagada ao atingir aproximadamente 500 g L⁻¹. Cerca de 1,0 L do meio propagado foi redistribuído em três balões de 12,0 L, onde foram adicionados mais 5,0 L de meio BGN esterilizados em cada frasco. Novamente, estes balões foram submetidos à aeração de 1 VVM, até que atingissem a concentração média de biomassa de 550 mg L⁻¹.

A concentração de biomassa inicial de 300 mg L⁻¹ foi adicionada à vinhaça a ser tratada nos balões de 6,0 L. Estes balões foram previamente autoclavados juntamente com a vinhaça a pH entre 7,4 a 7,6, a fim de esterilizá-la, já que as leveduras e outros microorganismos podem competir com as cianobactérias pelos nutrientes disponíveis na vinhaça e comprometer seu desenvolvimento. A biomassa cultivada foi centrifugada a 3800 rpm por 10 minutos (Figura 6). Foram centrifugados aproximadamente 12,0 L de meio de cultivo, a fim de concentrar 6 g de biomassa em um volume de meio reduzido a 500 mL (Figura 7).

Tabela 6. Composição do meio de cultura Braun-Grunow Medium (BGN).

Constituinte	Solução do solo estoque	Volume da solução do solo estoque
K ₂ HPO ₄	3,0 g 100 mL ⁻¹	1 mL
MgSO ₄ .7H ₂ O	7,5 g 100 mL ⁻¹	1 mL
CaCl ₂ .2H ₂ O	3,6 g 100 mL ⁻¹	1 mL
Citrato de Amônio Férrico	0,6 g 100 mL ⁻¹	1 mL
Na ₂ EDTA	0,1 g 100 mL ⁻¹	1 mL
Ácido Cítrico	0,6 g 100 mL ⁻¹	1 mL
Na ₂ CO ₃	2,0 g 100 mL ⁻¹	1 mL
NaNO ₃	15 g 100 mL ⁻¹	1 mL
NaCl	7,2 g 100 mL ⁻¹	1 mL
Elementos Traço		1 mL
H ₃ BO ₃	2,860 g 100 mL ⁻¹	
MnCl ₂ .4H ₂ O	1,810 g 100 mL ⁻¹	
ZnSO ₄ .7H ₂ O	0,222 g 100 mL ⁻¹	
Na ₂ MoO ₄ .2H ₂ O	0,390 g 100 mL ⁻¹	
CuSO ₄ .5H ₂ O	0,079 g 100 mL ⁻¹	
CaCl ₂ .6H ₂ O	0,040 g 100 mL ⁻¹	
Água Destilada		981 mL
pH		7,4 a 7,6

Adaptado de RIPKA et al. (1979).

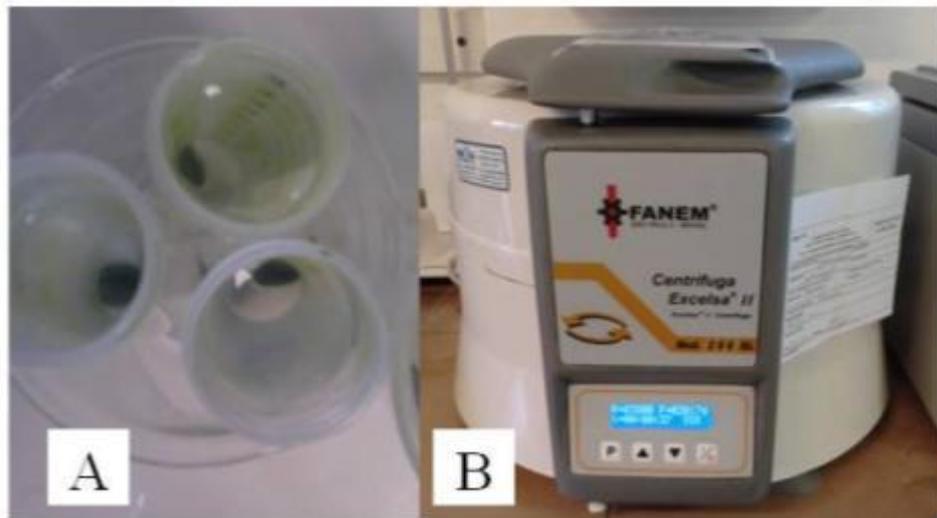


Figura 6. (A) Amostras centrifugadas e (B) centrífuga de bancada FANEM®, modelo Excelsa II, utilizada na separação da biomassa do meio de cultura.



Figura 7. Volume reduzido do meio BGN, concentrado em biomassa de *Aphanothece microscopica* Nägeli.

O volume total centrifugado foi dividido igualmente entre os quatro balões de 6,0 L que continham 5,0 L de vinhaça cada um, totalizando 20,0 L de vinhaça a serem tratados. O ensaio foi autotrófico, já que foi conduzido sob a presença de luz. Utilizou-se um compressor com aeração aproximada de 1 VVM por 24 horas (Figura 8). Amostras de vinhaça tratada, com e sem centrifugação, foram separadas para análise de DQO, pH, CE, nitrato e potássio.



Figura 8. Balões volumétricos contendo vinhaça in natura em tratamento por cianobactéria *Aphanothece microscopica* Nägeli.

3.1.3. Metodologias de análises dos diferentes tipos de vinhaças

3.1.3.1. Análise das vinhaças de acordo com a norma P4.231/2006 da CETESB

Uma amostra homogênea de cada um dos tratamentos de vinhaça (vinhaças *in natura*, concentrada, tratada biologicamente e tratada quimicamente) foi retirada para a caracterização química conforme a norma P4.231 (CETESB, 2006). As quatro amostras foram enviadas para análise em laboratório com ensaios acreditados pela NBR ISO-IEC 17025:2005. A vinhaça foi caracterizada quanto aos seguintes parâmetros: pH (ABNT NBR14339), resíduo não filtrável total (g L^{-1}) (SMEWW 2540-D), dureza- CaCO_3 (mg L^{-1}) (SMEWW 2340-C), condutividade elétrica (CE, em mS cm^{-1}) (SMWW 2510-B), nitrogênio nitrato (NO_3^- , em mg L^{-1}) (USEPA 300.1), nitrogênio nitrito (NO_2^- , em mg L^{-1}) (USEPA 300.1), nitrogênio amoniacal (NH_3 , em mg L^{-1}) (SMEWW 4500- NH_3 .D), nitrogênio Kjeldhal (N total, em mg L^{-1}) (SMEWW 4500.N org B), sódio (Na, em mg L^{-1}) (USEPA 6010C), cálcio (Ca, em mg L^{-1}) (USEPA 6010C), potássio (K, em mg L^{-1}) (USEPA 6010C), magnésio (Mg, em mg L^{-1}) (USEPA 6010C), sulfato (SO_4^{2-} , em mg L^{-1}) (USEPA 300.1), fosfato (PO_4^{3-} , em mg L^{-1}) (USEPA 300.1), Demanda Bioquímica de Oxigênio (DBO_5 , em mg L^{-1}) (SMEWW 5210.B), Demanda Química de Oxigênio (DQO, em mg L^{-1}) (SMEWW 5220-D) e teor de K_2O (K_2O , em mg L^{-1}) (USEPA 6010C).

Quatro subamostras de cada um dos tipos de vinhaça foram submetidas à análise dos seguintes parâmetros: DQO, pH, CE, nitrato e potássio. Todos os parâmetros foram analisados no Laboratório de Fertilidade do Solo do CCA–UFSCar.

O pH foi determinado por potenciometria através de eletrodo de vidro (Marconi®), acoplado ao medidor de pH de bancada. A CE foi determinada através de um condutivímetro (Marconi®), também acoplado ao medidor de pH de bancada. Teores de potássio foram medidos em Fotômetro de Chama (Digimed®). A demanda química de oxigênio (DQO) foi avaliada pelo método colorimétrico em refluxo (SMEWW 5220-D), sendo as amostras acrescidas de solução do solo digestora ($H_2SO_4 + K_2Cr_2O_7$) em tubo de ensaio (volume de 10 mL com tampa de baquelite), digeridas durante 2 horas em bloco digestor a 150 °C, com posterior leitura da absorbância em espectrofotômetro a 600 nm. As curvas-padrão para análise de DQO foram construídas utilizando várias concentrações de biftalato de potássio. Teores de nitrato (NO_3^- , em $mg L^{-1}$) foram analisados por cromatografia iônica de alta eficiência (HPLC) (USEPA 300.1) em laboratório externo que utiliza ensaio acreditado pela NBR ISO-IEC 17025:2005.

O teor de potássio foi utilizado na determinação do teor de K_2O da vinhaça, expresso em $kg m^{-3}$, cujo valor foi usado no cálculo da dosagem de vinhaça que foi aplicada nas colunas de solo. A vinhaça foi armazenada em frascos menores e foi mantida congelada, a fim de evitar alterações nas suas características físicas e químicas. Para a aplicação, a vinhaça foi descongelada e aplicada à temperatura ambiente (MARIANO et al., 2009).

3.2. Estudo de percolação de vinhaça pela coluna de solo

3.2.1. Aparato experimental

O estudo foi conduzido em colunas de PVC de 150 mm de \varnothing , por 170 cm de altura. O empacotamento da coluna foi feito de maneira a reproduzir o perfil do LATOSSOLO VERMELHO Eutrófico (LVe), principalmente quanto à espessura e à densidade das camadas coletadas (0-20 cm, 20-50 cm, 50-80 cm e 80-110 cm) (BRITO et al., 2007).

Vários autores empregaram em seus estudos colunas de lixiviação para monitoramento dos processos de transporte de solutos e/ou avaliação do extrato lixiviado em ambiente de laboratório (BRITO et al., 2007; SILVA et al., 2012; RIBEIRO et al., 2010; BOEIRA et al., 2003). Esta técnica tem a vantagem de possibilitar a obtenção de resultados com grande

aplicabilidade em campo, uma vez que as colunas são preenchidas com amostras de solo de forma a simular o mais próximo possível a condição original em campo. Além disso, o potencial de lixiviação de nutrientes ou de poluentes é avaliado mediante a simulação da pluviosidade de determinada região (BOEIRA et al., 2003).

Foi montado um sistema de drenagem na base da coluna, para evitar perda de material de solo e para coletar solução do solo lixiviada límpida (Figura 9). Primeiramente, foi instalado um adaptador de mangueira de ½” no CAP de 150 mm, que funcionou como um dreno para a saída do lixiviado. Este dreno foi fixado com cola adesiva de resina epóxi. Na preparação deste sistema, foi colocada uma camada de 5 cm de argila expandida. Em seguida, foi adicionado um círculo de 150 mm de Ø de tela de nylon, dois círculos de 150 mm de Ø de pano multiuso e, novamente, um círculo de 150 mm de Ø de tela de nylon. O pano multiuso e as telas de nylon foram fixados junto à camada de argila expandida com um aro de 145 mm de Ø de arame galvanizado de 2 mm e silicone. Na parede do cano PVC, a fim de unir os panos multiuso e as telas de nylon, foi passada uma camada de cola de PVC. Esta estrutura foi criada a fim de sustentar toda a massa de solo da coluna sem rompimentos, já que perdas de solo poderiam alterar os resultados do experimento.

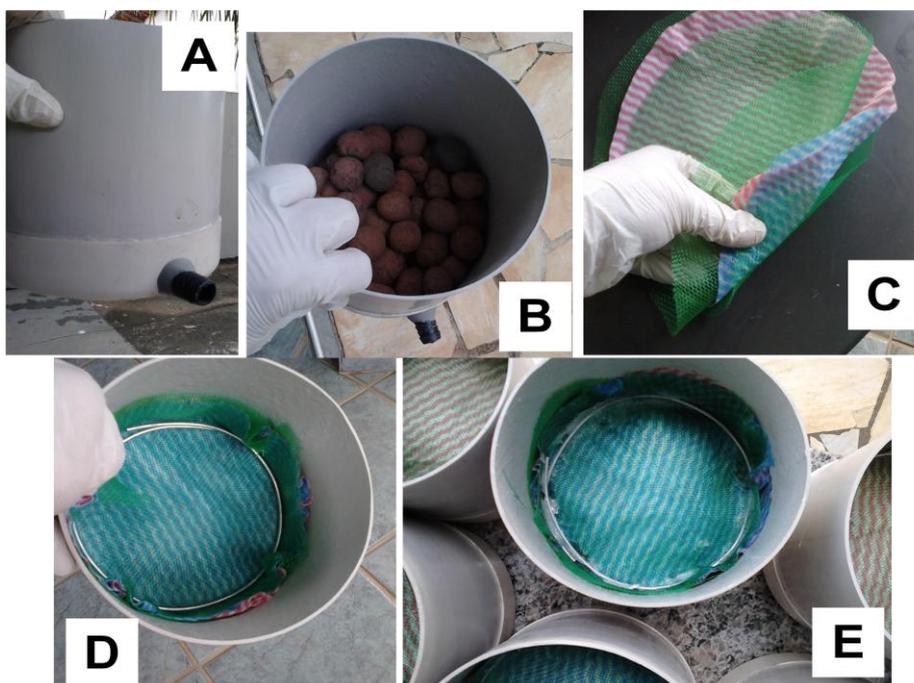


Figura 9. Etapas da montagem do sistema de filtragem: (A) instalação do adaptador de mangueira ½” com a cola adesiva no cap; (B) camada de argila expandida; (C) círculos de tela de nylon e de pano multiuso, (D) encaixe do arame galvanizado; (E) sistema de filtrante colado no cano de PVC.

O preenchimento das colunas com amostras de solo foi iniciado pela base, procedendo-se o empacotamento de modo a simular a densidade do perfil do solo sob as condições de campo (SOARES; CASAGRANDE; 2009). A altura da coluna foi definida conforme a norma P4.231 (CETESB, 2006), que estabelece a profundidade mínima de 150 cm para o nível d'água do aquífero livre, no momento de aplicação de vinhaça. Este procedimento foi adotado com o objetivo de simular uma situação prática de fertirrigação em área com lençol freático raso (COSTA et al., 1999). Em cada coluna, foram adicionados 150 cm de solo, divididos em quatro partes de acordo com as camadas coletadas (Figura 10 - A), na seguinte sequência: amostra de solo da camada 80-110 cm de profundidade em campo, que preencheu os primeiros 70 cm a partir da base da coluna de solo; amostra de solo da camada 50-80 cm, que preencheu os 50 cm seguintes da coluna; amostra de solo da camada 20-50 cm, que preencheu os 30 cm seguintes da coluna, e; amostra de solo da camada 0-20 cm, que preencheu os 20 cm superiores da coluna.

Tabela 7. Densidade aparente (D_a) e massa das amostras das diferentes camadas do LATOSSOLO VERMELHO Eutrófico (LVe) empregadas no preenchimento das colunas de percolação.

Camadas (cm)	Da original	Da recalculada	Massa de solo utilizada (kg)
	(g cm ⁻³)	(g cm ⁻³)	
0 - 20	1,29	1,29	4,65
20 -50 ¹	1,30	1,26	6,69
50 - 80	1,02	1,02	5,51
80 - 110	0,99	0,99	12,47

¹Camada de solo de 20-50 cm teve a D_a alterada para facilitar o preenchimento das colunas.

O preenchimento da coluna foi feito parcelado e vagorosamente. A partir da densidade (D_a) das diferentes camadas (Tabela 7), calculou-se a massa de solo necessária para preenchimento de 10 cm de altura da coluna, mensurando a massa de solo em uma balança dentro de recipientes de plástico (Figura 11- B).

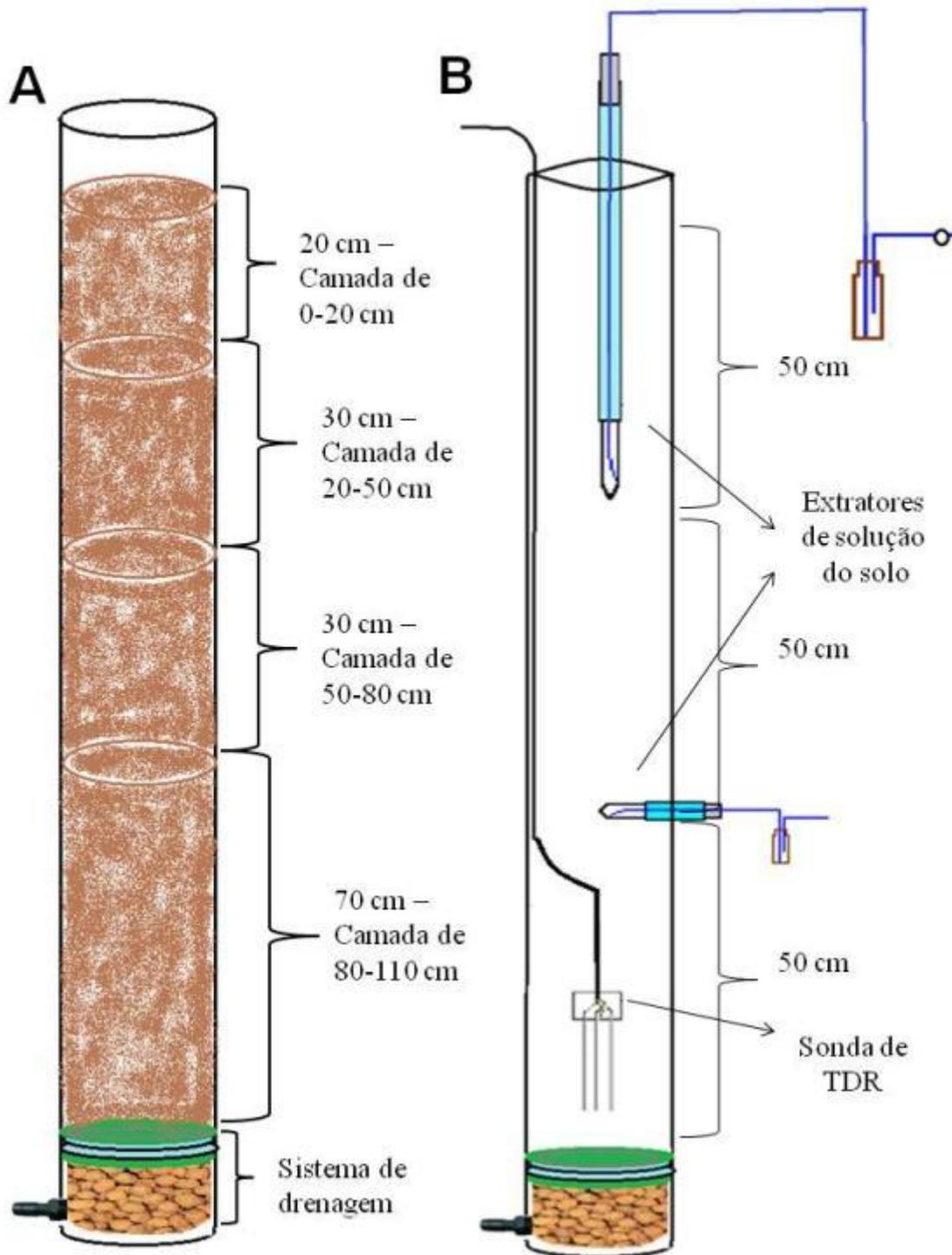


Figura 10. Esquemas representativos (sem escala): (A) coluna de PVC preenchida com amostras de solo simulando as camadas coletadas em campo e (B) posicionamento dos extratores de solução do solo e da sonda de TDR na coluna de solo.

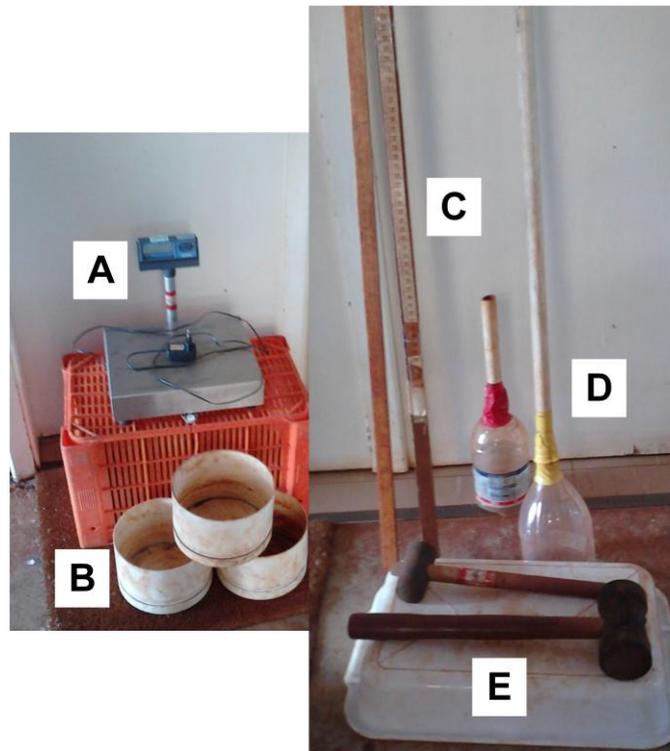


Figura 11. Materiais utilizados para o preenchimento das colunas de solo: balança eletrônica (A), recipientes para medir a massa de solo (B), réguas para medir a profundidade do solo nas colunas (C), funis construídos com garrafa PET e cano de PVC ½” (D) e martelos de borracha utilizados na acomodação do solo nas colunas.

Réguas de 1,00 m e 1,50 m (Figura 11-C) foram usadas para a medida das alturas das camadas de solo, facilitando o preenchimento da coluna. Foi utilizado um funil de haste longa, construído artesanalmente de cano de PVC e de garrafa PET (Figura 11-D), para direcionar amostras de solo para o interior da coluna. A cada camada de 2,5 cm de solo, foi provocada agitação com impactos de martelo de borracha na parede externa da coluna (Figura 11-E), visando melhor distribuição e acomodação do solo para atingir a densidade original da camada. Ao final da montagem, a coluna teve 150 cm com solo e 7 cm de sistema de filtragem. No topo, foram mantidos 13 cm sem solo para o abastecimento com água destilada e com vinhaça.

Durante a acomodação do solo, foi instalada no interior de cada coluna uma sonda de TDR (*Time Domain Reflectometer*) de hastes de 20 cm (Figura 10- B), na profundidade entre 1,43 e 1,23 m, para monitorar a umidade e a condutividade elétrica do solo durante o experimento. As sondas de TDR foram do tipo contínuas e homogêneas, formadas por três hastes de aço conectadas em cabo coaxial RG58-50Ω. Foram acopladas a um Reflectômetro TDR100 (*Campbell Scientific, Logan-Utah*), equipado com interface RS232, que analisou o

sinal eletromagnético automaticamente através do software PC-TDR instalado em computador.

A TDR (Reflectometria no Domínio do Tempo) vem sendo cada vez mais utilizada para determinação da umidade do solo em pesquisas de manejo e conservação da água e do solo (Coelho et al., 2005). Com a utilização da TDR pode-se ao mesmo tempo, determinar, num dado local do solo, o teor de água e a condutividade elétrica (Santos et al., 2012). Neste contexto, a técnica é atrativa para o monitoramento ambiental de áreas que recebem efluentes.

O instrumento TDR funciona emitindo um sinal eletromagnético de alta frequência ao longo de uma sonda inserida no solo. O sinal é refletido no final da sonda e o tempo de viagem do sinal é medido em função do formato de onda resultante, sendo esse tempo relacionado à constante dielétrica do solo, a qual pode ser relacionada com umidade do solo.

A reflectometria no domínio do tempo fornece a medida da condutividade elétrica volumétrica por meio da mudança da impedância demonstrada pela forma de onda. A impedância final é medida avaliando tempo de viagem ao longo do sinal, em que múltiplas reflexões são resultadas ao fim da sonda (SANTOS et al, 2009). Para a umidade do solo, foi utilizada a equação (2) elaborada por Bacalhau et al. (2012), já que para a calibração desta equação foi empregado um Latossolo Vermelho, com textura e densidade semelhantes ao LVe utilizado neste experimento, até a profundidade de 60 cm.

$$\theta = 0,000005Ka^3 - 0,0003Ka^2 + 0,0161Ka + 0,0132 \quad (\text{Equação 1})$$

Topp et al. (1980) afirmaram que as características ambientais e do solo como textura, densidade, teor de sais e temperatura, não afetam a medição da umidade com o TDR, de forma que é desnecessária a calibração em diferentes tipos de solos.

Para o uso dessa metodologia, é necessária a confecção de uma curva de calibração para cada tipo de solo, sendo considerado um inconveniente normalmente aceitável comparado com as vantagens que apresenta em relação a outras técnicas (SANTOS et al., 2009). Para solos brasileiros, Tommaselli e Bacchi (2001) mostraram que em cinco tipos de solos (Neossolo Quartzarênico, Argissolo Vermelho-Amarelo, Latossolo Vermelho-Amarelo, Nitossolo Vermelho e Latossolo Vermelho) na região de Piracicaba-SP, a curva genérica (Topp et al., 1980) não são aplicáveis aos solos estudados.

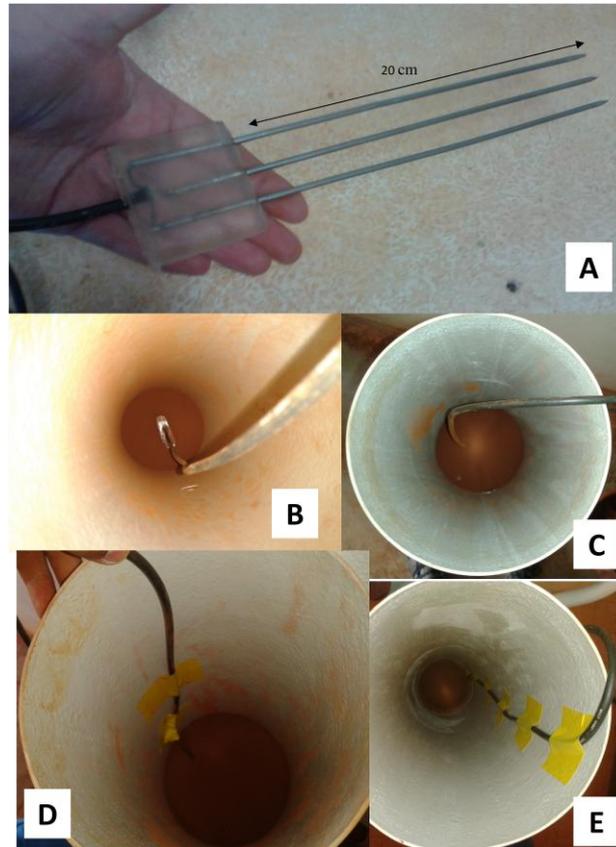


Figura 12. (A) Sonda de TDR (Time Domain Reflectometer); (B) Instalação da sonda no centro da coluna de solo; (C) cabo coaxial mantido 15 cm em linha reta; (D) cabo coaxial fixado com fita adesiva na parede interna de PVC, (E) até atingir o topo da coluna de solo.

Após o acondicionamento e saturação do solo, foram instalados nas profundidades de 0,50 cm e de 100 cm a partir do topo das colunas (Figura 10 - B) os extratores de solução do solo do solo, compostos por cápsula porosa de 12,52 mm ($\frac{1}{2}$ ") de \varnothing , colada em uma das extremidades de cano de PVC de 12,52 mm ($\frac{1}{2}$ ") de \varnothing , com 20 cm de comprimento. A outra extremidade foi vedada com rolha de borracha, contendo orifício de 3,17 mm ($\frac{1}{8}$ ") de \varnothing no centro para a introdução de capilar de nylon transparente de $\frac{1}{8}$ " de \varnothing até o fundo da cápsula (Figura 13). A outra extremidade do capilar foi introduzida em outra rolha de borracha com dois orifícios, que tampou o frasco de coleta (vidro âmbar de 200 mL) (Figura 13).

No outro furo da rolha de borracha, foi colocada mangueira de nylon de 3,17 mm ($\frac{1}{8}$ ") de \varnothing e 20 cm de comprimento, conectada à bomba manual para aplicação de vácuo de 69 kPa, medido por vacuômetro (Figura 14), para extração da solução do solo do solo (SOUZA et al., 2001).

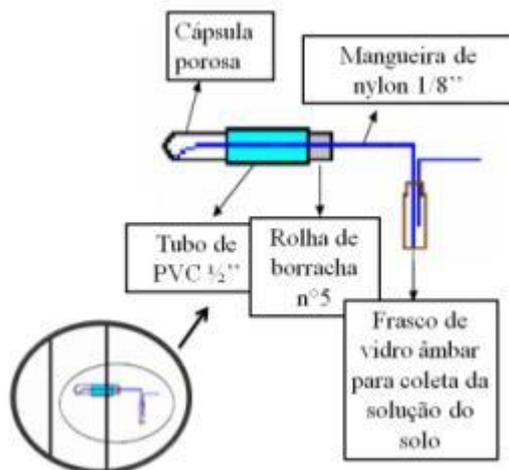


Figura 13. Esquema representativo do extrator de solução do solo do solo, com detalhes dos seus componentes (adaptado de BOEIRA e SOUZA, 2005).

Os extratores deste experimento foram fabricados de acordo com as instruções do Manual de Construção e Utilização de Extratores de Cápsula Porosa para Obtenção da Solução do solo do Solo, da EMBRAPA (BLANCO, 2006). Foram utilizadas cápsulas de cerâmica nacionais para a confecção dos extratores. Para a confecção, as cápsulas foram coladas no cano de PVC com cola araldite que foi colocada em um poço formado pela colagem de fita crepe na cápsula (Figura 15).



Figura 14. Bomba manual de vácuo com vacuômetro para extração da solução do solo do solo.

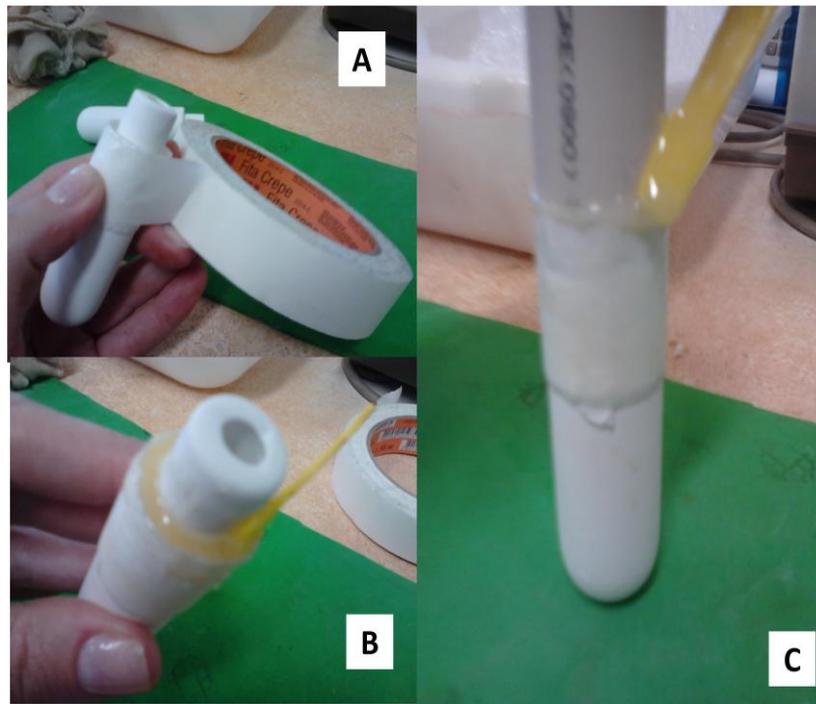


Figura 15. Construção dos extratores de solução do solo. (A) Colagem da fita adesiva na cápsula porosa para a formação de um poço para inserir a cola araldite; (B) cola araldite sendo colocada na cápsula, e (C) cápsula colada no cano de PVC.

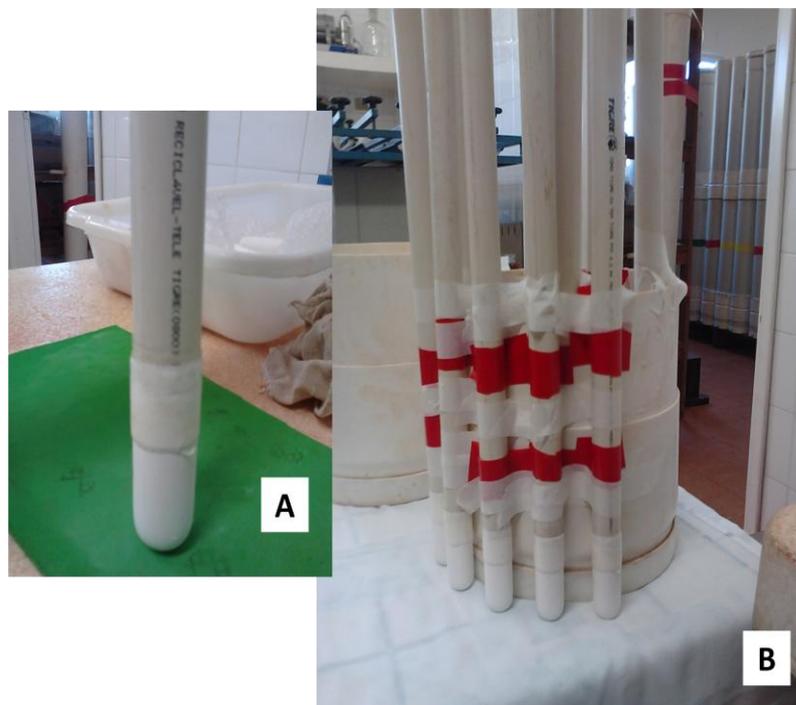


Figura 16. Construção dos extratores de solução do solo. (A) Cápsula limpa e pronta para a secagem e (B) extratores posicionados na posição vertical para a secagem sem bolhas de ar na camada de cola araldite.

Posteriormente, o excesso de cola foi retirado e para a secagem da cola aplicada, os extratores foram posicionados na vertical, apoiados em outro recipiente plástico, por um período de 12 horas (Figura 16). Após este período, a fita adesiva foi retirada e aguardou-se mais 12h até a completa secagem da cola. Nesta etapa, finalizou a montagem dos extratores com a passagem do tubo capilar até o fundo da cápsula, o fechamento do cano com a rolha de borracha e a inserção do frasco vidro âmbar, também fechado por outra rolha de borracha (Figura 17). O extrator finalizado e pronto para a instalação por ser visto na Figura 18. Em cada coluna, foram instalados dois extratores na parte inferior, na profundidade de 1,00 m (Figura 19) e na parte superior, na profundidade de 50 cm (Figura 20).

Antes da instalação dos extratores de solução do solo, estes foram imersos em uma solução do solo de HCl 1N de modo que pelo menos 1 L da solução do solo passe através da cápsula para eliminar qualquer impureza. Feito isso, deve-se lavar bem o extrator com água pura antes de instalá-lo no campo para retirar qualquer resíduo do HCl utilizado. É importante que o extrator seja testado antes de ser instalado no campo para verificar se há vazamentos nos locais que foram colados, ou mesmo para verificar se há rachaduras ou defeitos construtivos na cápsula. O teste é feito pela aplicação de ar comprimido no extrator, o qual deve ter a sua cápsula saturada com água antes do teste. A formação de bolhas de ar na água indica o local do vazamento, caso haja. A pressão do ar comprimido para realização do teste deve ser de 100 a 200 kPa (BLANCO, 2006).



Figura 17. (A) Frasco vidro âmbar, de 200 mL, empregado no extrator de solução do solo (B) frasco de vidro, rolha de borracha e mangueiras de nylon e silicone formando um sistema fechado com vácuo.



Figura 18. Extrator pronto para ser instalado nas colunas de solo.

Após o preenchimento, as colunas foram colocadas sobre paletes, com a finalidade de sustentar o peso e facilitar as operações de aplicação de água e vinhaça, assim como as de coleta de lixiviado. As colunas foram fixadas nos paletes com arame galvanizado de 1 mm, para evitar qualquer movimento que pudesse derrubar as colunas.

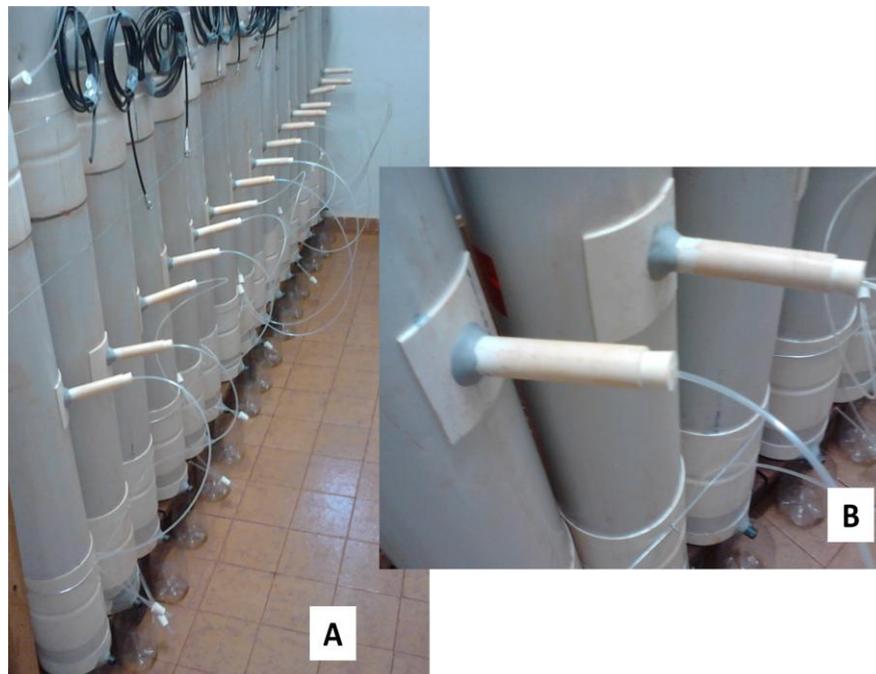


Figura 19. Extratores inferiores de solução do solo instalados nas colunas de solo (A) Extrator instalado na lateral, a 100 cm de profundidade. (B) Detalhe do extrator inferior, que foi fixado na lateral com resina epóxi.



Figura 20. Extratores superiores de solução do solo instalados nas colunas de solo (A) Extrator instalado na lateral, a 100 cm de profundidade. (B) Detalhe do extrator superior.

Foram construídas 30 colunas de percolação (Figura 21), sendo 27 para aplicação dos tratamentos e três repositoras adicionais, para garantir a imediata substituição de coluna com problema técnico, sem comprometer o adequado andamento do experimento. A medida preventiva foi válida, já que, durante o experimento, dois extratores em duas colunas apresentaram problemas de funcionamento. Apesar da substituição, as colunas foram submetidas aos mesmos procedimentos experimentais, com atraso de 15 dias.

Tabela 8. Tratamentos adotados para o estudo da percolação de diferentes tipos de vinhaças em colunas de solo.

Dose de aplicação de vinhaça	Tipos de vinhaça				
	Sem aplicação (testemunha)	Vinhaça <i>in natura</i>	Vinhaça concentrada	Vinhaça pós-tratamento químico	Vinhaça pós-tratamento microbiológico
calculada	3 colunas	3 colunas	3 colunas	3 colunas	3 colunas
calculada x2		3 colunas	3 colunas	3 colunas	3 colunas



Figura 21. Aparato experimental completo, contendo 30 colunas de percolação, preparado para saturação e para receber os tratamentos com diferentes tipos de vinhaça.

Diferentes taxas de aplicação e natureza da vinhaça constituíram os tratamentos utilizados neste estudo (Tabela 8). Os tratamentos foram conduzidos em triplicata, incluindo as três colunas testemunha sem aplicação de vinhaça. As colunas de solo, preenchidas e montadas, foram saturadas por fluxo ascendente de água destilada (Figura 22). A saturação ascendente evita, dentre outros problemas, a formação de zonas não-saturadas ou de bolsões de ar no interior da coluna, responsáveis pela origem de fluxos preferenciais (SOARES; CASAGRANDE; 2009).



Figura 22. Colunas de solo saturadas por fluxo capilar ascendente de água destilada.

O movimento capilar ascendente foi iniciado pelos drenos instalados na base da coluna. Ao final da saturação, os drenos foram liberados para o escoamento do excedente de água. O processo continuou até cessarem os efeitos gravitacionais, momento em que a coluna apresentou a máxima capacidade de retenção de água contra a ação da gravidade, equivalente à capacidade de campo (CAMBUIM, 1983; BRITO et al., 2007).

É importante mencionar que foi conduzida uma coluna-teste (Figura 23) para averiguação do funcionamento bem-sucedido e da necessidade de ajustes dos componentes das colunas de percolação, antes da montagem completa do experimento. Em seguida ao processo de saturação das colunas, foram iniciadas as simulações de aplicação da vinhaça e de regime pluviométrico.



Figura 23. Coluna-teste usada para atestar o bom funcionamento das colunas de percolação e dos seus acessórios, além da aquisição da solução do solo lixiviada de forma adequada.

3.2.2. Cálculo das taxas de aplicação de vinhaça

A dosagem máxima de vinhaça a ser aplicada no tratamento de solos agrícolas cultivados com cana-de-açúcar foi determinada pela equação 4, que consta na norma P4.231 (CETESB, 2006):

$$m^3 \text{ vinhaça/ha} = \frac{[(0,05 \times CTC - k_s) \times 3744 + 185]}{k_{vi}} \quad (\text{Equação 2})$$

Em que:

0,05 = 5% da capacidade de troca catiônica (CTC), expressa em $\text{cmol}_c \text{ dm}^{-3}$, dada pela análise de fertilidade do solo realizada no laboratório;

k_s = concentração de potássio no solo, expresso em $\text{cmol}_c \text{ dm}^{-3}$, à profundidade de 0 a 0,80 metros, dada pela análise de fertilidade do solo realizada por laboratório de análise de solo;

3744 = constante para transformar os resultados da análise de fertilidade, expressos em $\text{cmol}_c \text{ dm}^{-3}$, para kg de potássio em um volume de um hectare por 0,80 metros de profundidade;

185 = massa, em kg, de K_2O extraído pela cultura por hectare, por corte;

k_{vi} = concentração de potássio na vinhaça, expressa em kg de $\text{K}_2\text{O} \text{ m}^{-3}$, apresentada em boletim de resultado analítico, assinado por responsável técnico.

Doze colunas foram submetidas à taxa de aplicação de vinhaça conforme a norma P4.231 (Equação 1), denominada dose calculada. De forma a simular situação de aplicação excessiva de vinhaça, doze colunas receberam efluente em quantidade equivalente ao dobro da dose calculada (dose calculada x 2) (Tabela 9).

Tabela 9. Taxas de aplicação de vinhaça, calculadas de acordo com a norma CETESB P4.231/2006, em cada um dos tratamentos empregados no experimento.

Tratamentos	K_2O (kg m^{-3})	Dose 1			Dose 2		
		$\text{m}^3 \text{ ha}^{-1}$	mL coluna^{-1}	Sigla	$\text{m}^3 \text{ ha}^{-1}$	mL coluna^{-1}	Sigla
<i>In natura</i> (V)	4,80	150,08	265,22	V1	300,16	530,43	V2
Concentrada (C)	17,80	152,62	269,71	C1	305,25	539,42	C2
Tratamento Químico (Q)	4,72	161,52	285,43	Q1	323,04	570,87	Q2
Tratamento Biológico (B)	4,46	40,57	71,69	B1	81,14	143,39	B2

As vinhaças foram distribuídas nas colunas de percolação em aplicação única, simulando o regime rotineiro de aplicação do efluente em campo, praticado pelo setor

sucroenergético paulista por fertirrigação. A aplicação foi feita de forma manual, através de provetas.

3.2.3. Simulação do regime pluviométrico e coleta do lixiviado

A quantidade e a frequência de aplicação de água nas colunas foram definidas com base no comportamento da chuva na região de Araras - SP. Procedeu-se análise da série histórica de dados meteorológicos dos últimos 20 anos. Foi consultado o sistema HIDROWEB da Agência Nacional de Águas (ANA), de onde foram selecionadas informações de regime pluviométrico da cidade de Araras - SP, coletadas por três estações meteorológicas (Tabela 10).

Tabela 10. Informações de três estações meteorológicas sobre o regime pluviométrico do município de Araras - SP.

Estação pluviométrica/ código ANA	Médias mensais (mm)												Total anual
	Jan	Fev	Mar	Abr	Mai	Jun	Jul	Ago	Set	Out	Nov	Dez	
Faz. Santa Cruz/ 2247013	241,4	181,8	162,1	91,4	78,5	33,3	32,5	28,5	76,5	111,4	147,9	234,0	1419,4
Faz. Santana/ 2247011	273,7	228,8	178,2	73,2	69,9	30,8	24,4	27,6	64,2	120,0	146,7	224,1	1461,7
Faz. Belmonte/ 2247017	251,3	236,2	187,4	81,2	80,3	43,4	27,0	29,2	78,9	122,6	161,5	225,3	1524,1
Média final	255,5	215,6	175,9	81,9	76,2	35,8	28,0	28,5	73,2	118,0	152,0	227,8	1468,4

Os meses destacados em negrito foram selecionados para a simulação da chuva nas colunas. Utilizou-se série histórica de no mínimo 20 anos.

Após 48 horas da aplicação de vinhaça, foi iniciada a simulação da chuva. Foi considerada a precipitação dos meses de outubro, novembro, dezembro, janeiro, fevereiro e março, pois correspondem aos últimos meses do período de corte da cana-de-açúcar e da aplicação de vinhaça, além de serem os meses da estação chuvosa.

Foram utilizadas provetas graduadas para a aplicação de água destilada nas colunas (Figura 24), conforme a estimativa para o mês. A quantidade de água mensal foi distribuída em quatro semanas, subdivida em três aplicações feitas em dias intercalados.

Os volumes de água destilada e de vinhaça foram vertidos vagarosamente sobre tela de nylon no topo da coluna, para evitar o fluxo preferencial e a desagregação e a compactação da camada superficial do solo.



Figura 24. Provetas graduadas de 500 mL utilizadas para a aplicação de água destilada nas colunas de solo.

Para a coleta da solução do solo lixiviada, frascos plásticos (garrafas de PVC cortadas) (Figura 25-A) foram posicionados embaixo dos drenos, instalados na base das colunas. Após cada coleta de solução do solo lixiviada, os frascos foram lavados e trocados semanalmente. Ao longo de todo o experimento, foram coletadas soluções lixiviadas límpidas, que dispensaram filtração (Figura 25-B).



Figura 25. Coleta da solução do solo lixiviada. (A) Frasco plástico posicionado embaixo do dreno para a coleta do lixiviado; (B) Solução do solo lixiviada límpida.

3.3. Avaliação das alterações das soluções do solo coletadas

Por um período de 5 meses, foram realizadas amostragens semanais das soluções lixiviadas e amostragens quinzenais das soluções dos extratores, com a finalidade de avaliar as concentrações dos íons NO_3^- e K^+ , além da DQO, pH e CE. Por não ser possível a realização de todas as análises de todos os parâmetros no dia da coleta, foram sempre priorizadas as medições de pH e CE das soluções que posteriormente foram mantidas sob refrigeração.

Através das sondas de TDR foram estimadas a umidade e a condutividade elétrica do solo (CEs), semanalmente por um período de 21 semanas. A primeira medição foi realizada antes da aplicação de vinhaça.

3.4. Estudo de adsorção de nitrato pelo método “batch” de laboratório

Experimentos de adsorção do tipo “batch” (em batelada) serão conduzidos para determinar a quantidade de NO_3 adsorvido, conforme procedimentos descritos em Soares e Casagrande (2009). A 2,0 g de TFSA, coletada dos horizontes A e Bw do LV, serão adicionados 20 mL de solução de CaCl_2 0,05 mol L^{-1} contendo quantidades crescentes de NO_3 (0, 20, 40, 80, 160, 320 e 640 mg L^{-1}) (OLIVEIRA et al., 2000; ALCÂNTARA; CAMARGO (2005)), na forma de nitrato de potássio.

O conjunto será acondicionado em frascos de polietileno do tipo Falcon e colocado sob agitação (150 osc min^{-1}) por 24 horas a 24 ± 2 °C. A suspensão será centrifugada a 2.000 g, durante 5 minutos, e o NO_3 do sobrenadante será determinado em espectrofotômetro a 470 nm, utilizando-se o método da brucina (Alcântara e Camargo, 2005; Baker, 1969). A quantidade de NO_3 adsorvido (q_{eq}) e a porcentagem de adsorção (%) serão computados pelas seguintes equações:

$$q_{\text{eq}} = \frac{[(C_0 - C_{\text{eq}})V]}{X} \quad (\text{Equação 3})$$

$$\text{adsorção (\%)} = \frac{(C_0 - C_{\text{eq}})}{C_0} \times 100 \quad (\text{Equação 4})$$

em que q_{eq} é a quantidade de NO_3^- adsorvido após o equilíbrio (mg kg^{-1}); C_0 e C_{eq} são a concentração inicial adicionada e a de equilíbrio (mg L^{-1}), respectivamente; V = volume de solução do solo (mL); e X = massa de amostra de terra (g). A quantidade de NO_3^-

originalmente presente nas amostras será descontada no cálculo da quantidade de NO_3 adsorvido.

Isotermas de adsorção serão construídas a partir dos resultados experimentais, e a adsorção de NO_3 será comparada com aquela estimada pela forma não linear da isoterma “single-site” de Langmuir:

$$q_{\text{eq}} = \frac{KC_{\text{eq}}q_{\text{max}}}{1 + KC_{\text{eq}}} \quad (\text{Equação 4})$$

em que K é o parâmetro relacionado com a afinidade do solo pelo NO_3^- (mL kg^{-1}) e q_{max} é a máxima capacidade de adsorção de NO_3^- (mg kg^{-1}). A isoterma de Langmuir será ajustada aos resultados de adsorção de NO_3^- pelos programas Fitfun.bas e Fitfunc, os quais empregam a otimização não-linear dos quadrados mínimos e não exigem a linearização da isoterma, o que evita tanto a introdução de mudanças na distribuição dos erros quanto a aquisição de parâmetros influenciados (K e $q_{\text{máx}}$) (CASAGRANDE et al., 2008; MOUTA et al., 2008; SOARES et al., 2008; 2009; 2011).

4. DELINEAMENTO EXPERIMENTAL E TRATAMENTO DE RESULTADOS

4.1.1. Análise estatística dos tratamentos de vinhaça

O experimento foi conduzido em delineamento inteiramente casualizado (DIC). Os resultados de NO_3^- , K^+ , DQO, pH e CE, de quatro amostras de cada um dos tratamentos de vinhaça, foram submetidos à análise de variância (Tabela 11). Uma vez que o teste F tenha sido significativo a 5% e a 1% de probabilidade, as médias dos tratamentos foram comparadas pelo teste de Tukey, ao nível de 5% de probabilidade.

Tabela 11. Quadro de análise de variância (ANOVA) empregado para os parâmetros NO_3 , K^+ , DQO, pH e CE de vinhaças submetidas a diferentes tratamentos.

Causas de Variação	Graus de liberdade
Tratamentos	3
Resíduo	12
Total	15

Resultados de DQO, de oito amostras de cada uma das vinhaças antes e depois do tratamento microbiológico, foram submetidos à análise de variância (Tabela 12). Observada a significância do teste F a 5% e a 1% de probabilidade, as médias dos valores de DQO das vinhaças foram comparados pelo teste de Tukey, ao nível de 5% de probabilidade.

Tabela 12. Quadro de análise de variância (ANOVA) da variável DQO de vinhaças, antes e após o tratamento microbiológico.

Causas de Variação	Graus de liberdade
Tratamentos	1
Resíduo	14
Total	15

4.1.2. Análise estatística das soluções lixiviada e coletada dos extratores de solução do solo

4.1.3. Análise de variância e comparação entre médias

O experimento foi conduzido em delineamento inteiramente casualizado, e subdivididas (3 interações: profundidades x tempo x tratamentos) (Tabela 13), com as parcelas num esquema fatorial 2 x 4 mais 1 tratamento testemunha (sem aplicação de vinhaça), totalizando 9 tratamentos, instalados em 3 repetições. A fim de avaliar de forma mais detalhada o comportamento das variáveis estudadas em cada uma das profundidades de coleta de solução do solo (extrator superior (50 cm), extrator inferior (100 cm), foram feitas ANOVAS no esquema de parcelas subdivididas (2 interações: tratamentos x tempo) (Tabela 14).

Os tempos de monitoramento foram diferentes entre as soluções coletadas. A solução do solo lixiviada foi monitorada semanalmente por 5 meses, totalizando 20 semanas de monitoramento. As soluções obtidas pelos extratores de solução do solo também foram monitoradas por 5 meses, entretanto as amostras foram coletadas quinzenalmente, totalizando 10 medições.

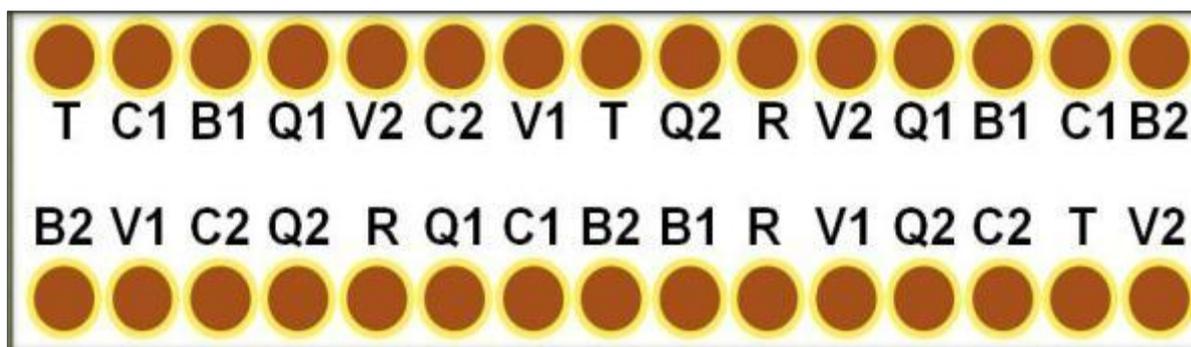
Tabela 13. Quadro de análise de variância para a solução do solo do solo e do extrato lixiviado, em três profundidades, considerando 10 amostragens (amostragens quinzenais durante 5 meses de monitoramento).

Causas de variação	Graus de liberdade
Profundidades (P) (2 extratores e lixiviado)	2
Resíduo (a)	6
Parcelas	8
Diferentes tratamentos de vinhaça (V) (9)	8
Interação P x V	16
Resíduo (b)	48
Subparcelas	80
Tempo de monitoramento (T) (10 amostragens)	9
Interação P x T	18
Interação V x T	72
Interação P x V x T	144
Resíduo (c)	486
Total	809

Tabela 14. Quadro de análise de variância (interação dupla: tratamentos x tempo) para as soluções coletadas considerando as amostragens realizadas durante o tempo.

Causas de variação	Graus de liberdade
Diferentes tratamentos de vinhaça (V) (9)	8
Resíduo (a)	18
Parcelas	26
Tempo de monitoramento (T)	19
Interação V x T	152
Resíduo (b)	342
Total	539

O posicionamento das colunas foi aleatorizado em ambiente de laboratório sem grandes variações de temperatura, umidade e luminosidade ao longo do experimento (Figura 26).



T: Testemunha (aplicação de água destilada); V1: Vinhaça *in natura*, na dose calculada; V2: Vinhaça *in natura*, na dose calculada x2; C1: Vinhaça concentrada, na dose calculada; C2: Vinhaça concentrada, na dose calculada x2; B1: Vinhaça tratada biologicamente, na dose calculada; B2: Vinhaça tratada biologicamente, na dose calculada x2; Q1: Vinhaça tratada quimicamente, na dose calculada; Q2: Vinhaça tratada quimicamente, na dose calculada x2; R: Repositoras (3 colunas).

Figura 26. Esquema de posicionamento das colunas de solo em ambiente fechado com temperatura e umidade homogêneas durante todo o experimento.

A fim de verificar se ocorreram diferenças significativas entre as doses de vinhaça em cada um dos tratamentos, foram elaboradas ANOVAs (Tabela 15) que avaliaram as diferenças entre as doses de vinhaça aplicada em cada um dos tratamentos, nas três profundidades de coleta.

Tabela 15. Quadro de análise de variância para avaliação da diferença entre as doses de vinhaça em cada um dos tratamentos na em cada um das profundidades de coleta de solução do solo.

Causas de variação	GL
Doses de vinhaça (Dose 1 x Dose 2) (D)	1
Resíduo-a	4
Parcelas	5
Tempo (T)	19
Interação V x T	19
Resíduo-b	76
Total	119

Os resultados de NO_3^- e K^+ foram submetidos à análise de variância pelo Teste F, a 5% e 1% de probabilidade, com posterior comparação entre médias pelo teste de Tukey, ao nível de 5% de probabilidade, no caso de um resultado significativo para as causas de variação ou para as interações. As análises foram feitas desempenhadas pelos softwares ASSISTAT versão 7.6 e Microsoft Office Excel® 2007. Para verificar o comportamento comparativo das variáveis estudadas em relação ao tempo e às profundidades, foram

elaborados gráficos com as médias e os desvios-padrão das três repetições de cada uma das variáveis.

4.1.4. Umidade e condutividade elétrica medidas por sondas de TDR

Por um período de 21 semanas, foram coletados resultados de umidade e de condutividade elétrica do solo por sondas de TDR, instaladas em cada um das colunas. Pela análise de variância pelo Teste F, a 5% e 1% de probabilidade, e da comparação entre médias pelo teste de Tukey, ao nível de 5% de probabilidade, verificou-se quando ocorreu diferença significativa entre os tratamentos de vinhaça para as duas variáveis estudadas. Para verificar o comportamento comparativo das variáveis estudadas em relação ao tempo, foram elaborados gráficos com as médias e os desvios-padrão das três repetições de cada uma das variáveis.

4.1.5. Análise química das amostras de solo coletadas após o experimento

Após o término do experimento, foram coletadas 5 amostras de solo em cada coluna, conforme a profundidade: 0-20 cm, 20-50 cm, 50-80 cm, 80-110 cm e 110-130 cm. Os parâmetros analisados foram os mesmos descritos no item 3.1.1.. Os resultados serão submetidos à análise de variância e de comparação entre médias (Teste de Tukey a 5% e a 1% de probabilidade), para cada variável, afim de avaliar se ocorreram diferenças significativas das amostras que foram submetidas aos diferentes tipos e doses de vinhaça em relação às amostras de solo das colunas testemunha, onde foram aplicadas somente água destilada.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. Caracterização das vinhaças

As vinhaças *in natura*, concentrada, tratadas quimicamente e microbiologicamente utilizadas no experimento apresentaram a composição descrita na Tabela 16. Como esperado, a vinhaça *in natura* apresentou elevado teor de K, expresso em K_2O , e alta carga orgânica, representada pelos elevados valores de DQO e de DBO_5 . A vinhaça concentrada apresentou valores de K_2O , DQO e DBO_5 quatro vezes maiores do que a vinhaça *in natura*.

Estes resultados são esperados já que o processo de concentração de vinhaça não apenas reduz seu volume, mas altera as características químicas e físicas da vinhaça.

Entretanto, a vinhaça concentrada por apresentar pH semelhante a vinhaça *in natura* e teores de potássio 25 vezes maior que a vinhaça não concentrada (ROSSETTO, 2010).

O teor de NO_3^- da vinhaça concentrada foi cerca de 16 vezes superior ao da *in natura*, mas ainda considerado baixo, já que alcançou $12,16 \text{ mg L}^{-1}$ e este valor pode alcançar 22 mg L^{-1} (SILVA et al., 2013). Entretanto, os valores de nitrogênio total Kjeldhal foram elevados, sendo $398,6 \text{ mg L}^{-1}$ na vinhaça *in natura* e $265,44 \text{ mg L}^{-1}$ na vinhaça concentrada. Este fato sugere que outras formas de nitrogênio, como o orgânico, presentes de forma mais abundante na vinhaça (podendo atingir 3700 mg L^{-1} do nitrogênio total na vinhaça concentrada (ROSSETTO, 2010) e sua interação no solo pode torná-los formas mineralizadas como NO_3^- e (nitrito) NO_2^- .

Tabela 16. Caracterização das vinhaças *in natura*, concentrada e submetidas aos tratamentos químico e biológico, de acordo com a norma CETESB P4.231/2006.

Parâmetro	Unidade	Tratamentos de vinhaça			
		<i>In natura</i>	Concentrada	Tratamento Químico	Tratamento Biológico
pH	----	4,45 (c)	4,13 (d)	7,61 (b)	6,33 (a)
SST ¹	mg L ⁻¹	3980	40700	3820	3900
Dureza Total	mg L ⁻¹	1619,9	99850,6	3415	3331,3
CE ²	dS cm ⁻¹	13,02 (c)	24,22 (b)	26,98 (a)	25,89 (a)
Nitrato ³	mg L ⁻¹	4,69 (b)	12,16 (a)	7,72 (b)	9,91 (a)
Nitrito	mg L ⁻¹	0,115	0,904	< 3,00	< 3,00
N-NH ₄ ⁴	mg L ⁻¹	7,54	19,89	7,4	39,5
NK ⁵	mg L ⁻¹	398,16	265,44	292,32	308,00
Sódio	mg L ⁻¹	14,66	1592,2	1790,25	1625,0
Cálcio	mg L ⁻¹	398,6	15930,0	892,25	875,25
K ₂ O ⁶	kg m ⁻³	4,80 (b)	17,76 (a)	4,72 (b)	4,47 (b)
Magnésio	mg L ⁻¹	151,68	14588	288,5	278,25
Sulfato	mg L ⁻¹	1794,62	10529,28	2765,758	3407,684
Fosfato total	mg L ⁻¹	10,74	118,16	8,98	< 2,00
DBO ₅ ⁷	mg L ⁻¹	23660,0	72453,3	5633,3	6716,7
DQO ⁸	mg L ⁻¹	47167,0 (b)	217482,0 (a)	51810,5 (b)	42848,5 (b)

Análises realizadas por laboratório acreditado pela ISO IEC 17025:2005. Para os parâmetros pH, CE, Nitrato, K₂O e DQO foram feitas análises já que foram retiradas quatro amostras e os resultados foram comparados pelo teste de Tukey aos níveis de 5% e 1% de probabilidade. ¹Sólidos Suspensos Totais (Resíduo não filtrável total). ²Condutividade Elétrica, ³Análise por cromatografia de troca iônica. ⁴Nitrogênio Amoniacal, ⁵Nitrogênio Kjeldhal, ⁶Potássio ⁷Demanda Bioquímica de Oxigênio em 5 dias. ⁸Demanda Química de Oxigênio. Médias (ver Tabela I do item Apêndice) seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente pelo Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Linhas – letras minúsculas.

Parâmetros de Ayers e Westcot (1985) para a qualidade de água de irrigação podem ser empregados na avaliação da vinhaça, amplamente utilizada na fertirrigação. Segundo os autores, valores de condutividade elétrica superiores a $3,0 \text{ dS m}^{-1}$ indicam grau severo de restrição de uso. Por estes critérios, a vinhaça *in natura* poderia ser considerada imprópria para uso na fertirrigação, assim como a vinhaça concentrada, que apresentou valores de condutividade elétrica seis vezes maiores do que o limite de grau severo de restrição para uso.

Ayers e Westcot (1985) consideraram concentração de Na superior a $3 \text{ mmol}_c \text{ L}^{-1}$ na água de irrigação como indicativo de grau moderado de restrição de uso. Valores de 17 e $69 \text{ mmol}_c \text{ L}^{-1}$ de Na foram encontrados nas vinhaças *in natura* e concentrada, respectivamente (Tabela 16). Nas vinhaças *in natura* submetidas aos tratamentos químicos e microbiológicos foi adicionado Na, devido ao ajuste de pH que utilizou uma solução do solo de NaOH a 12 mol L^{-1} . Assim, o teor de Na nesses tratamentos também aumentou bastante, já que mesmo depois do tratamento microbiológico, as cianobactérias utilizadas não modificaram o teor deste íon.

O K não sofreu alteração após o tratamento microbiológico, já que os valores foram estatisticamente iguais para os tratamentos químico e microbiológico. Os valores de pH foram estatisticamente diferentes entre os quatro tipos de vinhaça, conforme o teste de Tukey. A vinhaça tratada quimicamente teve o pH mais elevado (7,61) e a vinhaça concentrada o pH mais ácido (4,13).

A vinhaça *in natura* submetida ao tratamento microbiológico não foi centrifugada antes da sua aplicação nas colunas de percolação, a fim de avaliar se a adição da biomassa de microalgas no solo significaria adição de matéria orgânica. Além disso, a adição de vinhaça não centrifugada representou a condição a ser adotada como prática de aplicação no campo, já que o processo eficiente de centrifugação deve ser operado por centrífugas de bancada de alta rotação ($>10000 \text{ rpm}$), etapa que seria extremamente onerosa e de alto custo para ser feita em larga escala.

A vinhaça *in natura* apresentou os valores mais baixos de nitrato, enquanto as vinhaças concentrada e tratada biologicamente tiveram valores mais altos. O consumo da matéria orgânica pelas microalgas pode ter provocado a mineralização de parte do nitrogênio orgânico disponível neste efluente. A vinhaça submetida ao tratamento químico apresentou maiores valores de nitrato quando comparada à vinhaça *in natura*, entretanto as médias foram estatisticamente iguais. Isso pode ter ocorrido devido ao manuseio da vinhaça para o ajuste de pH, já que nesta etapa a vinhaça foi descongelada para a adição da solução do solo de NaOH

e, posteriormente, recongelada. Este processo pode ter estimulado o crescimento de microorganismos e a decomposição da matéria orgânica disponível.

Para avaliar a redução da DQO pelo tratamento microbiológico, foram feitas medidas antes e depois de submeter amostras de vinhaça *in natura* à biomassa de microalgas. Houve redução média de 21% de DQO, considerando os 4 balões (repetições) utilizados no experimento (Tabela 17).

Tabela 17. Redução de DQO antes e depois do tratamento da vinhaça *in natura* com microalgas *Aphanothece microscopica Nægeli*.

Amostras de vinhaça centrifugada	Balão 1 (5L)		Balão 2 (5L)		Balão 3 (5L)		Balão 4 (5L)		Média geral de redução de DQO
	1	1'	2	2'	3	3'	4	4'	
Antes do tratamento	40044	47144	45724	44304	40044	38624	49984	48564	
Depois do tratamento	32944	35784	34364	31524	34364	32944	40044	37204	
% de redução de DQO	18%	24%	25%	29%	14%	15%	20%	23%	21%

A redução da DQO não foi tão elevada quando comparada com os resultados de Bonini (2012), que utilizou biomassa de *Aphanothece microscopica Nægeli* para o tratamento de vinhaça em menor escala. Porém, constatou-se que o tratamento pela cianobactéria consumiu uma parte considerável da matéria orgânica da vinhaça, resultando em redução na DQO equivalente a 10.000 mg O₂ L⁻¹.

5.2. Nitrato (NO₃⁻)

5.2.1. Mobilidade do NO₃⁻ ao longo da coluna de percolação

A Tabela 18 contém o resumo da análise de variância (ANOVA) dos teores de NO₃⁻ em solução do solo em função da profundidade na coluna de percolação (P) e dos tratamentos de vinhaça (V) ao longo do período experimental (T). Houve efeito altamente significativo ($p < 0,01$) de cada fator isolado (P, V e T), das interações duplas P x V, P x T e V x T, e da interação tripla P x V x T.

Com os resultados da análise de variância, procedeu-se ao desdobramento da interação P x V x T para a variável NO₃⁻ em solução do solo. Constam na Tabela 19 os valores médios de teores de NO₃⁻ em solução do solo considerando o fator tipo de tratamento de vinhaça dentro de cada nível de profundidade do solo da coluna de percolação, ao longo de 150 dias

de experimento. Observou-se que, mesmo na ausência de aplicação de vinhaça (T), na camada até 50 cm houve aumento crescente na disponibilização de NO_3^- até os 45 dias. A partir de 60 dias, os teores de NO_3^- foram iguais aqueles verificados aos 15 dias da aplicação de vinhaça, indicando o provável início de lixiviação.

Tabela 18. Quadro de análise de variância da variável teor de NO_3^- em solução do solo em função dos fatores profundidade da coluna de percolação, tipo de vinhaça e tempo e de suas interações.

Causas de Variação	GL	SQ	QM	F	
Profundidades de coleta de solução do solo (P)	2	2851407,70	1425703,85	786,05	**
Resíduo-a	6	10882,61	1813,77		
Parcelas	8	2862290,31			
Tratamentos de vinhaça (V)	8	675266,16	84408,27	25,96	**
Interação P x V	16	197634,75	12352,17	3,80	**
Resíduo-b	48	156076,11	3251,59		
Subparcelas	80	3891267,33			
Tempo (10 medições) (T)	9	954901,00	106100,11	71,79	**
Interação P x T	18	4846533,94	269251,89	182,19	**
Interação V x T	72	334618,98	4647,49	3,14	**
Interação P x V x T	144	793995,78	5513,86	3,73	**
Resíduo-c	486	718252,00	1477,88		
Total	809	11539569,02			

Pelo teste F, **significativo ao nível de 1% de probabilidade ($p < 0,01$), *significativo ao nível de 5% de probabilidade ($0,01 \leq p < 0,05$) e ^{ns}não significativo ($p \geq 0,05$)

Admite-se estreita relação entre os teores de matéria orgânica e o nitrogênio do solo. As camadas de 0-20 e de 20-50 cm da coluna de percolação foram preenchidas com amostras de solo contendo 24 e 17 g dm^{-3} de matéria orgânica, respectivamente (Tabela 4). Para usar o teor de matéria orgânica na estimativa da disponibilidade de nitrogênio, admite-se taxa média de mineralização de 2% ao ano (RAIJ, 2011). Sendo assim, a camada 0-20 cm, que apresentou 0,12% de N ($2,4 \text{ t ha}^{-1}$ de N), tem potencial para disponibilizar 48 kg ha^{-1} de N por ano. Na camada 0-20 cm da coluna de percolação, foram acomodados $14,2 \text{ dm}^{-3}$ de solo que, no período de um ano sob condições normais de campo, poderiam disponibilizar 340 mg kg^{-1} de N por ano.

A disponibilização do NO_3^- a partir da matéria orgânica depende, sobretudo, da umidade do solo. Neste estudo, foi simulado o regime pluviométrico do período

compreendido entre outubro e fevereiro (Tabela 10), ou seja, condições de maiores teores de umidade do solo. É provável, portanto, que o aumento crescente na disponibilização de NO_3^- na camada até 50 cm, nos primeiros 45 dias, mesmo sem aplicação da vinhaça (T) (Tabela 19 e Figura 27), tenha decorrido das condições propícias para a atividade microbiana, ou seja, umidade, pH, nutrientes e temperatura, na mineralização do N presente na matéria orgânica. Observou-se grande variância dos resultados obtidos no tratamento testemunha ao longo do tempo, indicada pelos altos valores do desvio-padrão das médias dos teores de NO_3^- (Figura 27) Isso pode ser atribuído à variação dos processos de mineralização e de imobilização de formas minerais de N pelos micro-organismos, causando grande oscilação dos teores de NO_3^- (GARIGLIO, 2008).

Os teores de NO_3^- na solução do solo coletada pelo extrator inferior (100 cm de profundidade) não foram estatisticamente diferentes ao longo do tempo, o que não permitiu atestar a lixiviação de nitrato nas condições experimentais do tratamento testemunha. Da mesma forma, os teores de NO_3^- na solução do solo lixiviada (150 cm de profundidade), além de terem sido os menores quando comparados com os das outras regiões da coluna de percolação, não variaram ao longo do tempo de monitoramento (Figura 27).

Independentemente do tipo de vinhaça, todos os tratamentos com aplicação do efluente na camada até 50 cm resultaram em teores de nitrato em solução do solo superiores aos do tratamento testemunha. Não houve alteração dos teores de nitrato em solução do solo até os 45 dias após a aplicação das vinhaças V1, V2, Q1, Q2, B1 e B2, mas observou-se intenso aumento de NO_3^- com a aplicação das vinhaças C1 e C2. Os resultados obtidos a partir do extrator superior indicaram que, a começar de 45 dias após a aplicação das vinhaças, os teores de nitrato em solução do solo diminuíram. Os picos de teores de nitrato em solução do solo nesta camada ocorreram entre 30 e 45 dias após a aplicação das vinhaças.

Ainda que tenha sido apontada a possibilidade de lixiviação de nitrato da camada superior, seus teores em solução do solo na profundidade de 100 cm não diferiram estatisticamente ao longo do tempo no tratamento testemunha. A quantidade de nitrato adicionada por V1 também não promoveu modificações significativas de seus teores na solução do solo coletada a 100 cm. Entretanto, a partir dos 45 dias da aplicação de V2, houve aumento dos teores de nitrato em solução do solo, registrado até os 120 dias. Com a aplicação de Q1 e de Q2, os teores de nitrato começaram a aumentar significativamente na profundidade de 100 cm a partir dos 45 dias, mantendo-se elevados até os 105 dias após a aplicação das vinhaças. Acréscimos significativos de nitrato em solução do solo a 100 cm de profundidade foram observados a partir dos 60 e dos 75 dias após a aplicação de B1 e de B2, com queda dos

teores em 120 e 135 dias, respectivamente. Teores de nitrato permaneceram altos por mais tempo aos 100 cm de profundidade na ocasião das aplicações de C1 e de C2.

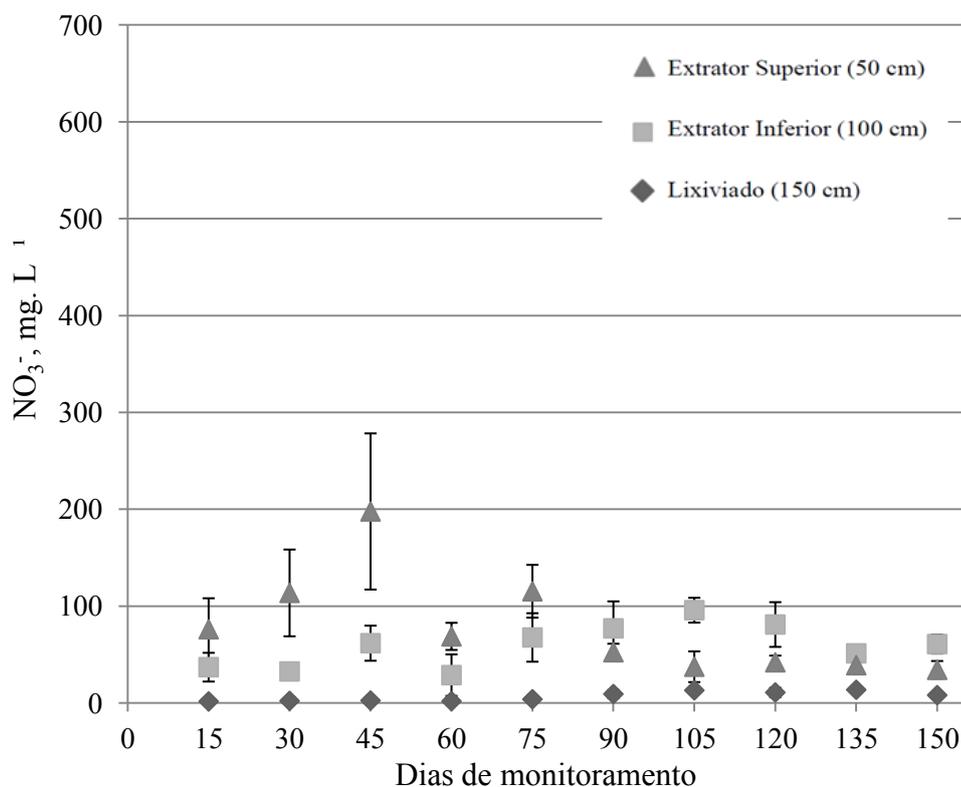


Figura 27. Teores médios de NO_3^- em solução do solo coletada em diferentes profundidades de coluna de percolação submetida ao tratamento testemunha durante 5 meses.

Baixos teores de nitrato em solução do solo foram observados no lixiviado coletado a 150 cm de profundidade até os 75 dias após a aplicação das vinhaças em dose dobrada. A partir deste período, importantes incrementos de nitrato foram obtidos no lixiviado das colunas que receberam vinhaça em dose dobrada, independentemente do tipo de tratamento do efluente (V2, Q2, B2 e C2). Não houve diferença significativa entre os teores de nitrato em solução do solo nos tratamentos T, V1, Q1, B1 e C1 ao longo do tempo. A quantidade de nitrato aportada por estes tipos de vinhaça não foi suficiente para promover alterações estatisticamente significativas no lixiviado coletado a 150 cm em todo o período do experimento. Entretanto, aos 90 dias após a aplicação das vinhaças, vários resultados para teores de nitrato em solução do solo superaram os 10 mg L^{-1} , valor considerado crítico pela Portaria 2914/2011 do Ministério da Saúde, como padrão de potabilidade de água para consumo humano, e pela CETESB (2005) como valor máximo permitido para águas subterrâneas.

Tabela 19. Desdobramento da interação profundidade (P) x tipo de vinhaça (V) x tempo (T): teores médios de NO_3^- (mg L^{-1}) na solução do solo coletada em três profundidades da coluna de percolação, submetida à aplicação de diferentes tipos de vinhaça, ao longo de 150 dias.

Profundidades	Tratamentos	Tempo de Monitoramento (dias)																			
		15	30	45	60	75	90	105	120	135	150										
Lixiviado	B1	1,78	A	2,18	A	2,73	A	2,93	A	6,39	A	38,41	A	85,48	A	76,59	A	68,43	A	50,26	A
	B2	1,75	C	2,53	C	3,83	C	6,00	C	22,82	BC	51,97	ABC	121,24	AB	133,91	A	107,15	AB	58,17	ABC
	C1	1,76	A	2,43	A	4,08	A	3,96	A	8,65	A	62,16	A	70,21	A	83,80	A	59,58	A	47,85	A
	C2	1,92	C	2,95	C	4,38	C	5,55	C	18,02	BC	108,49	AB	125,24	A	141,38	A	83,98	ABC	52,68	ABC
	Q1	1,74	A	2,06	A	3,46	A	3,25	A	12,79	A	60,68	A	77,27	A	81,93	A	62,98	A	53,10	A
	Q2	1,82	D	2,36	D	3,61	D	7,46	CD	28,53	BCD	71,41	ABCD	125,82	AB	131,54	A	105,63	ABC	73,33	ABCD
	T	1,51	A	2,06	A	2,38	A	1,74	A	3,75	A	9,11	A	12,94	A	10,72	A	13,50	A	7,99	A
	V1	1,66	A	2,32	A	3,29	A	2,57	A	8,54	A	40,34	A	44,41	A	41,21	A	38,40	A	27,55	A
	V2	1,55	B	2,55	B	3,69	B	3,39	B	15,14	AB	103,62	A	92,95	AB	75,76	AB	60,40	AB	46,40	AB
Extrator Inferior	B1	61,86	D	60,07	D	103,26	CD	146,55	BCD	187,09	BC	307,52	A	208,09	AB	104,96	CD	71,91	D	72,37	D
	B2	48,46	D	64,57	CD	143,68	BCD	161,10	BC	351,97	A	347,12	A	235,73	B	228,03	B	102,11	CD	103,38	CD
	C1	45,23	D	45,67	D	156,66	ABC	154,13	ABC	187,95	AB	247,83	A	188,86	AB	104,53	BCD	78,46	CD	72,17	CD
	C2	47,52	E	89,36	DE	193,29	BC	191,37	BC	377,30	A	396,55	A	253,06	B	160,37	BCD	164,22	BCD	117,94	CDE
	Q1	31,08	D	59,84	CD	146,85	BC	173,21	B	164,30	B	292,71	A	174,47	B	93,28	BCD	82,31	BCD	82,25	BCD
	Q2	69,77	D	75,02	CD	174,45	BC	89,92	CD	355,17	A	346,01	A	227,32	B	110,94	CD	87,86	CD	93,81	CD
	T	36,83	A	32,42	A	61,59	A	28,62	A	67,52	A	76,91	A	95,68	A	80,88	A	51,11	A	60,71	A
	V1	60,74	AB	40,99	B	69,00	AB	77,40	AB	119,74	AB	150,20	A	155,95	A	90,28	AB	72,91	AB	65,79	AB
	V2	60,79	E	68,44	E	200,84	ABC	172,43	BCD	283,07	A	240,71	AB	185,16	ABC	120,63	CDE	83,59	DE	82,94	DE
Extrator Superior	B1	325,19	AB	389,15	A	419,49	A	272,48	B	157,09	C	87,44	CD	75,76	CD	66,21	CD	55,81	D	38,28	D
	B2	335,58	AB	343,85	AB	367,21	A	260,23	BC	165,36	CD	95,70	DE	84,87	DE	61,79	E	55,10	E	41,81	E
	C1	227,83	BC	173,85	CD	461,28	A	311,76	B	237,23	BC	95,56	DE	84,02	DE	45,13	E	65,64	E	40,90	E
	C2	295,53	BC	260,53	C	520,51	A	369,78	B	281,33	BC	95,56	D	83,59	D	64,22	D	55,10	D	43,12	D
	Q1	374,62	A	411,94	A	372,19	A	271,91	B	152,11	C	127,46	CD	88,15	CD	63,50	CD	58,66	CD	39,82	D
	Q2	409,94	A	443,85	A	393,13	A	266,92	B	199,69	B	75,85	C	88,29	C	58,95	C	49,90	C	41,19	C
	T	75,97	B	113,52	AB	197,64	A	68,65	B	115,21	AB	52,25	B	37,29	B	41,85	B	38,86	B	34,12	B
	V1	398,97	A	374,33	A	419,34	A	217,78	B	151,25	BC	81,31	CD	76,75	CD	55,81	CD	65,50	CD	31,84	D
	V2	376,47	A	411,08	A	365,93	A	191,85	B	180,74	B	102,68	BC	101,97	BC	63,50	C	67,49	C	42,72	C

T – Testemunha; V - vinhaça *in natura*; Q - vinhaça *in natura* submetida a tratamento químico; B - vinhaça *in natura* submetida a tratamento biológico; C – vinhaça concentrada; 1 = dose calculada pela norma P4.231; 2 = dose calculada pela norma P4.231 multiplicada por 2; Médias seguidas pela mesma letra na linha não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.

Como a Tabela 19 não permite a interpretação simultânea dos fatores profundidade, tipo de vinhaça e tempo, optou-se pela abordagem das interações duplas, altamente significativas conforme a análise de variância (Tabela 18). Além disso, buscou-se a análise detalhada dos efeitos das doses de vinhaça sobre a concentração de nitrato em solução do solo em diferentes profundidades, não contemplada pela análise de variância.

Considerando os resultados médios em diferentes profundidades e em todos os períodos de tempo (interação P x T) (Tabela 20), observou-se que os teores de NO_3^- em solução do solo foram decrescentes e significativamente diferentes a 50, 100 e 150 cm até os 60 dias de monitoramento. Dos 75 aos 90 dias, os teores de nitrato a 100 cm tornaram-se superiores aos observados a 50 cm, enquanto a 150 cm mantiveram-se estatisticamente iguais. Neste período de monitoramento, foi possível notar a lixiviação de nitrato, mas ainda sem alcançar a zona do lençol freático. A partir dos 105 dias, os teores de nitrato no lixiviado passaram a ser estatisticamente diferentes com relação ao tempo, tornando-se iguais aos verificados à 50 cm, mas menores do que aos encontrados a 100 cm. Este foi o período crítico em que o nitrato alcançou a água subterrânea em concentrações mais elevadas, considerando todos os tipos de vinhaça. Aos 120 dias, as concentrações de nitrato no lixiviado superaram as encontradas na camada mais superficial. Após os 135 dias de monitoramento, a distribuição de nitrato foi mais homogênea ao longo de toda a coluna de percolação.

Houve um pico de concentração de nitrato ($390,8 \text{ mg L}^{-1}$) na solução do solo coletada a 50 cm aos 45 dias da aplicação dos tratamentos com vinhaça. A partir desse período, as concentrações de nitrato foram decrescentes, chegando a tornar-se 10 vezes menor ($39,3 \text{ mg L}^{-1}$) aos 150 dias. Com a lixiviação do nitrato, suas concentrações passaram a aumentar na solução do solo coletada a 100 cm, sendo significativamente diferente aos 45 dias. Dos 75 aos 90 dias, foi observado o máximo de acúmulo de nitrato a 100 cm ($267,3 \text{ mg L}^{-1}$). Após este período, a lixiviação de nitrato foi notada pelo decréscimo progressivo de seus teores até os 150 dias.

Importantes quantidades de NO_3^- , que foram mineralizadas na camada até 50 cm, lixiviam para a camada até 100 cm, onde permaneceram retidas. Uma vez que as médias dos teores de nitrato em solução do solo da Tabela 20 são relativas a todos os tipos de vinhaça, o comportamento de lixiviação do nitrato da camada superficial e de retenção na camada subsuperficial está condicionado ao solo (CAHN et al., 1992; OLIVEIRA et al., 2000; ALCÂNTARA; CAMARGO, 2005; DYNIA et al., 2006) e menos ao tipo de vinhaça.

As variações na concentração de nitrato nas diferentes profundidades de coleta de solução do solo foram avaliadas com respeito ao tipo de vinhaça aplicada na coluna de

percolação, por meio da interação dupla P x V (Tabela 21). Os teores de nitrato em solução do solo no tratamento testemunha (T) foram baixos e estatisticamente iguais até 100 cm de profundidade. A 150 cm, a concentração de nitrato foi ainda mais baixa e diferente daquelas determinadas nas soluções dos extratores inferior e superior. Os menores teores de nitrato foram determinados nas soluções coletadas a 150 cm, independentemente do tratamento.

Os tratamentos V1, V2, Q1, Q2, B1 e C1 provocaram diferenças significativas nos teores de nitrato nas soluções coletadas nas diferentes profundidades (Figura 27, Figura 28, Figura 29, Figura 30, Figura 31, Figura 32, Figura 33 e Figura 34). Não houve diferença significativa entre os teores de nitrato em solução do solo coletada a 50 e a 100 cm nos tratamentos com as vinhaças B2 e C2. As colunas que receberam adições da vinhaça *in natura* tratada biologicamente, sobretudo na dose dobrada (C2), também auferiram maior teor de matéria orgânica representada pela biomassa da microalga *Aphanothece microscopica Nägeli*, desenvolvida durante o tratamento da vinhaça (BONINI, 2012).

Silva et al. (2013) concluíram que a vinhaça concentrada tem baixos valores de constante de mineralização, liberando N de forma lenta quando comparada à vinhaça *in natura*. Parnaudeau et al. (2008) verificaram que vinhaça concentrada apresentou baixos teores das frações lábeis de N e altos níveis de imobilização, sobretudo nos períodos iniciais de sua aplicação no solo. Mesmo considerando todos os tempos de monitoramento, as médias de NO_3^- em solução do solo da Tabela 4 indicaram que as variações estiveram associadas mais com o tempo do que com os tipos e doses de vinhaça.

Tabela 20. Desdobramento da interação profundidade (P) x tempo (T): teores médios de NO_3^- (mg L^{-1}) na solução do solo coletada em três profundidades da coluna de percolação, ao longo de 150 dias, considerando todos os tipos de vinhaça.

Profundidade de coleta de solução do solo	Tempo de Monitoramento (dias)																			
	15	30	45	60	75	90	105	120	135	150										
Extrator Superior (50 cm)	313,34	aB	324,68	aB	390,75	aA	247,93	aC	182,22	bD	90,42	bE	80,08	bEF	57,89	cEFG	56,90	bFG	39,31	bG
Extrator Inferior (100 cm)	51,37	bF	59,60	bEF	138,85	bD	132,74	bD	232,68	aB	267,29	aA	191,59	aC	121,54	aD	88,27	aE	83,49	aEF
Lixiviado (150 cm)	1,72	cD	2,38	cD	3,49	cD	4,09	cD	13,85	cCD	60,69	cAB	83,95	bA	86,31	bA	66,67	abAB	46,37	bBC

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas.

Tabela 21. Desdobramento da interação profundidade (P) x tipo de vinhaça (V): teores médios de NO_3^- (mg L^{-1}) na solução do solo coletada em três profundidades da coluna de percolação, submetida à diferentes tipos de vinhaça, considerando os 5 meses de experimento.

Profundidade de coleta de solução do solo	Tratamentos de vinhaça																	
	T	V1	V2	Q1	Q2	B1	B2	C1	C2									
Extrator Superior (50 cm)	77,54	aB	187,29	aA	190,44	aA	196,04	aA	202,77	aA	188,69	aA	181,15	aA	174,32	aA	206,93	aA
Extrator Inferior (100 cm)	59,23	aE	90,30	bDE	149,86	bBC	130,03	bCD	163,03	bABC	132,37	bBCD	178,62	aAB	128,15	bCD	199,10	aA
Lixiviado (150 cm)	6,57	bB	21,03	cAB	40,55	cAB	35,92	cAB	55,15	cA	33,52	cAB	50,94	bAB	34,45	cAB	54,46	bA

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas.

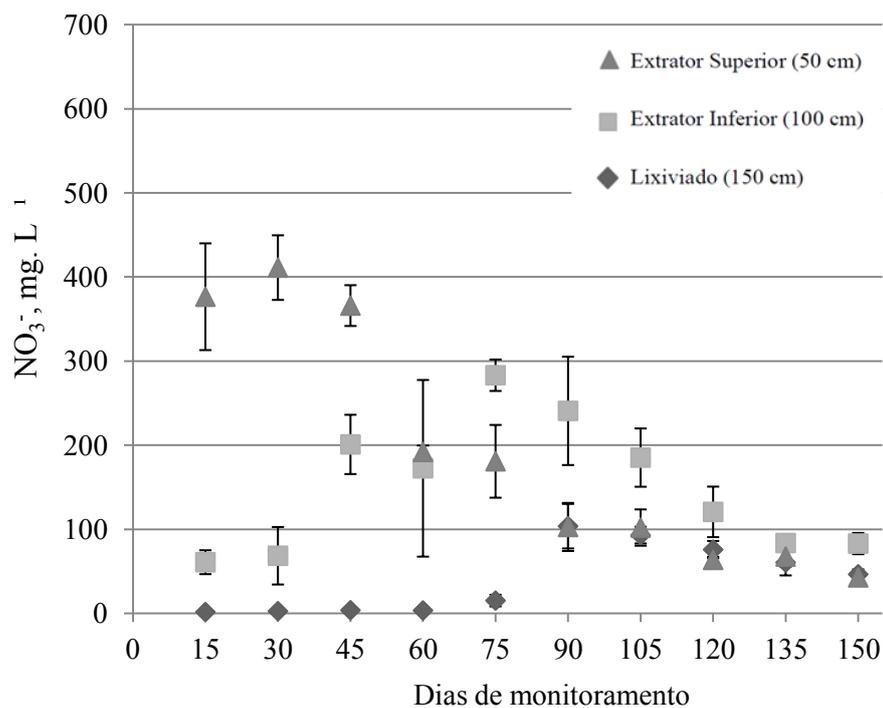


Figura 28. Teores médios de NO_3^- em solução do solo das colunas de percolação com aplicação de vinhaça *in natura* na dose calculada conforme a norma P4.231 multiplicada por 2 (V2), coletada em diferentes profundidades durante 5 meses.

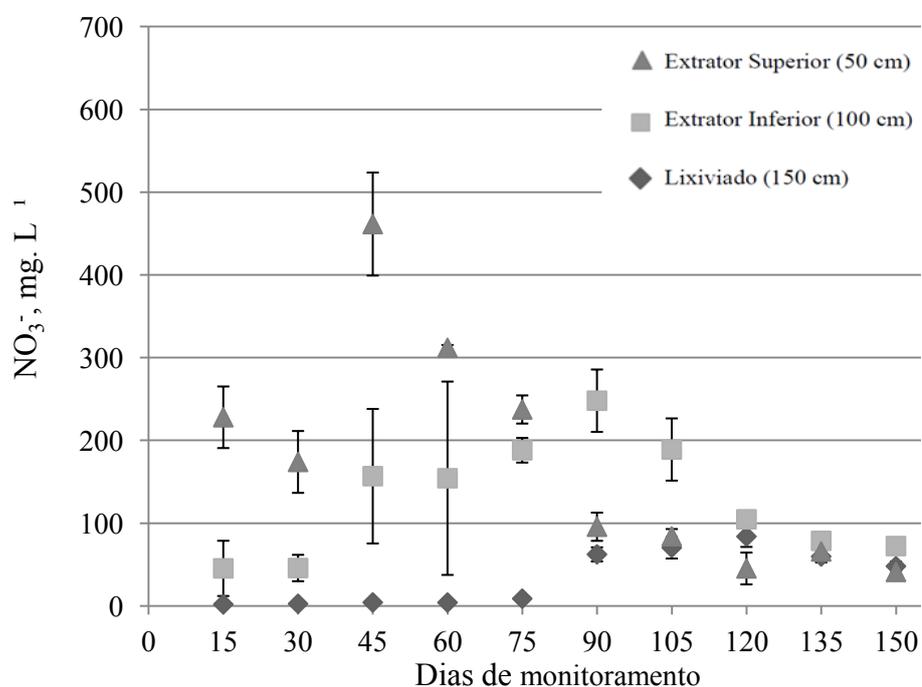


Figura 29. Teores médios de NO_3^- em solução do solo das colunas de percolação com aplicação de vinhaça concentrada na dose calculada conforme a norma P4.231 (C1), coletada em diferentes profundidades durante 5 meses.

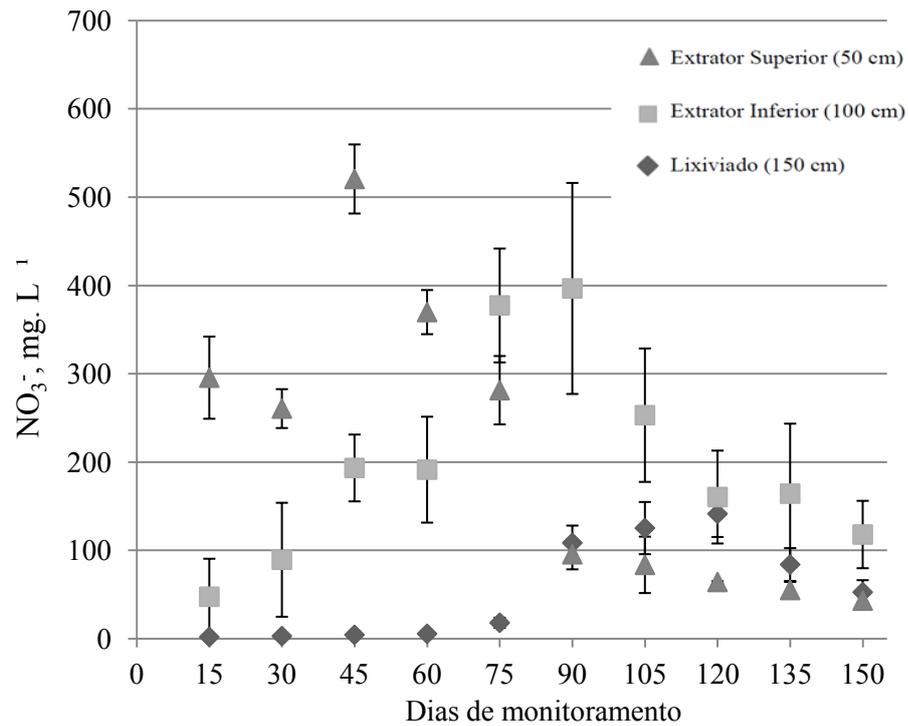


Figura 30. Teores médios de NO_3^- em solução do solo das colunas de percolação com aplicação de vinhaça concentrada na dose calculada conforme a norma P4.231 multiplicada por 2 (C2), coletada em diferentes profundidades durante 5 meses.

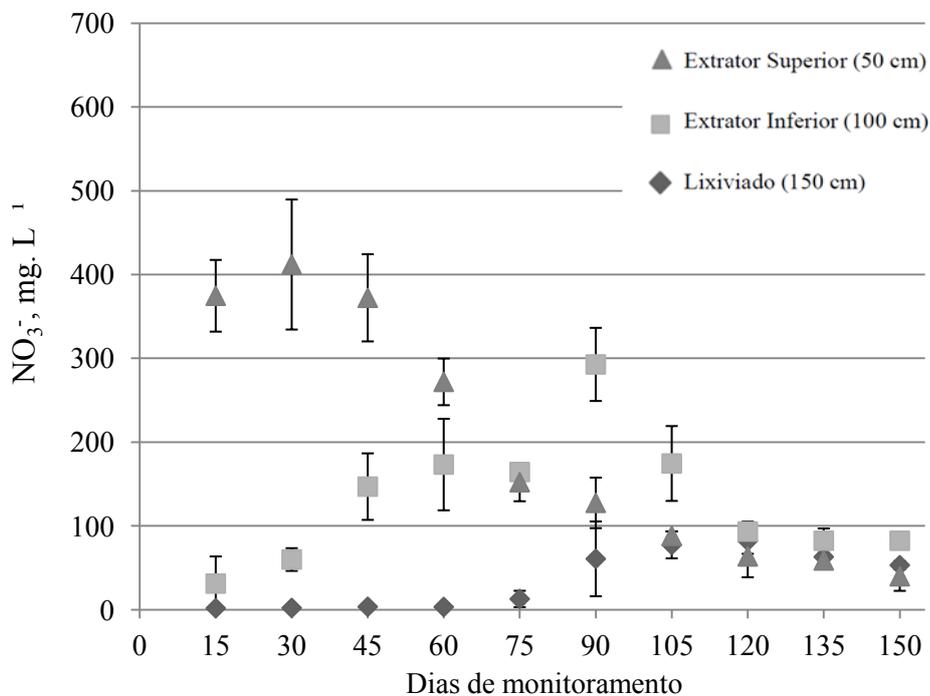


Figura 31. Teores médios de NO_3^- em solução do solo das colunas de percolação com aplicação de vinhaça após tratamento químico na dose calculada conforme a norma P4.231 (Q1), coletada em diferentes profundidades durante 5 meses.

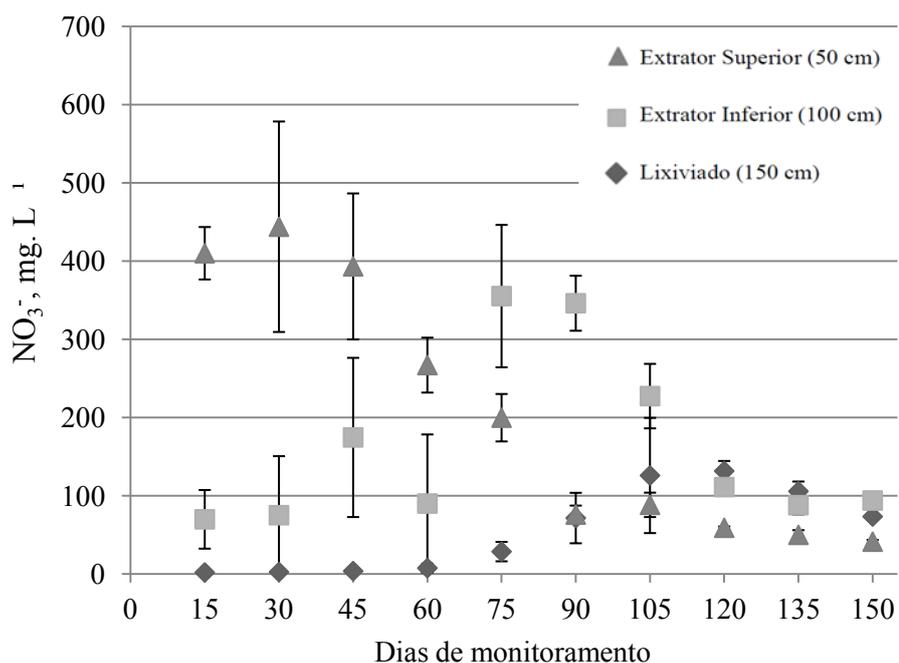


Figura 32. Teores médios de NO_3^- em solução do solo das colunas de percolação com aplicação de vinhaça após tratamento químico na dose calculada conforme a norma P4.231 multiplicada por 2 (Q2), coletada em diferentes profundidades durante 5 meses.

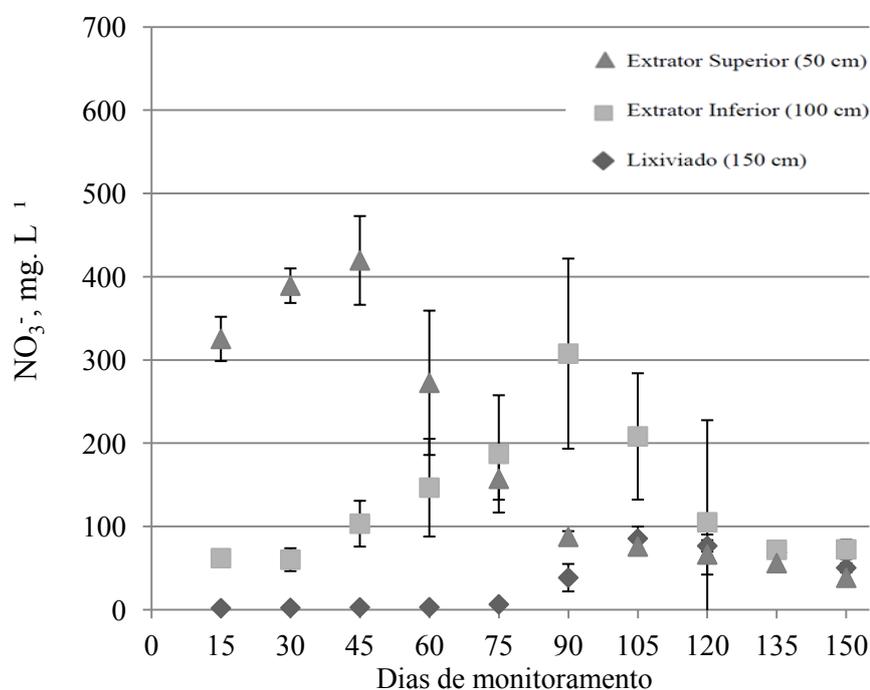


Figura 33. Teores médios de NO_3^- em solução do solo das colunas de percolação com aplicação de vinhaça após tratamento biológico na dose calculada conforme a norma P4.231 (B1), coletada em diferentes profundidades durante 5 meses.

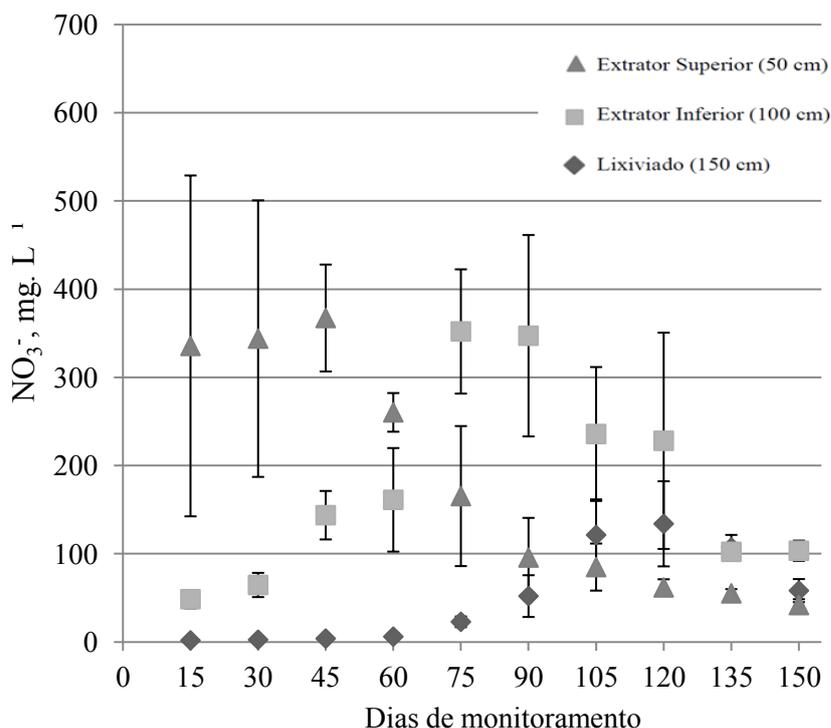


Figura 34. Teores médios de NO_3^- em solução do solo das colunas de percolação com aplicação de vinhaça após tratamento biológico na dose calculada conforme a norma P4.231 multiplicada por 2 (B2), coletada em diferentes profundidades durante 5 meses.

As variações na concentração de nitrato em solução do solo considerando o tempo de monitoramento (T) e os tipos e doses de vinhaça (V) foram avaliadas por meio da interação dupla T x V (Tabela 22). Mesmo considerando as médias das soluções coletadas nas três profundidades, observou-se que o tratamento testemunha resultou sempre nos menores teores de NO_3^- , quando comparados com os demais tratamentos de vinhaça, e nas menores variações ao longo do tempo. A adição de vinhaça *in natura*, de vinhaça *in natura* tratada quimicamente e de vinhaça *in natura* tratada biologicamente, nas duas doses, resultou em maiores teores de NO_3^- até os primeiros 45 dias (Tabela 22).

Aumentos nos teores de nitrato em solução do solo a partir da aplicação das vinhaças concentradas (C1 e C2) foram verificados somente a partir de 45 dias. Isso pode ser resultado da presença de moléculas orgânicas mais complexas que estão presentes na vinhaça concentrada. As altas temperaturas ao qual o efluente é submetido no processo de concentração/desidratação podem ocasionar alterações na relação C/N e aumentar a concentração de ácidos solúveis e insolúveis (PARNAUDEAU et al., 2008), dificultando o processo de decomposição da matéria orgânica e retardando a mineralização de NO_3^- .

Tabela 22. Desdobramento da interação tipo de vinhaça (V) x tempo (T): teores médios de NO_3^- (mg L^{-1}) na solução do solo das colunas de percolação submetida à diferentes tipos de vinhaça, ao longo de 150 dias de experimento, considerando as três profundidades de amostragem.

Tratamentos	Dias de monitoramento																			
	15	30	45	60	75	90	105	120	135	150										
B1	129,61	abABC	150,46	aAB	175,16	bA	140,65	abAB	116,86	cdeBCD	144,45	abcAB	123,11	abABC	82,58	abcCDE	65,39	abDE	53,64	aE
B2	128,60	abAB	136,98	aAB	171,57	bA	142,44	abAB	180,05	abA	164,93	abA	147,28	abA	141,25	aAB	88,12	abBC	67,79	aC
C1	91,60	bcCDEF	73,98	bcEF	207,34	abA	156,62	abAB	144,61	bcdBC	135,18	bcBCD	114,36	abBCDE	77,82	bcDEF	67,89	abEF	53,64	aF
C2	114,99	abCD	117,61	abCD	239,39	aA	188,90	aAB	225,55	aA	200,20	aAB	153,97	aBC	121,99	abCD	101,10	aCD	71,25	aD
Q1	135,81	abABC	157,95	aAB	174,17	bA	149,45	abAB	109,73	cdeBCD	160,28	abAB	113,30	abBCD	79,57	bcCD	67,98	abD	58,39	aD
Q2	160,51	aAB	173,74	aAB	190,40	abA	121,43	bBCD	194,46	abA	164,43	abAB	147,14	abABC	100,47	abcCD	81,13	abD	69,44	aD
T	38,10	cA	49,33	cA	87,20	cA	33,00	cA	62,16	eA	46,09	dA	48,64	cA	44,49	cA	34,49	bA	34,27	aA
V1	153,79	aAB	139,21	aABC	163,88	bA	99,25	bBCD	93,18	deCDE	90,62	cdCDE	92,37	bcCDE	62,43	bcDE	58,93	abDE	41,73	aE
V2	146,27	abAB	160,69	aAB	190,15	abA	122,56	bBC	159,65	bcAB	149,01	abcAB	126,69	abBC	86,63	abcCD	70,49	abCD	57,36	aD

T – Testemunha; V - vinhaça *in natura*; Q - vinhaça *in natura* submetida a tratamento químico; B - vinhaça *in natura* submetida a tratamento biológico; C – vinhaça concentrada; 1 = dose calculada pela norma P4.231; 2 = dose calculada pela norma P4.231 multiplicada por 2; As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas.

As soluções coletadas das colunas de percolação submetidas à adição de doses dobradas de vinhaça *in natura* quimicamente tratada (Q2) e de vinhaça *in natura* biologicamente tratada (B2), mantiveram altas concentrações de NO_3^- até os 105 e 120 dias, respectivamente. Estes dois tipos de vinhaça passaram por processos de ajuste de pH com solução do solo de NaOH 12 mol L^{-1} . Após a aplicação das vinhaças Q2 e B2 nas colunas de solo, deve ocorrer aumento da concentração de íons OH^- em solução do solo. Em solos com predomínio de cargas variáveis, como os Latossolos, as hidroxilas favorecem a desprotonação da superfície dos óxidos de Fe e de Al, resultando em carga elétrica negativa e, conseqüentemente, aumento da CTC (ALLEONI et al., 2009). Além disso, a presença de íons OH^- em solução do solo pode significar competição com o NO_3^- por sítios de adsorção. Ambos os fatores, decorrentes da adição de hidroxilas, concorrerão para ampliar a lixiviação de nitrato.

As médias dos teores de nitrato em solução do solo da Tabela 22 deram indicativos do potencial de adição de NO_3^- pelos tipos e pelas doses de vinhaça. Concentrações de NO_3^- variando de 58,93 (V1) a 101, 10 mg L^{-1} (C2), aos 135 dias, e de 41,73 (V1) a 71, 25 mg L^{-1} (C2), aos 150 dias, indicaram que importantes quantidades de nitrato permanecem em solução do solo até o final do período experimental, estando suscetíveis ao processo de lixiviação.

5.2.2. Mobilidade do NO_3^- em diferentes profundidades de coleta de solução do solo

5.2.2.1. Solução do solo coletada a 50 cm

A partir das análises das soluções coletadas a 50 cm, foi constatada diferença altamente significativa nos teores de nitrato decorrente dos tipos de vinhaça, do tempo após a aplicação dos efluentes e da interação entre os dois fatores (Tabela II-APÊNDICE). Os maiores teores de nitrato foram encontrados na solução do solo proveniente do extrator superior, já que é nas camadas superficiais do solo onde há maior ocorrência de matéria orgânica e de micro-organismos responsáveis pelo processo de mineralização do nitrogênio para as formas de nitrato e de nitrito (CANTARELLA, 2007).

Normalmente, espera-se que a adição de vinhaça constitua prática de adubação orgânica, com os mesmos efeitos atribuídos à matéria orgânica quando adicionada ao

solo. Entretanto, a matéria orgânica da vinhaça é coloidal, composta por gliceróis e ácidos fracos facilmente decomponíveis, capazes de servir de substrato para o aumento imediato da microbiota (NEVES et al., 1983). Segundo Silva et al. (2007), a matéria orgânica da vinhaça é, primeiramente, colonizada por fungos. Durante a humificação do material orgânico, a comunidade fúngica altera o pH e beneficia a proliferação bacteriana. Em bioensaio conduzido por Santos et al. (2009), observou-se aumento da população de fungos a partir dos 30 dias da aplicação de várias doses de vinhaça em solo. Já a população de bactérias não foi afetada até os 90 dias de incubação, podendo observar o seu crescimento a partir dos 120 dias. Porém, neste experimento, a microbiota do solo pode ter sido ativada com antecedência, no processo de saturação das colunas realizado 15 dias antes da aplicação de vinhaça no solo.

Com isso, o processo de mineralização da matéria orgânica do solo, e consequente disponibilização de NO_3^- , iniciou antes da aplicação de vinhaça (Figura 27). Tanto o NO_3^- proveniente da matéria orgânica do solo, quanto aquele aportado pela vinhaça, podem ter sido imobilizados no protoplasma dos micro-organismos na ocasião do aumento da biomassa microbiana. Amaral Sobrinho et al. (1983) verificaram perda de 18% do NO_3^- sob a forma volátil e um desaparecimento de 27% do N mineral, incluindo o NO_3^- , devido ao processo de imobilização após a incubação de solo com vinhaça.

Os teores de NO_3^- aumentaram de 3,0 (C1) a 5,5 vezes (Q2) na solução do solo coletada a 50 cm, nos primeiros 15 dias após a adição das vinhaças (Figura 35) e foram estatisticamente diferentes quando comparados ao tratamento testemunha (Tabela III – APÊNDICE). Com exceção dos tratamentos Q1 e Q2, que promoveram picos de NO_3^- aos 30 dias, todos os demais tipos de vinhaça resultaram em máximos teores de nitrato aos 45 dias (Figura 35). Por tratar-se de efluente com baixa relação C/N e atrativo para a colonização microbiana, a mineralização das formas imobilizadas de nitrogênio pode ocorrer rapidamente (CUNHA et al., 1981).

O início do decréscimo dos teores de nitrato em solução do solo foi observado a partir dos 45 dias, mas com relação a T mantiveram-se até os 90 dias de monitoramento. Dos 90 aos 150 dias de experimento e independentemente dos tratamentos, os teores de NO_3^- decresceram intensamente (Figura 35) e tornaram-se iguais aos do tratamento T (Tabela III – APÊNDICE), indicando que a maioria do nitrato deixou a camada até 50 cm após 90 dias da aplicação das vinhaças.

Do ponto de vista eletroquímico, existem grandes diferenças entre a adsorção de nitrato pelo solo e a de outros ânions, pois ele não é adsorvido especificamente, sendo sua adsorção apenas eletrostática, dependente exclusivamente da carga do solo. Em solos altamente intemperizados dos trópicos úmidos, a adsorção do NO_3^- é causada pela atração eletrostática entre o ânion e os sítios positivamente carregados dos óxidos de Fe e de Al (OLIVEIRA et al., 2000; ALCÂNTARA; CAMARGO, 2005; ALLEONI et al., 2009).

O fenômeno de adsorção teria o efeito de retardar o movimento do íon em relação ao movimento da água, reduzindo as perdas de NO_3^- por lixiviação. Porém, a adsorção do ânion NO_3^- pelo solo normalmente é baixa devido à sua repulsão pelas cargas negativas da superfície dos colóides. Isso é particularmente verdadeiro nos horizontes superficiais, onde ocorre maior expressão da capacidade de troca de cátions (CTC) da matéria orgânica (SOARES; ALLEONI, 2008).

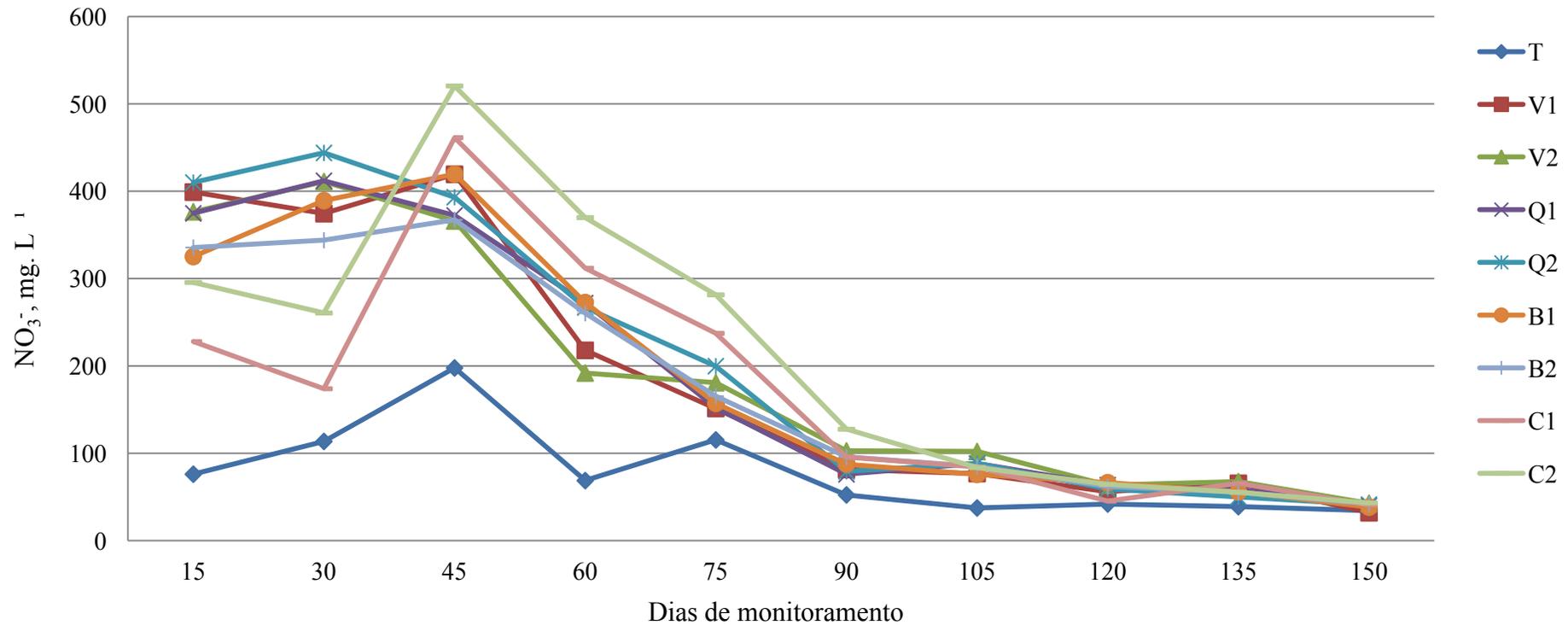
Os valores de CTC das camadas 0-20 cm e de 20-50 cm do Latossolo Vermelho Eutrófico (LVe) usado no preenchimento das colunas foram $78,8 \text{ mmol}_c \text{ dm}^{-3}$ e $60,4 \text{ mmol}_c \text{ dm}^{-3}$, respectivamente. Nas camadas 50-80 cm e 80-110 cm, a CTC diminuiu para $44,6 \text{ mmol}_c \text{ dm}^{-3}$ e para $42,8 \text{ mmol}_c \text{ dm}^{-3}$ (Tabela 4). Não existem estimativas para a capacidade máxima de retenção de nitrato por diferentes horizontes de solos intemperizados brasileiros. Hamdi et al. (2013) obtiveram pequenas variações de adsorção máxima de nitrato com o aumento da profundidade em solos húmicos da Tunísia, cujos valores variaram de 121 a 153 mg kg^{-1} , com diminuição em subsuperfície. Cahn et al. (1992) concluíram que a adsorção de nitrato aumentou com a profundidade de um Latossolo Amarelo Ácrico. Os autores observaram que aproximadamente 90% do nitrato da camada 0-15 cm estavam em solução do solo, enquanto apenas 30% estavam prontamente disponíveis na camada 90-120 cm.

Acrescentam-se a estes aspectos intrínsecos da adsorção de NO_3^- outros fatores que contribuem para o agravamento da lixiviação do ânion no perfil do solo. O incremento dos teores de matéria orgânica pela vinhaça pode desfavorecer a adsorção de NO_3^- na superfície dos colóides. A maioria desse aporte é composta por material orgânico coloidal ou dissolvido, de fácil decomposição. Em razão de sua carga líquida negativa, ácidos orgânicos contidos na matéria orgânica dissolvida revelam alta afinidade por superfícies positivamente carregadas (ALLEONI et al., 2009). Segundo Gutierrez et al. (1988), podem existir cerca de 15 ácidos orgânicos na composição da

vinhaça, dentre os quais o glicerol (2,7%), o ácido aconítico (1,8%), o sorbitol (1,4%) e o ácido lático (1,3%).

Os ânions de ácidos orgânicos podem alterar a adsorção de outras espécies aniônicas, sejam orgânicas ou inorgânicas, principalmente pela competição por sítios de adsorção, e pela mudança da carga da superfície adsorvente (ALLEONI et al., 2009). Além disso, o nitrato é altamente suscetível à competição com outros ânions inorgânicos pelos sítios de adsorção, tais como o PO_4^{2-} , o SO_4^{2-} , o H_2BO_3^- e o Cl^- (CAHN et al., 1992; ALLEONI et al., 2009). Com a aplicação da vinhaça, são adicionadas quantidades importantes de ânions cloreto, sulfato e fosfato (Tabela 16). Foram encontrados na vinhaça *in natura* teores de PO_4^{3-} e de SO_4^{2-} de 10,74 e 118,16 mg L^{-1} , respectivamente. Na vinhaça concentrada, os teores foram de 1.794,62 e de 10.529,28 mg L^{-1} (Tabela 16).

Além da competição pelos sítios de adsorção estes ânions inorgânicos podem provocar aumento das cargas negativas do solo pela sua própria adsorção (ALCÂNTARA; CAMARGO, 2005). De acordo com os estudos de Donn e Menzies (2005), quando foi adicionado sulfato ao solo, ele ocupou preferencialmente os sítios de carga positiva, o que resultou em adsorção quase nula e em aumento da lixiviação do nitrato.



T - Testemunha; V - vinhaça *in natura*; Q - vinhaça *in natura* submetida a tratamento químico; B - vinhaça *in natura* submetida a tratamento biológico; C - vinhaça concentrada; 1 = dose calculada pela norma P4.231; 2 = dose calculada pela norma P4.231 multiplicada por 2.

Figura 35. Médias de teores de nitrato na solução do solo coletada a 50 cm de profundidade da coluna de percolação, após a aplicação de diferentes tipos de vinhaça, durante as 20 semanas de monitoramento.

Outro fator relevante que favoreceu o movimento descendente do NO_3^- ao longo do perfil foi a ausência de absorção pelo sistema radicular de alguma cultura. Recomenda-se a aplicação de 30 kg ha^{-1} de N na ocasião do plantio da cana-de-açúcar, complementando com 45 kg ha^{-1} de N em cobertura aos 30-60 dias após plantio (Raij et al., 1996). Isso implica na disponibilização de 175 mg dm^{-3} de NO_3^- . Para metas de produtividade de $100\text{-}150 \text{ t ha}^{-1}$ de soqueiras de cana-de-açúcar, é recomendada a aplicação de 100 kg ha^{-1} de N, o que corresponde a 220 mg dm^{-3} de N. Dessa forma, o plantio de cana-de-açúcar na coluna de percolação poderia ter diminuído a quantidade de NO_3^- lixiviado, na medida em que uma proporção do NO_3^- em solução do solo seria absorvido antes de deixar a zona de influência efetiva das raízes.

Entretanto, é necessário considerar a compatibilidade entre a velocidade de crescimento das raízes e a velocidade de movimentação do NO_3^- no perfil de solo. Apesar de não existir informações convergentes sobre taxas de movimentação de nitrato no solo. Sanchez (1976) sugeriu que o ânion pode se movimentar ao longo do perfil de solos argilosos a taxas de $0,5 \text{ mm}$ para cada $1,0 \text{ mm}$ de água de chuva percolada. Este experimento foi conduzido com simulação do regime pluviométrico dos meses de outubro, novembro, dezembro, janeiro e fevereiro, perfazendo o total acumulado de 968 mm de chuva, correspondente a 66% da média pluviométrica anual da região de Araras - SP.

Dessa forma, houve grande percolação de água pela coluna de solo ao longo de todo o período experimental, constituindo importante condição para a lixiviação de nitrato. Segundo Dynia et al. (2006), praticamente todo o NO_3^- lixiviado para as camadas de solo inferiores a $0,6 \text{ m}$ de profundidade é inaproveitável pelas plantas anuais, cujo sistema radicular geralmente se limita aos primeiros $0,5 \text{ m}$ de profundidade. Assim, a não ser que sofra transformações biológicas que resultem em sua desnitrificação, todo o NO_3^- contido nas camadas de solo abaixo de $0,6 \text{ m}$ tenderá a movimentar-se em profundidade no perfil, podendo atingir o lençol freático. Aliás, é muito provável que estes elementos transponham a zona de influência das raízes com certa facilidade, uma vez que Koffler (1986) considerou que a profundidade média do sistema radicular da cana-de-açúcar cultivada no Brasil é de 60 cm , muito aquém dos $120\text{-}200 \text{ cm}$ normalmente alcançados em outros países. Se a profundidade efetiva for considerada, ou seja, a região onde se encontram cerca de 80% do total de raízes finas das culturas, as chances de absorção de NO_3^- diminuem sensivelmente.

Não ocorreu diferença significativa entre as médias dos teores de NO_3^- na solução do solo coletada a 50 cm das colunas que receberam os tratamentos V1 e V2 (Tabela IV – APÊNDICE), Q1 e Q2 (Tabela VI – APÊNDICE) e B1 e B2 (Tabela VII – APÊNDICE), considerando as 20 semanas de monitoramento do experimento. Portanto, nas colunas que receberam as vinhaças V, Q e B, os teores de nitrato em solução do solo não dependeram das doses aplicadas. As médias dos teores de nitrato em solução do solo resultantes de dez medidas quinzenais ao longo de cinco meses, confirmaram haver diferenças significativas entre as doses calculada e dobrada somente da vinhaça concentrada (C1 e C2) (Tabela 23 e Tabela V – APÊNDICE). Os teores elevados de matéria orgânica na vinhaça concentrada, representados por valores de DQO cerca de quatro vezes maiores do que os das outras vinhaças (Tabela 16) podem ter provocado variações significativas nos teores de NO_3^- na camada até 50 cm.

Tabela 23. Teores médios de NO_3^- (mg L^{-1}) em solução do solo coletada a 50 cm na coluna de percolação após a adição de doses de diferentes de vinhaças.

Dose	Vinhaça <i>in natura</i>						Vinhaça concentrada	
	Com tratamento microbiológico		Com tratamento químico		Sem tratamento			
1*	188,69	a	196,04	a	187,29	a	174,32	b
2**	181,15	a	202,77	a	190,44	a	206,93	a

*Calculada conforme a norma P4.231; **Calculada x 2. As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas. Cada coluna é referente a uma Anova.

Houve grande variação dos teores de nitrato em solução do solo durante o período experimental (Figura 35). Os resultados médios de nitrato em solução do solo na camada até 50 cm foram influenciados pelo tempo em cada um dos tipos de vinhaça, considerando as duas doses aplicadas (Tabelas VIII, IX, X, XI – APÊNDICE). Após a aplicação da vinhaça *in natura* na dose calculada (V1), houve diminuição significativa dos teores de NO_3^- aos 60 e aos 105 dias. Quando foi aplicado o dobro da dose calculada (V2), os teores de NO_3^- caíram aos 60 dias e no último período de monitoramento (Tabela VIII – APÊNDICE e Figura 36).

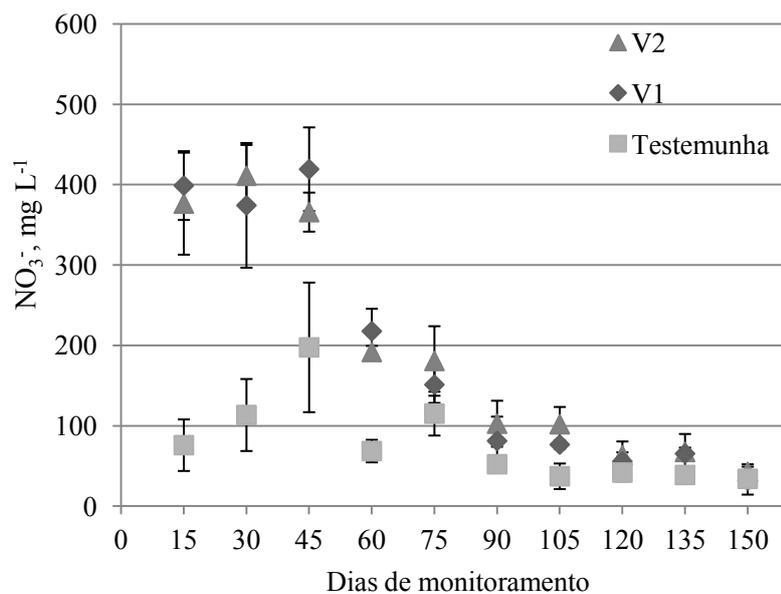


Figura 36. Teores médios de NO_3^- em solução do solo coletada a 50 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça in natura. V1 – dose calculada conforme a norma P4.231; V2 = dose calculada x 2.

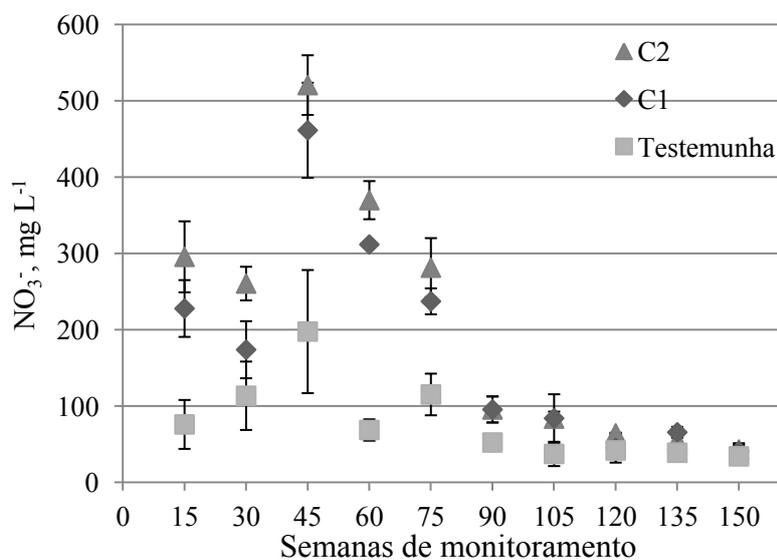


Figura 37. Teores médios de NO_3^- em solução do solo coletada a 50 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça concentrada. C1 – dose calculada conforme a norma P4.231; C2 - dose calculada x 2.

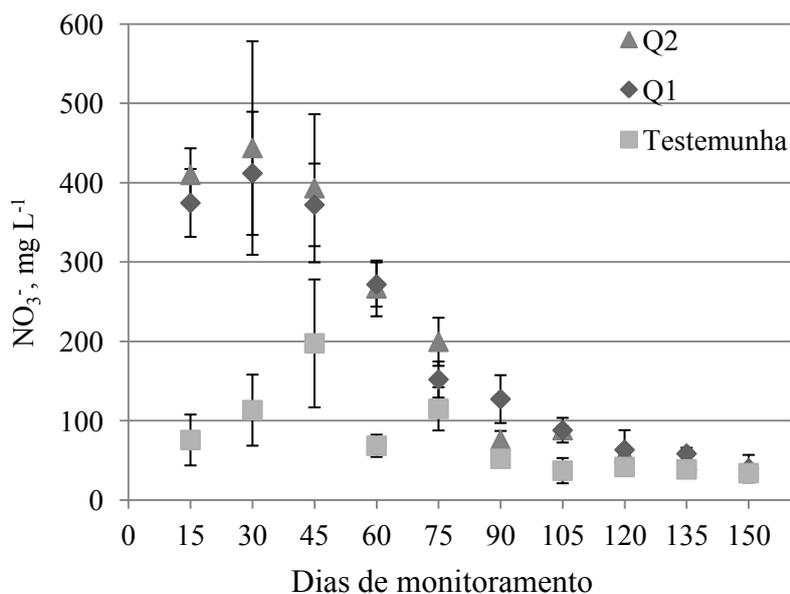


Figura 38. Teores médios de NO₃ em solução do solo coletada a 50 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça *in natura* submetida a tratamento químico. Q1 – dose calculada conforme a norma P4.231; Q2 - dose calculada x 2.

Embora tenha havido diferença significativa das doses de vinhaça concentrada (C1 e C2) sobre os teores de nitrato na solução do solo coletada a 50 cm, os efeitos significativos perduraram até os primeiros 75 dias após a aplicação. A partir deste período, os efeitos de C1 e de C2 foram estatisticamente iguais até o final do experimento (Tabela IX – APÊNDICE e Figura 37). Os teores de NO₃⁻ em solução do solo, após a aplicação da vinhaça *in natura* tratada quimicamente e na dose calculada (Q1), diminuíram significativamente aos 90 dias e mantiveram-se estáveis até o final do experimento. Com a aplicação do dobro da dose (Q2), os teores de nitrato só diminuíram aos 120 dias (Tabela X – APÊNDICE e Figura 38).

A vinhaça *in natura* submetida a tratamento biológico promoveu o mesmo efeito quando aplicada nas dosagens calculada (B1) e dobrada (B2) nas colunas de percolação, ou seja, diminuição dos teores de NO₃⁻ em solução do solo a partir dos 90 dias, mantendo-se inalterado até o final do experimento (Tabela XI – APÊNDICE e Figura 39).

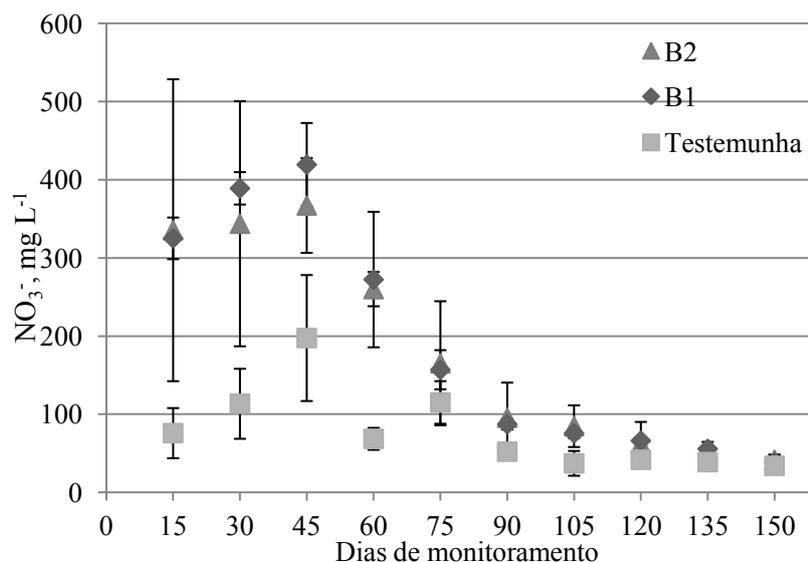
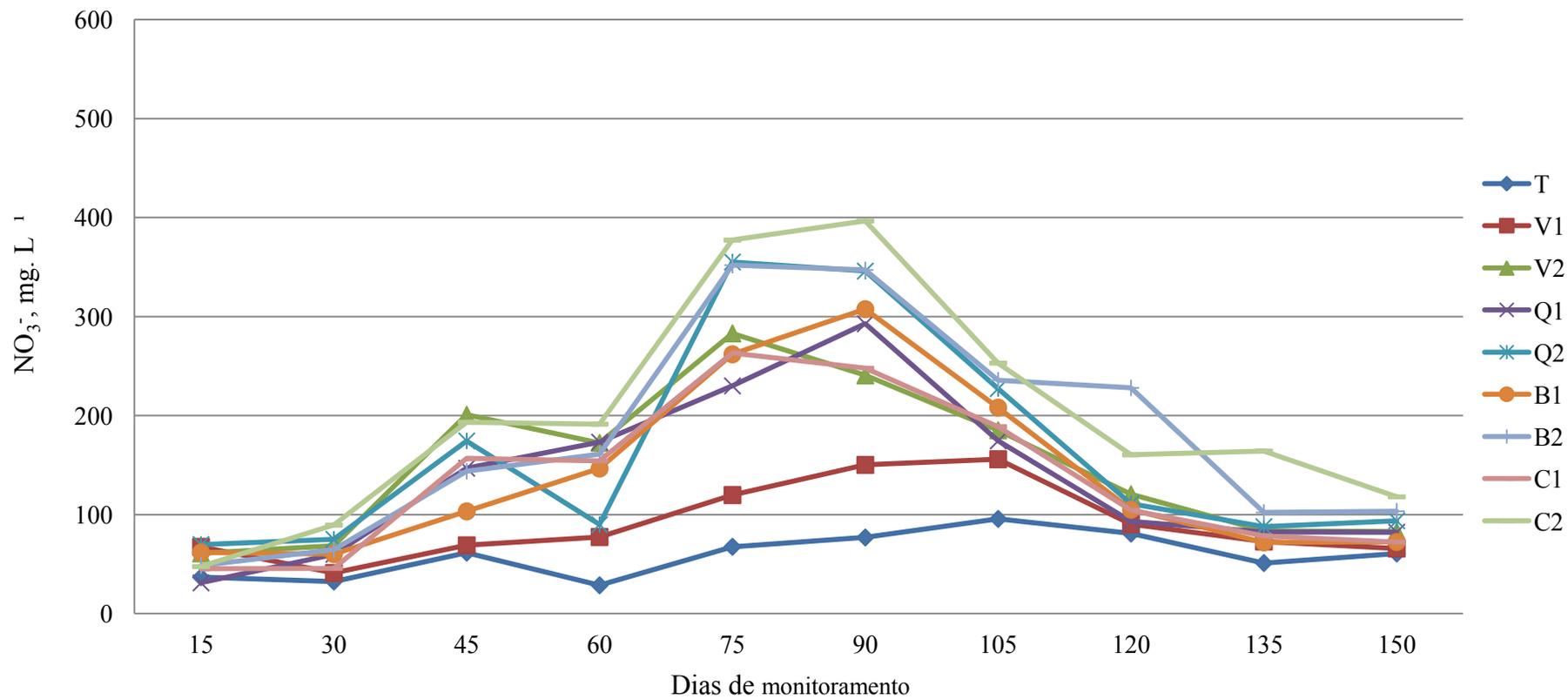


Figura 39. Teores médios de NO₃ em solução do solo coletada a 50 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça in natura submetida a tratamento biológico. B1 – dose calculada conforme a norma P4.231; B2 - dose calculada x2.

1.2.2. Solução do solo coletada a 100 cm

Da mesma forma que ocorreu na camada até 50 cm, foi observada diferença altamente significativa nos teores de nitrato das soluções coletadas a 100 cm, decorrente dos tipos de vinhaça, do tempo após a aplicação dos efluentes e da interação entre os dois fatores (Tabela XII - APÊNDICE).

Grande variação dos teores de nitrato em solução do solo durante todo o período experimental, já verificada para a camada até 50 cm (Figura 16), continuou a ocorrer, em menor proporção, até 100 cm (Figura 11). No período compreendido entre 75 e 90 dias após a adição das vinhaças, os teores de NO₃⁻ aumentaram de 1,6 (V1) a 4,2 vezes (C2) na solução do solo coletada a 100 cm (Figura 11) e foram estatisticamente diferentes quando comparados ao tratamento testemunha (Tabela 27 – APÊNDICE). Independentemente do tipo de vinhaça, os picos de NO₃⁻ em solução do solo apareceram entre 75 e 90 dias após a aplicação (Figura 11). Neste período, a camada até 100 cm estava recebendo o nitrato lixiviado da camada superior. A partir dos 105 dias, ocorreu decréscimo nas concentrações em todos os tratamentos (Tabela 27-APÊNDICE e Figura 11), em razão de parte do nitrato continuar o movimento descendente ao longo da coluna de percolação.



T - Testemunha; V - vinhaça *in natura*; Q - vinhaça *in natura* submetida a tratamento químico; B - vinhaça *in natura* submetida a tratamento biológico; C - vinhaça concentrada; 1 = dose calculada pela norma P4.231; 2 = dose calculada pela norma P4.231 multiplicada por 2.

Figura 40. Médias de teores de nitrato na solução do solo coletada a 100 cm de profundidade da coluna de percolação, após a aplicação de diferentes tipos de vinhaça, durante as 20 semanas de monitoramento.

A adsorção de NO_3^- é sempre maior nos horizontes subsuperficiais, principalmente de solos com reversão de carga líquida, como os altamente intemperizados. Oliveira et al. (2000) argumentaram que a maior adsorção de NO_3^- em subsuperfície está associada com os menores teores de MO do que com qualquer outro fator. Isso implica no decréscimo da CTC e na diminuição do efeito de revestimento da superfície dos óxidos de Fe e de Al pela MO, permitindo a manifestação mais intensa da CTA e o consequente aumento na retenção de NO_3^- (OLIVEIRA et al., 2000; ALCÂNTARA e CAMARGO, 2005; ALLEONI et al., 2009).

Quando comparado com a camada 0-20 cm, houve redução de 46% da CTC a partir da camada 50 cm (Tabela 4). Portanto, há expectativa de que o NO_3^- seja retido ao se aprofundar no perfil do solo, pois, na ausência da matéria orgânica, a capacidade de troca de ânions (CTA) predomina, principalmente em solos intemperizados com cargas variáveis, como os Latossolos (OLIVEIRA et al., 2000). Com a aplicação da vinhaça, é possível que ocorra incremento dos teores de matéria orgânica em subsuperfície. Canellas et al. (2003) constataram um aumento na fração de ácidos fúlvicos de até 13% na camada 0,40 m de um Cambissolo, o que poderia indicar tanto a evolução química dos compostos orgânicos como o transporte desta fração para camadas mais profundas do perfil de solo. Como a vinhaça apresenta ácidos orgânicos de baixo peso molecular, é esperado o deslocamento destes componentes para o subsolo, intensificando o processo de lixiviação por deslocar o NO_3^- da superfície dos colóides.

Segundo Cahn et al. (1992), a adsorção retarda a lixiviação na região mais profunda do que 40 cm, que serve como reservatório temporário de NO_3^- . Os autores observaram acúmulo de nitrato em subsuperfície, após 60 a 120 dias da aplicação de fertilizante nitrogenado em solo com carga variável. A adsorção de NO_3^- variou de pequenas quantidades na camada de 0-15 cm a até 25-50 % na camada 90-120 cm, ou seja, a adsorção de NO_3^- aumentou com a profundidade.

Não ocorreu diferença significativa entre as médias de NO_3^- na solução do solo dos tratamentos B1 e B2 e Q1 e Q2, considerando as 20 semanas de monitoramento do experimento (Tabelas XVII e XVI - APÊNDICE). Somente os tratamentos V1 e V2 (Tabela XIV - APÊNDICE) e C1 e C2 (Tabela XV - APÊNDICE). Portanto, nas colunas que receberam as vinhaças Q e B, os teores de nitrato em solução do solo não dependeram das doses aplicadas. As médias dos teores de nitrato em solução do solo resultantes de dez medidas quinzenais ao longo de cinco meses, confirmaram haver diferenças significativas entre as doses calculada e dobrada da vinhaça *in natura* (V1 e

V2) e da concentrada (C1 e C2) (Tabela 24). No estudo de SILVA (2012), que utilizou vinhaça concentrada e *in natura*, foram identificados altos valores de nitrato a 80 cm de profundidade no perfil de um Latossolo.

Tabela 24. Teores médios de NO_3^- (mg L^{-1}) em solução do solo coletada a 100 cm na coluna de percolação após a adição de doses de diferentes de vinhaças.

Dose	Vinhaça <i>in natura</i>						Vinhaça concentrada	
	Com tratamento microbiológico		Com tratamento químico		Sem tratamento			
1*	132,37	a	130,03	a	90,30	b	128,15	b
2**	178,62	a	163,03	a	149,86	a	199,10	a

*Calculada conforme a norma P4.231; **Calculada x 2. As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas. Cada coluna é referente a uma Anova.

Os resultados médios de nitrato em solução do solo na camada até 100 cm também foram influenciados pelo tempo, como observado na camada superior. Entretanto, os tipos e doses de vinhaça, sobretudo Q1 e Q2 e C1 e C2, foram importantes em determinar os teores de nitrato em solução do solo (Tabelas XIV, XV, XVI e XVII - APÊNDICE), já que é nesta camada que os fenômenos de retenção de nitrato são mais evidentes.

Após a aplicação da vinhaça *in natura* na dose calculada (V1), houve aumento significativo dos teores de NO_3^- aos 90 e aos 105 dias. Quando foi aplicado o dobro da dose calculada (V2), os teores de NO_3^- aumentaram significativamente aos 75 dias e decresceram a partir dos 120 dias. Ao final do experimento, os teores de nitrato foram superiores a 80 mg L^{-1} na camada até 100 cm (Tabela XVIII – APÊNDICE e Figura 41).

Após a aplicação da dose calculada da vinhaça concentrada (C1), os teores de nitrato em solução do solo tiveram aumento significativo apenas aos 90 dias, assim como observado para B1. Já com a aplicação de C2, os teores de nitrato em solução do solo foram significativamente mais altos dos 75 aos 105 dias. Ao final do experimento com C2, foram detectados quase 120 mg L^{-1} de nitrato remanescente na solução do solo (Tabela XIX – APÊNDICE e Figura 42).

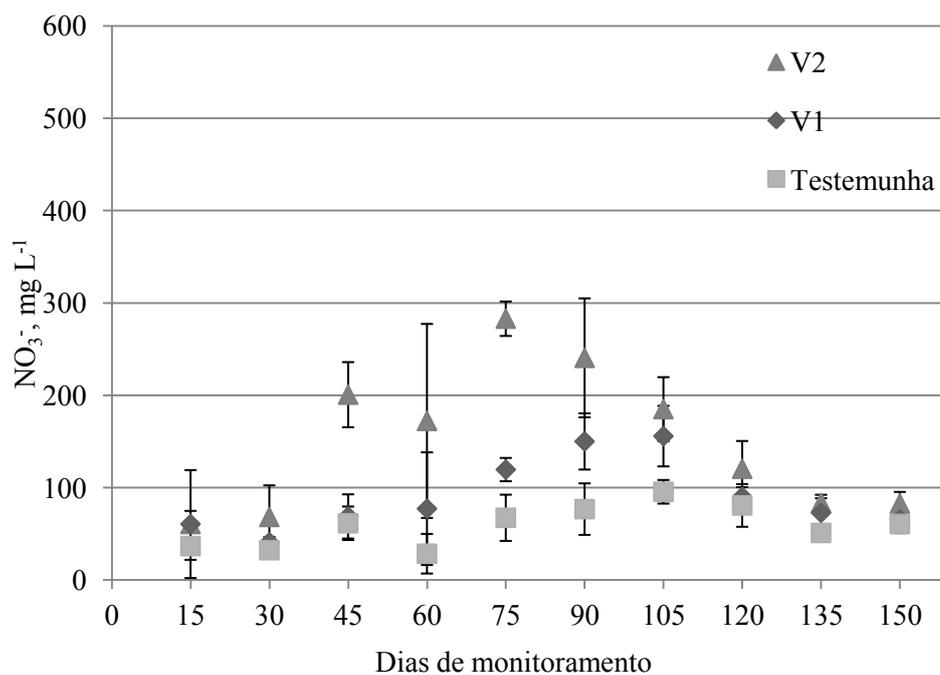


Figura 41. Teores médios de NO_3^- em solução do solo coletada a 100 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça in natura. V1 – dose calculada conforme a norma P4.231; V2 = dose calculada x 2.

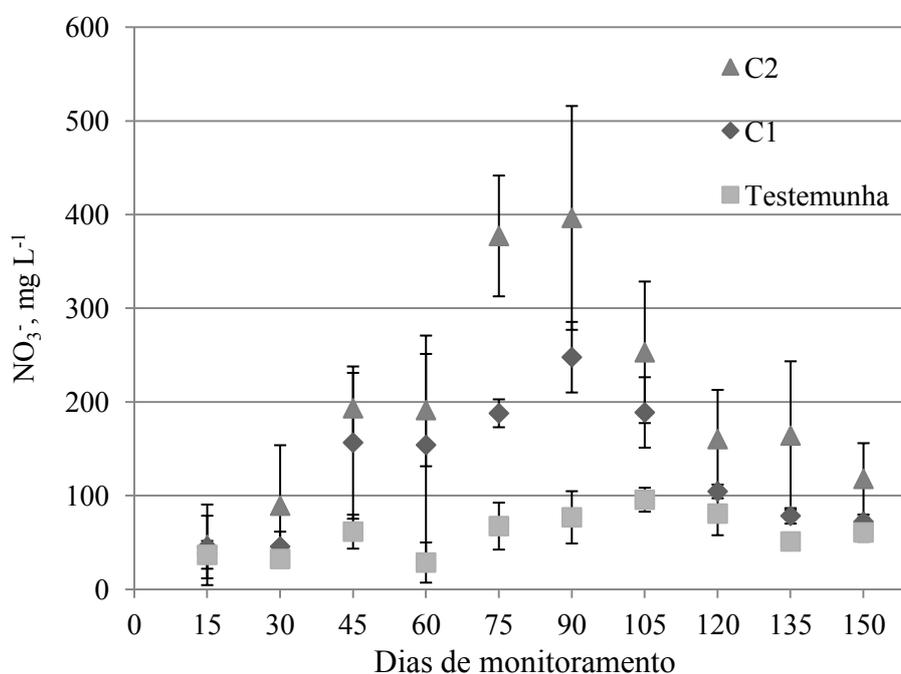


Figura 42. Teores médios de NO_3^- em solução do solo coletada a 100 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça concentrada. C1 – dose calculada conforme a norma P4.231; C2 - dose calculada x 2.

Os teores de NO_3^- em solução do solo, após a aplicação da vinhaça *in natura* tratada quimicamente e na dose calculada (Q1), aumentaram significativamente aos 60 dias e mantiveram-se altos até os 105 dias, quando então diminuíram significativamente até final do experimento. Com a aplicação do dobro da dose (Q2), os teores de nitrato foram estatisticamente mais elevados no período entre 75 e 105 dias. Ao final do experimento, os teores de nitrato também foram superiores a 80 mg L^{-1} na camada até 100 cm (Tabela XX – APÊNDICE e Figura 43).

Após a aplicação da dose calculada da vinhaça *in natura* submetida a tratamento biológico (B1), os teores de nitrato em solução do solo tiveram aumento significativo apenas aos 90 dias. Já com a aplicação de B2, os teores de nitrato em solução do solo foram significativamente mais altos dos 75 aos 120 dias. Ao final do experimento com B2, foram detectados mais de 100 mg L^{-1} de nitrato remanescente na solução do solo (Tabela XXI – APÊNDICE e Figura 44).

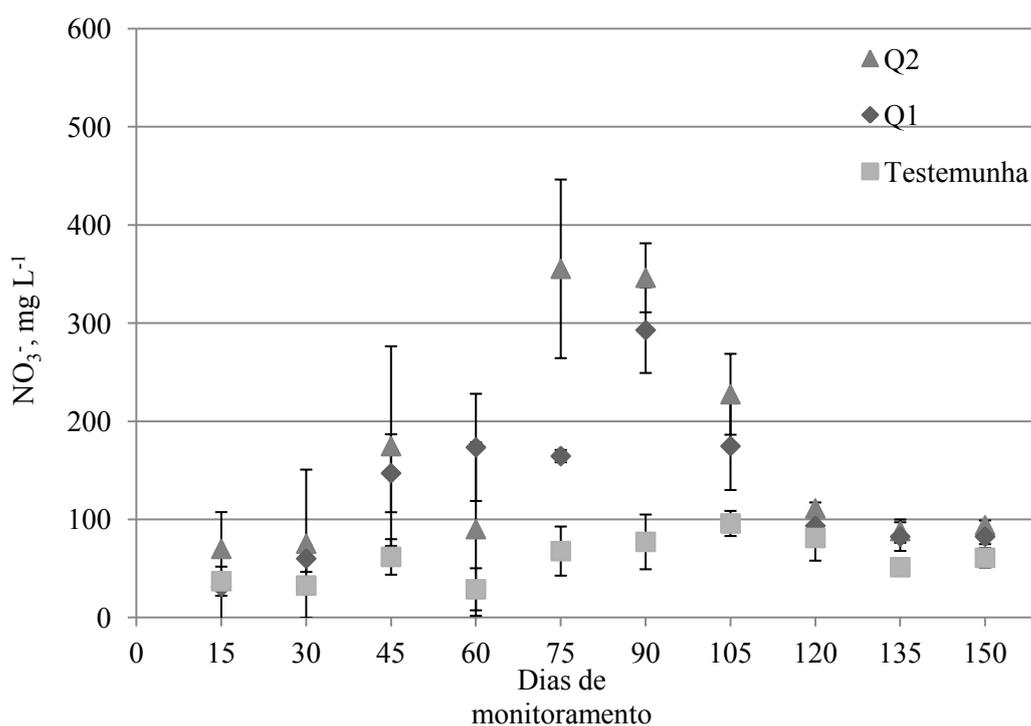


Figura 43. Teores médios de NO_3^- em solução do solo coletada a 100 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça *in natura* submetida a tratamento químico. Q1 – dose calculada conforme a norma P4.231; Q2 = dose calculada x 2.

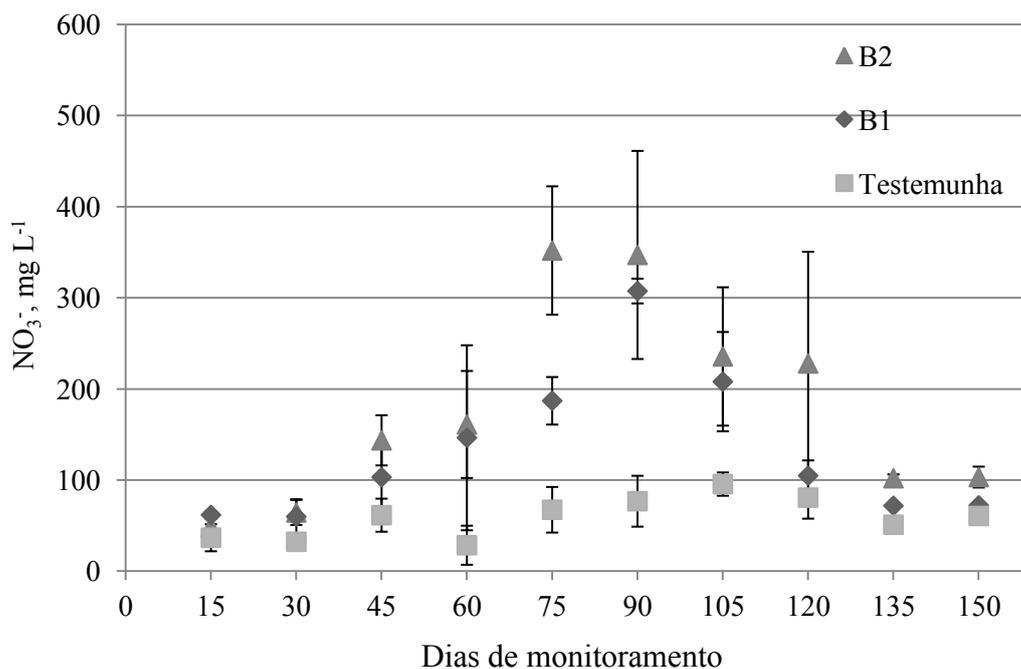
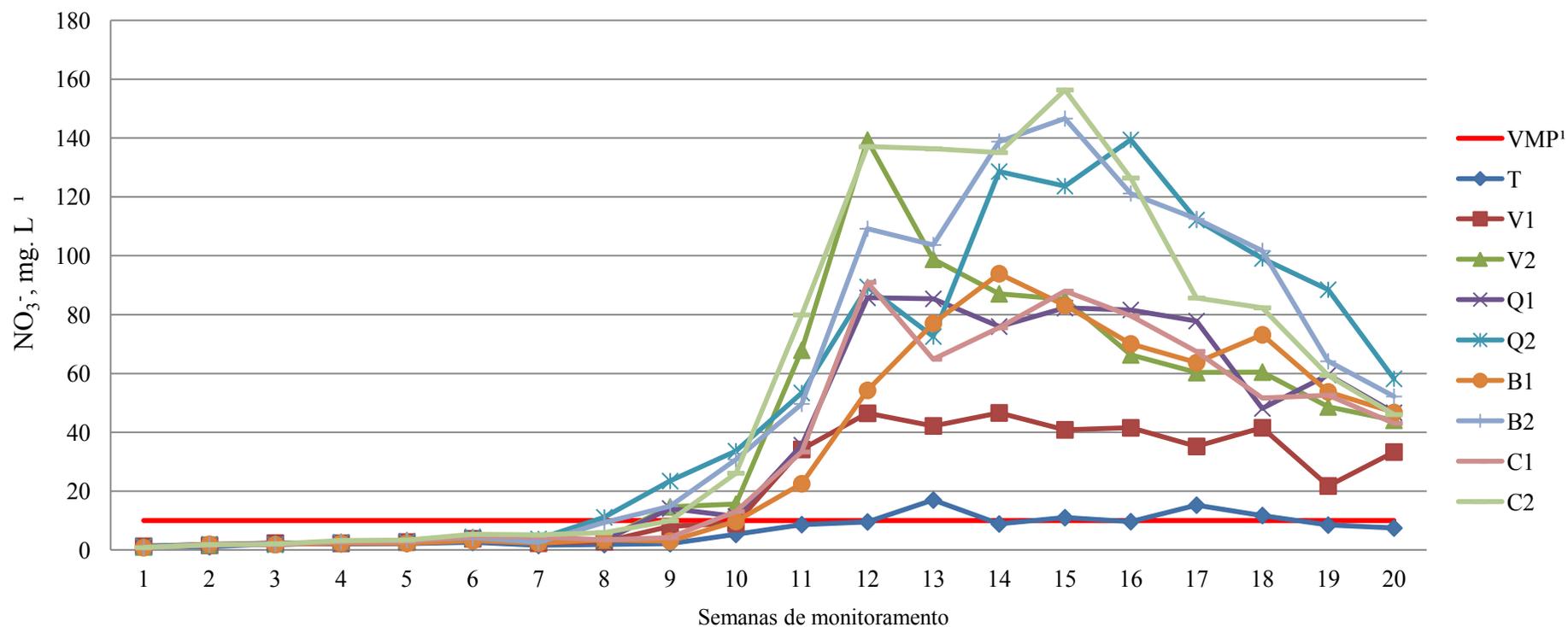


Figura 44. Teores médios de NO_3^- em solução do solo coletada a 100 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça in natura submetida a tratamento biológico. B1 – dose calculada conforme a norma P4.231; B2 = dose calculada x 2.

5.2.2.2. Solução do solo Lixiviada (150 cm)

Assim como verificado para os resultados dos extratores superior (50 cm) e inferior (100 cm), foram observadas diferenças altamente significativas nos teores de nitrato das soluções coletadas a 150 cm, decorrentes dos tipos de vinhaça, do tempo após a aplicação dos efluentes e da interação entre os dois fatores (Tabela XXII-APÊNDICE). A Figura 45 mostra a evolução do comportamento do NO_3^- em solução do solo durante 20 semanas após a aplicação dos diferentes tipos de vinhaça, em duas dosagens. Houve aumento das concentrações de NO_3^- no extrato lixiviado a partir da 6^a semana de monitoramento.



T - Testemunha; V - vinhaça *in natura*; Q - vinhaça *in natura* submetida a tratamento químico; B - vinhaça *in natura* submetida a tratamento biológico; C - vinhaça concentrada; 1 = dose calculada pela norma P4.231; 2 = dose calculada pela norma P4.231 multiplicada por 2; ¹VMP = valor máximo permitido pela CETESB para qualidade de águas subterrâneas.

Figura 45. Médias de teores de nitrato na solução do solo coletada a 150 cm de profundidade da coluna de percolação, após a aplicação de diferentes tipos de vinhaça, durante as 20 semanas de monitoramento.

As grandes variações dos teores de nitrato nas soluções coletadas dos extratores superior (Figura 35) e inferior (Figura 40) não foram observadas na solução do solo lixiviada, coletada a 150 cm.

Não houve diferença significativa dos teores de NO_3^- na solução do solo lixiviada dos tratamentos testemunha, ao longo de todo o período experimental. Os teores variaram de 1,09 (1ª semana) a 16,99 mg L^{-1} (13ª semana). Estatisticamente, os teores de NO_3^- na solução do solo lixiviada após a aplicação de V1 não diferiram do tratamento testemunha. Entretanto, os teores variaram de 1,29 (1ª semana) a 46,62 mg L^{-1} (14ª semana), indicando que o teor de NO_3^- ultrapassou em mais de quatro vezes o valor máximo permitido para a qualidade de águas subterrâneas (10 mg L^{-1}).

A partir da 9ª semana após a aplicação de V2, houve diferença significativa dos teores de NO_3^- em solução do solo, com pico na 12ª semana. Para este tratamento, os teores de NO_3^- variaram de 1,07 a 139,31 mg L^{-1} . Estatisticamente, o tratamento Q1 foi igual ao tratamento V2, com variação dos teores de NO_3^- em solução do solo de 1,12 a 82,26 mg L^{-1} . Os teores de NO_3^- em solução do solo variaram na 11ª, 12ª, 13 e 16ª semanas após a aplicação de Q2 e estiveram entre 1,01 e 139,41 mg L^{-1} . Após a aplicação da dose calculada de vinhaça submetida ao tratamento biológico (B1), variações nos teores de NO_3^- em solução do solo foram significativas a partir da 10ª semana, exibindo pico na 14ª semana (93,92 mg L^{-1}). Na dosagem dobrada (B2), as variações de NO_3^- em solução do solo iniciaram na 8ª semana, com pico de 146,63 mg L^{-1} na 15ª semana.

Alterações significativas nos teores de NO_3^- em solução do solo aconteceram com maior antecedência (6ª semana) após a aplicação da dose calculada de vinhaça concentrada (C1), com pico ocorrendo na 12ª semana (90,98 mg L^{-1}). O pico de concentração de nitrato em solução do solo após o tratamento C2 ocorreu na 15ª semana, quando os teores alcançaram 156,35 mg L^{-1} . Ao final da 20ª semana de monitoramento, os teores de nitrato em solução do solo foram superiores a 40 mg L^{-1} , com exceção do tratamento com vinhaça *in natura* na dosagem calculada (V1) (Tabela 25).

Apesar da ausência de diferenças significativas dos teores de nitrato em solução do solo no último período de monitoramento (Tabela 25), houve influência dos tipos e das doses de vinhaça ao longo do período experimental de 20 semanas. Não ocorreu diferença significativa entre as médias de NO_3^- na solução do solo após a aplicação das vinhaças *in natura* quimicamente tratadas (Q1 e Q2) (Tabela XXVI - APÊNDICE).

Tabela 25. Variação dos teores de NO_3^- na solução do solo coletada a 150 cm, incluindo o período do pico e a concentração ao final do experimento.

Tratamento	NO_3^- em solução do solo (mg L^{-1})		
	1ª semana	Pico	20ª semana
T	1,09 ^a	16,99 (13 ^a)	7,50b
V1	1,29 ^a	46,62 (14 ^a)	33,31ab
V2	1,07 ^a	139,31 (12 ^a)	44,12ab
Q1	1,12 ^a	82,26 (16 ^a)	46,68ab
Q2	1,01 ^a	139,41 (16 ^a)	58,21a
B1	1,24 ^a	93,92 (14 ^a)	46,77ab
B2	1,21 ^a	146,63 (15 ^a)	52,19ab
C1	1,01 ^a	90,98 (12 ^a)	43,07ab
C2	1,27 ^a	156,35 (15 ^a)	46,02ab

T – Testemunha; V - vinhaça *in natura*; Q - vinhaça *in natura* submetida a tratamento químico; B - vinhaça *in natura* submetida a tratamento biológico; C – vinhaça concentrada; 1 = dose calculada pela norma P4.231; 2 = dose calculada pela norma P4.231 multiplicada por 2; valores entre parênteses indicam a semana de ocorrência do pico de NO_3^- em solução do solo; médias seguidas pela mesma letra na coluna não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.

Por outro lado, os tratamentos V1 e V2 (Tabela XXIV – APÊNDICE), B1 e B2 (Tabela XXVII – APÊNDICE) e C1 e C2 (Tabela XXV – APÊNDICE) influenciaram os teores de nitrato em solução do solo, ao longo do tempo. As médias dos teores de nitrato em solução do solo resultantes de dez medidas quinzenais ao longo de cinco meses, confirmaram haver diferenças significativas entre as doses calculada e dobrada da vinhaça *in natura* (V1 e V2), da vinhaça *in natura* submetida ao tratamento biológico (B1 e B2) e da vinhaça concentrada (C1 e C2) (Tabela 26).

Tabela 26. Teores médios de NO_3^- (mg L^{-1}) em solução do solo coletada a 150 cm na coluna de percolação após a adição de doses de diferentes de vinhaças.

Dose	Vinhaça <i>in natura</i>						Vinhaça concentrada	
	Com tratamento microbiológico		Com tratamento químico		Sem tratamento			
1*	33,52	b	35,92	a	21,03	b	34,45	b
2**	50,94	a	55,15	a	40,55	a	54,46	a

*Calculada conforme a norma P4.231; **Calculada x 2. As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas. Cada coluna é referente a uma Anova.

Após a aplicação da vinhaça *in natura* na dose calculada (V1), houve aumento significativo dos teores de NO_3^- na 11ª semana, permanecendo entre 21,78 a 46,62 mg L^{-1} até o final do experimento. Quando foi aplicado o dobro da dose calculada (V2), os teores de NO_3^- aumentaram significativamente na 11ª semana, atingiram pico na 12ª e

decreceram até a 20ª semana, momento em que os teores de nitrato foram superiores a 40 mg L^{-1} (Tabela XXVIII – APÊNDICE e Figura 46).

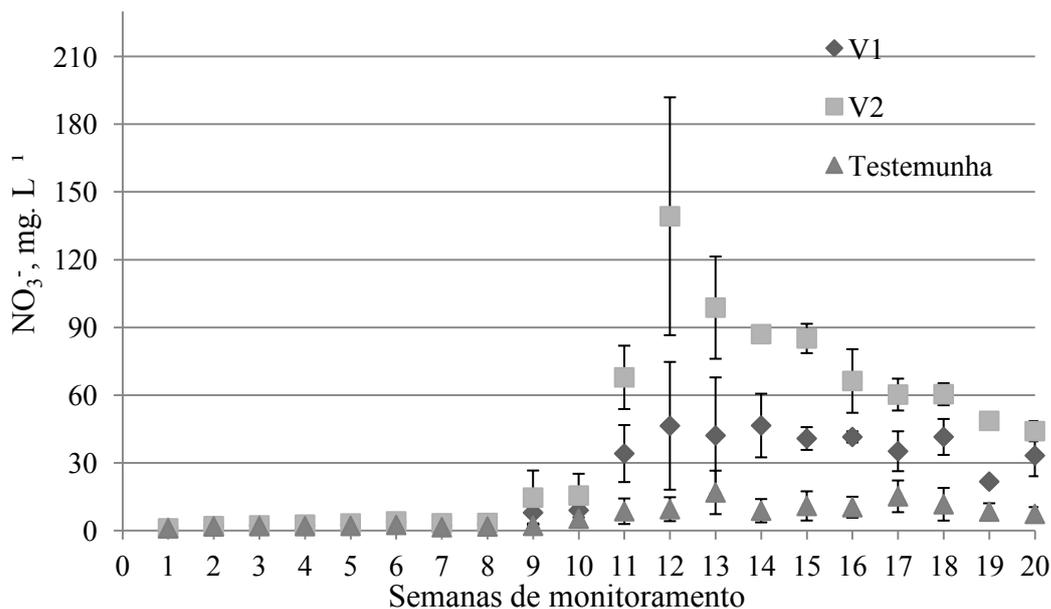


Figura 46. Teores médios de NO_3^- em solução do solo coletada a 150 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça in natura. V1 – dose calculada conforme a norma P4.231; V2 = dose calculada x 2.

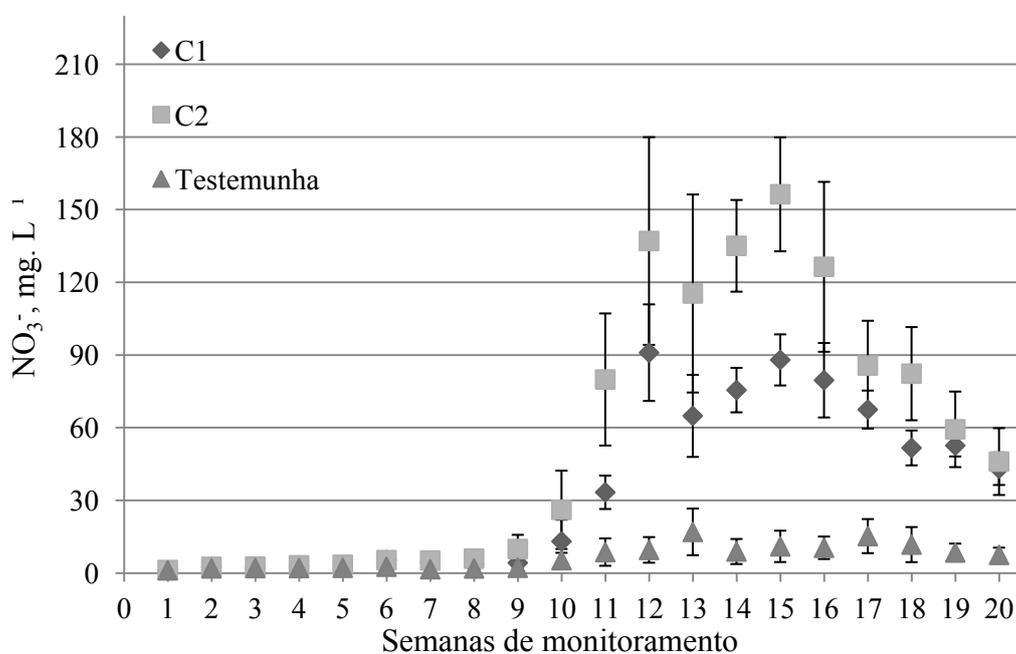


Figura 47. Teores médios de NO_3^- em solução do solo coletada a 150 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça concentrada. C1 – dose calculada conforme a norma P4.231; C2 = dose calculada x 2.

Após a aplicação da dose calculada da vinhaça concentrada (C1), os teores de nitrato em solução do solo tiveram aumento significativo a partir da 11ª semana. Teores até 90 mg L^{-1} foram notados entre a 12ª e a 16ª semanas. Já com a aplicação de C2, os teores de nitrato em solução do solo foram significativamente mais altos na 10ª semana. Teores acima de 100 mg L^{-1} foram notados também entre a 12ª e a 16ª semanas. Ao final do experimento com C2, foram detectados 46 mg L^{-1} de nitrato remanescente na solução do solo (Tabela XXIX – APÊNDICE e Figura 47).

Os teores de NO_3^- em solução do solo, após a aplicação da vinhaça *in natura* tratada quimicamente e na dose calculada (Q1), aumentaram significativamente na 11ª semana e mantiveram-se altos até o final do experimento. Com a aplicação do dobro da dose (Q2), os teores de nitrato foram estatisticamente mais elevados a partir da 9ª semana, exibindo valores acima de 100 mg L^{-1} da 13ª a 17ª semanas, decrescendo até o final do experimento, quando alcançaram $42,19 \text{ mg L}^{-1}$ (Tabela XXX – APÊNDICE e Figura 48).

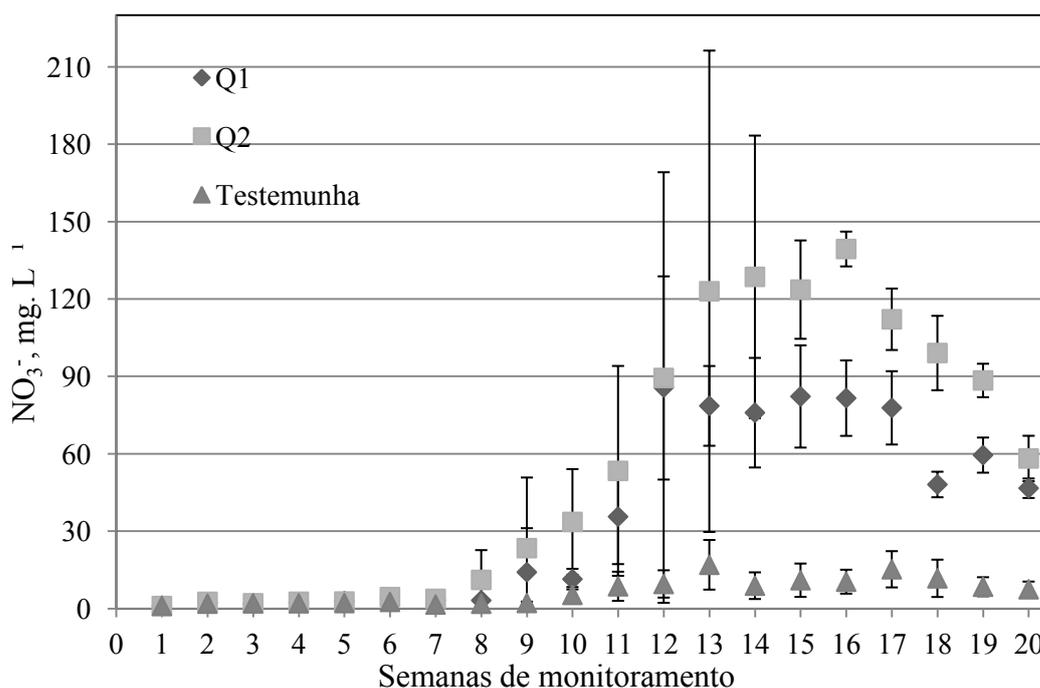


Figura 48. Teores médios de NO_3^- em solução do solo coletada a 150 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça *in natura* submetida a tratamento químico. Q1 – dose calculada conforme a norma P4.231; Q2 = dose calculada x 2.

Após a aplicação da dose calculada da vinhaça *in natura* submetida a tratamento biológico (B1), os teores de nitrato em solução do solo tiveram aumento significativo a partir da 11ª semana. Os maiores teores foram observados entre a 13ª e 18ª semanas. Já com a aplicação de B2, os teores de nitrato em solução do solo foram significativamente mais altos também na 11ª semana. Da mesma forma que B1, os maiores teores de NO_3^- após a aplicação de B2 foram observados entre a 13ª e 18ª semanas, quando estiveram sempre acima de 100 mg L^{-1} . Ao final do experimento com B2, foram detectados mais de 50 mg L^{-1} de nitrato remanescente na solução do solo (Tabela XXXI – APÊNDICE e Figura 49).

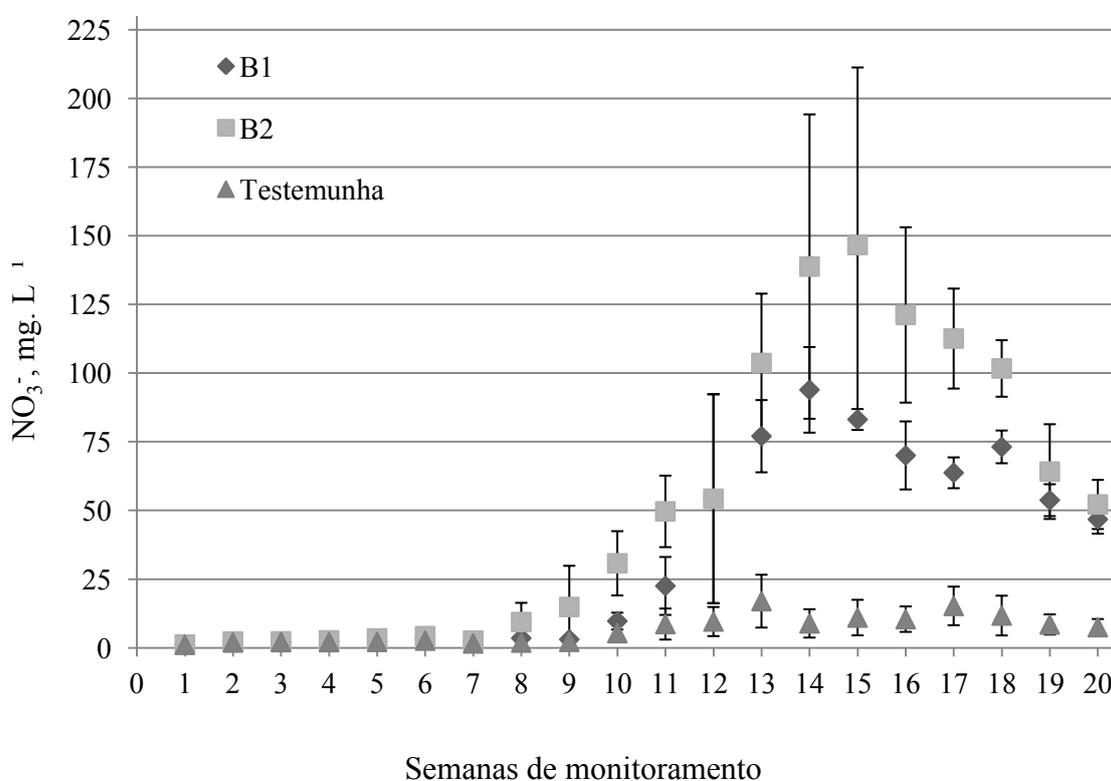


Figura 49. Teores médios de NO_3^- em solução do solo coletada a 150 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça *in natura* submetida a tratamento biológico. B1 – dose calculada conforme a norma P4.231; B2 = dose calculada x 2.

Diferenças estatísticas nos valores de NO_3^- em solução do solo, atribuídas aos tipos e doses de vinhaça, somente foram significativas a partir da 11ª semana (Tabela XXIII – APÊNDICE). Provavelmente, a retenção dos íons NO_3^- nas camadas acima de 150 cm tenham retardado a lixiviação intensa deste íon para o lixiviado nas primeiras

semanas de monitoramento. Embora tenha sido atestado o potencial de retenção de NO_3^- , sobretudo pela camada intermediária da coluna de percolação, notou-se que a lixiviação do nitrato poder ser dificultada, mas não totalmente impedida (ALCÂNTARA e CAMARGO, 2005). Na 15ª semana após a aplicação de C2 e B2, registrou-se alta concentração de NO_3^- na solução do solo lixiviada, que atingiu níveis próximos a 150 mg L^{-1} (Tabela XXIII-APÊNDICE). Além disso, na 20ª e última semana de monitoramento, não houve diferença significativa entre os teores de nitrato remanescentes na solução do solo, mostrando que, independentemente dos aspectos quantitativos e qualitativos da vinhaça, os teores finais de NO_3^- em solução do solo ultrapassaram o valor máximo permitido para a qualidade de águas subterrâneas (CETESB, 2005).

Em Latossolo cultivado com milho, Dynia et al. (2006) aplicaram doses de lodo de esgoto correspondentes ao fornecimento de quatro e oito vezes o N disponível aplicado na forma de adubo mineral recomendado para a cultura. Os autores observaram que após cinco anos consecutivos de aplicações dessas doses, grande parte do nitrato lixiviado alcançou a profundidade de 3 m. A lixiviação aparentemente acelerada do NO_3^- ao longo da coluna de percolação pode estar relacionada à aplicação de grande quantidade de água. A simulação do período de término da safra em outubro, associado à precipitação de alta intensidade nos meses seguintes, pode ter intensificado a mobilidade dos íons NO_3^- no perfil do solo. No entanto, esta é situação de ocorrência habitual no campo, praticada pelo setor sucroenergético.

Existem divergências na literatura científica sobre o potencial de contaminação de águas subterrâneas pela lixiviação de NO_3^- proveniente de aplicações de vinhaça no solo. Orlando Filho et al. (1995) avaliaram a lixiviação de nitrogênio ao longo do perfil de um Neossolo Quartzarênico sob adubação mineral e sob aplicação de vinhaça (0, 150, 300 e $600 \text{ m}^3 \text{ ha}^{-1}$). Concluíram que, no período de 25 semanas após a aplicação da vinhaça, não houve percolação de NO_3^- e de NH_4^+ até 2 m de profundidade, mesmo se tratando de um solo muito arenoso.

Após avaliações de 5, 10 e 15 anos de aplicações de $300 \text{ m}^3 \text{ ha}^{-1} \text{ ano}^{-1}$ de vinhaça. Cruz et al. (1990) encontraram NO_3^- em água subterrânea abaixo do limite prejudicial a saúde humana. Além dos aspectos já mencionados que atuam no aumento da lixiviação de nitrato, é necessário considerar ainda a influência dos elevados teores de K que permanecem na solução do solo do solo após a aplicação de vinhaça. As espécies iônicas K^+ e NO_3^- podem facilmente formar o par iônico e espécie neutra de

KNO_3^0 , o que vai reduzir significativamente a possibilidade de retenção do NO_3^- , mesmo nas camadas mais profundas do solo (ROSSETTO et al., 2010). O resultado é a mobilidade facilitada do NO_3^- , com sérios riscos de contaminação de águas subterrâneas.

5.3. Potássio (K^+)

5.3.1. Comportamento do K^+ nas três profundidades de coleta de solução do solo

O resumo da análise de variância, que relacionou as três profundidades de coleta de solução do solo do solo (P) e os tratamentos de vinhaça (V) ao longo do período experimental (T), indicou que houve efeito altamente significativo ($p < 0,01$) de cada fator isolado (P, V e T), das interações duplas P x V, P x T e V x T, e da interação tripla P x V x T (Tabela 27).

Tabela 27. Quadro de análise de variância da variável teor de K^+ em solução do solo em função dos fatores profundidade da coluna de percolação, tipo de vinhaça e tempo e de suas interações.

Causas de Variação	GL	SQ	QM	F	
Profundidades de coleta de solução do solo (P)	2				
Resíduo-a	6	6186,91	3093,45	1132,62	**
Parcelas	8	16,39	2,73		
Tratamentos de vinhaça (V)	8	6203,30			
Interação P x V	8	1785,26	223,16	4,87	**
Resíduo-b	16	2174,30	135,89	2,97	**
Subparcelas	48	2198,82	45,81		
Tempo (10 semanas) (T)	80	12361,67			
Interação P x T	9	730,18	81,13	15,77	**
Interação V x T	18	679,62	37,76	7,34	**
Interação P x V x T	72	756,06	10,50	2,04	**
Resíduo-c	144	1279,38	8,88	1,73	**
Total	486	2500,32	5,14		
Total	809	18307,22			

Pelo teste F, **significativo ao nível de 1% de probabilidade ($p < 0,01$), *significativo ao nível de 5% de probabilidade ($0,01 \leq p < 0,05$) e ^{ns}não significativo ($p \geq 0,05$).

Com os resultados da análise de variância, procedeu-se ao desdobramento da interação P x V x T para a variável K^+ em solução do solo. Os valores médios de teores de K^+ em solução do solo para o fator tipo de tratamento de vinhaça dentro de cada nível de profundidade do solo da coluna de percolação, ao longo de 150 dias de experimento estão na Tabela 28.

Mesmo na ausência de aplicação de vinhaça (T), houve disponibilização de $5,1 \text{ mg L}^{-1}$ de K^+ em solução do solo na camada até 50 cm, logo aos 15 dias (Tabela 28 e Figura 50). Teores de K^+ na solução do solo do solo podem variar de $1\text{-}50 \text{ mg L}^{-1}$, ou mais em solos adubados, e dependem, além dos atributos químicos e mineralógicos, da umidade do solo. Ressalta-se, porém, que em solos muito intemperizados, os teores trocáveis de K^+ são a reserva mais importante de potássio disponível, tanto que a CTC tem sido apontada o melhor parâmetro para interpretar a disponibilidade de K^+ no solo (MEURER, 2006; RAIJ, 2011). Conforme a Tabela 4, a análise química para fins de fertilidade indicou teores de K^+ de $46,8 \text{ mg L}^{-1}$, na camada 0-20 cm, e de $11,7 \text{ mg L}^{-1}$, na camada 20-50 cm, que, na sua maioria, foram relativos aos teores trocáveis, retidos pela CTC do solo.

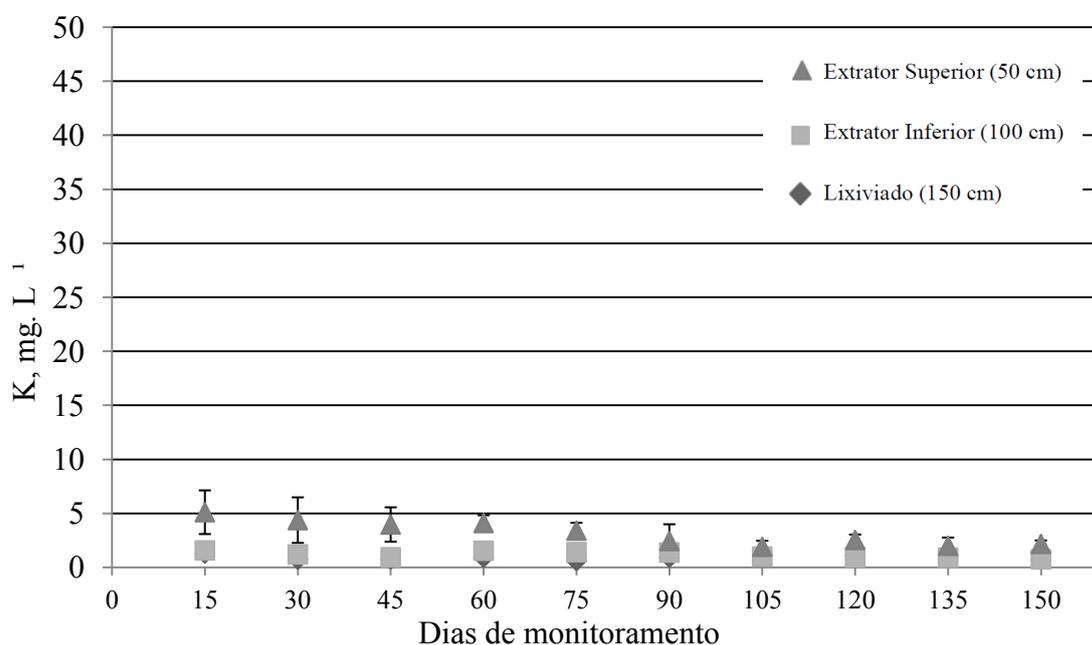


Figura 50. Teores médios de K^+ em solução do solo coletada em diferentes profundidades de coluna de percolação submetida ao tratamento testemunha durante 5 meses.

Tabela 28. Desdobramento da interação profundidade (P) x tipo de vinhaça (V) x tempo (T): teores médios de K⁺ (mg L⁻¹) na solução do solo coletada em três profundidades das colunas, submetida à aplicação de diferentes tipos de vinhaça, ao longo de 150 dias de monitoramento.

Profundidades	Tratamentos	Tempo de Monitoramento (dias)																			
		15	30	45	60	75	90	105	120	135	150										
Extrato Superior (50 cm)	B1	10,77	A	7,07	AB	6,07	AB	6,47	AB	5,23	AB	4,80	B	4,17	B	4,03	B	3,43	B	3,03	B
	B2	11,37	DE	8,73	E	16,33	CD	27,30	A	22,77	AB	20,63	BC	19,70	BC	9,83	E	8,73	E	13,00	DE
	C1	13,17	A	8,03	AB	7,03	B	6,07	B	4,67	B	3,60	B	3,10	B	3,53	B	3,00	B	2,43	B
	C2	16,97	AB	18,40	AB	19,47	A	12,90	BC	10,10	C	3,60	D	7,23	CD	8,73	CD	10,00	C	10,40	C
	Q1	7,00	A	6,03	A	6,33	A	6,07	A	4,97	A	4,63	A	3,97	A	4,33	A	3,47	A	3,23	A
	Q2	10,70	AB	11,60	A	13,47	A	14,40	A	13,13	A	5,67	BC	3,60	C	3,77	C	3,83	C	3,97	C
	T	5,10	A	4,37	A	3,97	A	4,10	A	3,40	A	2,43	A	1,90	A	2,53	A	2,00	A	2,17	A
	V1	7,23	A	6,60	A	6,30	A	5,53	A	5,43	A	3,33	A	4,87	A	2,93	A	3,03	A	5,33	A
	V2	12,20	A	11,33	A	8,90	AB	6,73	AB	4,27	B	3,57	B	3,60	B	4,83	B	3,50	B	4,03	B
Extrato Inferior (100 cm)	B1	1,77	A	1,37	A	1,53	A	1,60	A	1,60	A	1,53	A	1,43	A	1,37	A	1,20	A	1,10	A
	B2	2,97	A	3,33	A	3,17	A	2,60	A	3,50	A	2,93	A	2,83	A	2,07	A	1,30	A	1,30	A
	C1	1,87	A	1,80	A	2,03	A	1,60	A	1,57	A	1,37	A	1,20	A	0,97	A	0,87	A	0,77	A
	C2	2,87	A	3,00	A	3,50	A	2,53	A	2,30	A	2,47	A	2,23	A	2,30	A	1,40	A	1,13	A
	Q1	1,93	A	1,37	A	1,50	A	1,83	A	1,40	A	1,53	A	1,53	A	1,40	A	1,30	A	0,83	A
	Q2	1,97	A	2,67	A	2,97	A	2,93	A	3,77	A	2,97	A	2,93	A	1,63	A	1,50	A	1,27	A
	T	1,57	A	1,20	A	0,93	A	1,53	A	1,40	A	1,37	A	1,00	A	0,93	A	0,90	A	0,73	A
	V1	1,63	A	1,40	A	1,47	A	1,50	A	1,47	A	1,30	A	1,10	A	0,87	A	0,77	A	0,73	A
	V2	1,97	A	2,10	A	2,47	A	2,67	A	2,20	A	1,90	A	1,80	A	1,40	A	1,17	A	0,93	A
Lixiviado (150 cm)	B1	1,23	A	1,58	A	1,55	A	1,48	A	0,70	A	0,98	A	1,20	A	1,05	A	0,97	A	0,78	A
	B2	1,27	A	1,77	A	2,22	A	2,48	A	0,80	A	0,95	A	1,13	A	1,22	A	1,72	A	1,83	A
	C1	1,53	A	1,93	A	3,13	A	2,32	A	1,02	A	1,08	A	1,37	A	1,25	A	1,23	A	0,80	A
	C2	1,72	A	2,58	A	3,33	A	3,30	A	1,27	A	1,02	A	0,98	A	0,98	A	1,02	A	0,90	A
	Q1	1,27	A	1,48	A	1,62	A	1,52	A	0,77	A	1,07	A	1,15	A	0,98	A	0,98	A	0,78	A
	Q2	1,52	A	1,67	A	2,22	A	2,05	A	1,08	A	0,98	A	1,15	A	1,20	A	1,22	A	1,28	A
	T	1,28	A	0,72	A	0,73	A	0,90	A	0,58	A	0,90	A	1,13	A	1,10	A	0,98	A	0,70	A
	V1	1,32	A	1,63	A	1,57	A	0,97	A	0,80	A	0,92	A	1,10	A	0,98	A	0,90	A	0,65	A
	V2	1,40	A	1,53	A	1,98	A	1,80	A	1,00	A	1,02	A	1,23	A	1,10	A	1,02	A	0,83	A

T – Testemunha; V - vinhaça *in natura*; Q - vinhaça *in natura* submetida a tratamento químico; B - vinhaça *in natura* submetida a tratamento biológico; C – vinhaça concentrada; 1 = dose calculada pela norma P4.231; 2 = dose calculada pela norma P4.231 multiplicada por 2; Médias seguidas pela mesma letra na linha não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.

Apesar de ter havido decréscimos nos teores de K^+ em solução do solo coletada pelo extrator superior até o final do período experimental (Figura 50), eles não foram estatisticamente significativos (Tabela 28). Os teores de K^+ nas soluções coletada a 100 cm e a 150 cm de profundidade estiveram entre 0,73 e 1,57 $mg L^{-1}$ e não foram estatisticamente diferentes ao longo do tempo (Tabela 28), indicando que não houve lixiviação de K^+ durante as condições experimentais do tratamento testemunha (Figura 50).

A quantidade de K^+ adicionada pelo uso da vinhaça *in natura*, na dose calculada (V1), também não promoveu modificações significativas de seus teores na solução do solo, em todas as profundidades de coleta (Tabela 28). Aos 75 dias da aplicação de V2, houve diminuição significativa dos teores de K^+ na solução do solo coletada a 50 cm, mantendo-se menores do que os observados após aplicação de V1 até o fim do período experimental (Tabela 28). Os teores de K^+ nas soluções coletada a 100 cm e a 150 cm de profundidade não foram estatisticamente diferentes ao longo do tempo (Tabela 28), indicando que não houve lixiviação de K^+ após a aplicação de vinhaça *in natura* em ambas as doses.

As colunas que receberam os tratamentos Q1 e Q2 produziram resultados de K^+ em solução do solo semelhantes aos observados nos tratamentos V1 e V2. Aos 50 cm, os teores de K^+ em solução do solo diminuíram significativamente após 90 dias da aplicação de B1. Por outro lado, após aplicação de B2, houve aumento significativo de K^+ em solução do solo no período entre 60 e 105 dias. Foram nestas condições em que observaram-se os maiores teores de K^+ em solução do solo, com variação de 19,70 a 27,30 $mg L^{-1}$ (Tabela 28).

Não houve efeito da aplicação de B1 e de B2 nos teores de K^+ em solução do solo nas profundidades de 100 e de 150 cm. Com a adição da vinhaça concentrada na dose calculada (C1), os teores de K^+ em solução do solo diminuíram significativamente a partir dos 45 dias e mantiveram-se abaixo de 7,0 $mg L^{-1}$ até o final do experimento. Com a adição de C2, os teores de K^+ em solução do solo foram altos até os 45 dias, variando de 17,0 a 19,5 $mg L^{-1}$, e decaíram dos 60 aos 150 dias. Também não houve efeito da aplicação de C1 e de C2 nos teores de K^+ em solução do solo nas profundidades de 100 e de 150 cm. Como a Tabela 28 não permite a interpretação simultânea dos fatores profundidade, tipo de vinhaça e tempo, optou-se pela abordagem das interações duplas, altamente significativas conforme a análise de variância (Tabela 27). Além disso, buscou-se a análise detalhada dos efeitos das doses de vinhaça sobre a

concentração de K^+ em solução do solo em diferentes profundidades, não contemplada pela análise de variância.

Os resultados médios em diferentes profundidades e em todos os períodos de tempo, sem a distinção dos tratamentos do experimento (interação P x T) (Tabela 29), mostraram que os teores de K^+ em solução do solo foram sempre maiores na camada superior até 50 cm, onde variaram de 4,55-10,50 $mg L^{-1}$, independentemente do tipo e da dose de vinhaça (Figura 51, Figura 52, Figura 53, Figura 54, Figura 55, Figura 56, Figura 57 e Figura 58). Nesta camada, os teores de K^+ em solução do solo diminuíram significativamente a partir dos 90 dias, mantendo-se abaixo de 6,0 $mg L^{-1}$ até o final.

Não houve diferença significativa entre os teores de K^+ em solução do solo entre as camadas até 100 e até 150 cm (Tabela 29). Os teores também não mudaram significativamente ao longo do tempo nestas profundidades. Houve diminuição significativa dos teores de K^+ em solução do solo na camada até 100 cm em comparação com os da camada até 50 cm. Isso pode ser indicativo de pequena ou de ausente lixiviação de K^+ . A diminuição dos teores de K^+ em solução do solo na camada até 50 cm a partir de 90 dias deve ser atribuída à retenção do elemento pela CTC do solo.

A ordem de extração de macronutrientes, tanto pela cana-planta quanto pela cana-soca, é $K > N > Ca > Mg > P$ (SILVA; CASAGRANDE, 1983). Isso não significa, porém, que o suprimento de K deva ser desequilibrado. O solo equilibrado para o cultivo da cana-de-açúcar normalmente apresenta saturação por bases (V%) de 60%, ou seja, 60% da CTC do solo precisa estar ocupada por Ca, Mg e K. O ideal é que o K ocupe de 3-5% da CTC, o Mg de 10-15% e o Ca de 35-40%, mantendo a relação K:Mg:Ca entre 1:3:9 e 1:5:25. Solos que recebem doses elevadas de vinhaça podem apresentar aumento exagerado da concentração de potássio, causando desbalanço com Ca e Mg e alterando a saturação da CTC para 14% de K, 8% de Mg e 22% de Ca (VITTI; MAZZA, 2002).

As variações na concentração de K^+ nas diferentes profundidades de coleta de solução do solo foram avaliadas com respeito ao tipo de vinhaça aplicada na coluna de percolação, por meio da interação dupla P x V (Tabela 30). Assim como apontado pela interação P x T (Tabela 29), os maiores teores de K^+ em solução do solo foram observados sempre na camada superior até 50 cm, em todos os períodos de monitoramento (Tabela 30). Os teores de K^+ em solução do solo foram menores em subsuperfície e não houve diferença significativa para esta variável à 100 cm e à 150 cm, ratificando a ausência de lixiviação. Entretanto, a aplicação de V1 (Figura 51) e de

Q1 (Figura 55) não promoveu alterações nos teores de K^+ em solução do solo com respeito à profundidade, tendo comportamento semelhante ao tratamento sem vinhaça (T) (Figura 50). Os tratamentos V2 (Figura 52), Q2 (Figura 56), B1 e B2 (Figura 57 e Figura 58) e C1 e C2 (Figura 53, Figura 54) adicionaram quantidades de K^+ na camada até 50 cm suficientes para promover diferenças significativas com referência às camadas mais profundas.

De forma resumida, as figuras de 52 a 59 mostraram tendência muito semelhante dos teores de K^+ em solução do solo ao longo do tempo, mesmo após a aplicação de tipos e de doses diferentes de vinhaça. Foram observados teores mais altos de K^+ nas soluções coletadas a 50 cm, que foram diminuindo significativamente após os 75 dias. Entretanto, não houve aumento de K^+ nas soluções coletadas a 100 e a 150 cm, evidenciando que o K^+ não lixiviou. Portanto, a depleção dos teores de K^+ após 75 dias na camada superior foi devida a sua adsorção pelas cargas positivas da superfície dos colóides, já que nesta camada a CTC foi maior. Os resultados se assemelharam ao experimento de Bebé et al. (2009), onde os teores de K trocável no solo se correlacionaram negativamente com a profundidade, havendo redução da concentração com a profundidade.

As colunas de percolação que receberam as doses calculadas de vinhaça (V1, Q1, B1 e C1) resultaram em comportamento mais regular quanto ao decréscimo da concentração de K^+ em solução do solo ao longo do tempo. Quantidades de vinhaça equivalentes ao dobro do calculado imprimiram comportamento irregular aos teores de K^+ em solução do solo, já que ao longo do período experimental as médias apresentaram maiores variações, sobretudo nos tratamentos Q2, B2 e C2 (Figura 53, Figura 54, Figura 55, Figura 56, Figura 57 e Figura 58). Provavelmente, isso se deveu à maior interferência de outros íons presentes na vinhaça em concentrações mais elevadas.

As variações na concentração de K^+ em solução do solo considerando o tempo de monitoramento (T) e os tipos e doses de vinhaça (V), foram avaliadas por meio da interação dupla T x V (Tabela 31). Mesmo considerando as médias das soluções coletadas nas três profundidades, observou-se que o tratamento testemunha resultou sempre nos menores teores de K^+ em solução do solo, quando comparados com os demais tratamentos de vinhaça. A adição de vinhaça *in natura*, de vinhaça *in natura* tratada quimicamente e de vinhaça *in natura* tratada biologicamente, na dose calculada, resultou em baixos e invariáveis teores de K^+ em solução do solo. A mesma tendência

foi apresentada pelo tratamento que recebeu o dobro da dose calculada de vinhaça *in natura* (V2) (Tabela 31). Os tratamentos Q2, C1 e C2 resultaram em maiores teores iniciais de K^+ em solução do solo, com decréscimos significativos observados aos 105, 90 e 75 dias após a aplicação. A vinhaça B2 resultou nos maiores teores de K^+ em solução do solo, que foram registrados no período entre 60 e 105, variando de 7,89 a 10,79 $mg L^{-1}$.

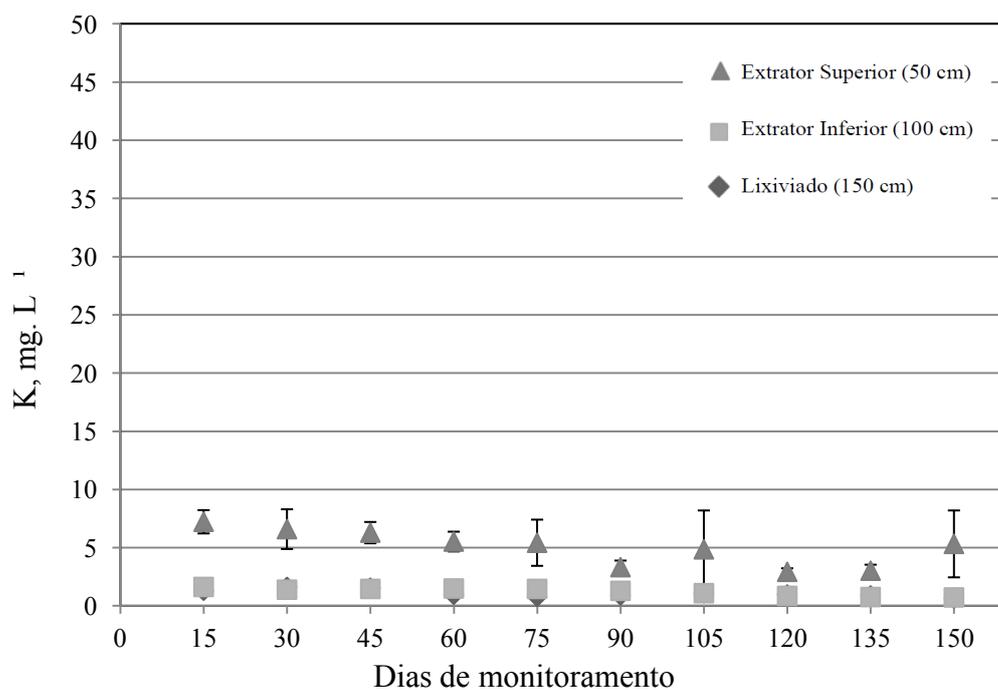


Figura 51. Teores médios de K^+ em solução do solo de colunas de percolação com aplicação de vinhaça *in natura* na dose calculada conforme a norma P4.231 (V1), coletada em diferentes profundidades durante 5 meses.

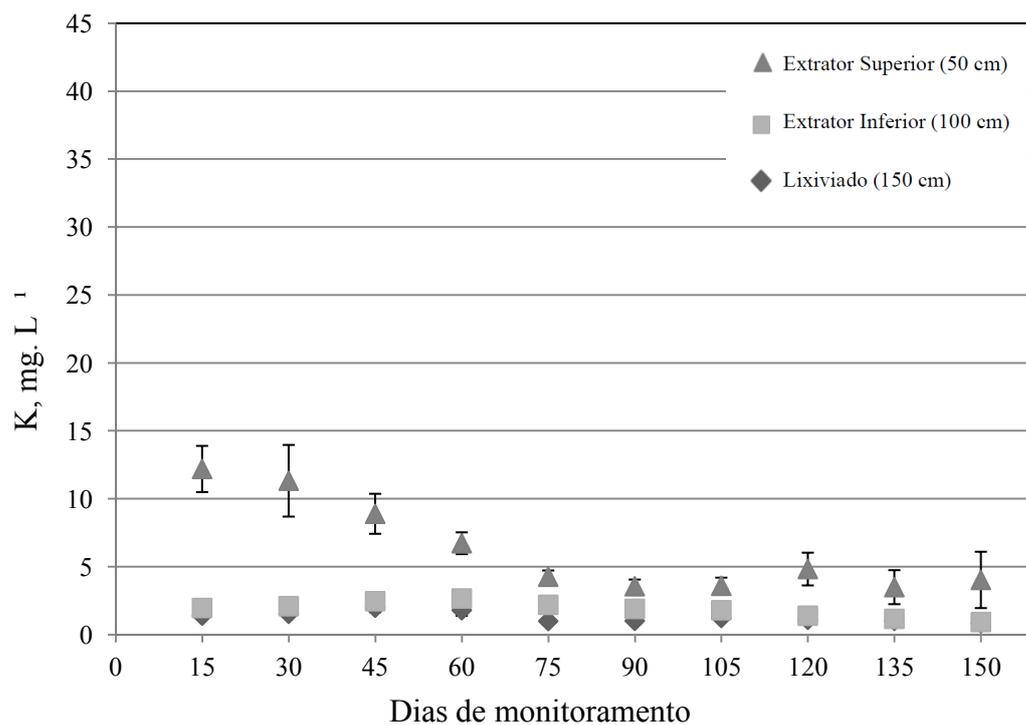


Figura 52. Teores médios de K^+ em solução do solo de colunas de percolação com aplicação de vinhaça *in natura* dose calculada x 2 (V2) coletada em diferentes profundidades durante 5 meses.

Tabela 29. Desdobramento da interação profundidade (P) x tempo (T): teores médios de K^+ ($mg L^{-1}$) na solução do solo coletada em três profundidades da coluna de percolação, ao longo de 150 dias, considerando todos os tipos e doses de vinhaça.

Profundidade de coleta de solução do solo	Tempo de Monitoramento (dias)																			
	15	30	45	60	75	90	105	120	135	150										
Extrator Superior (50 cm)	10,50	aA	9,13	aAB	9,76	aAB	9,95	aAB	8,22	aB	5,81	aC	5,79	aC	4,95	aC	4,55	aC	5,29	aC
Extrator Inferior (100 cm)	2,06	bA	2,03	bA	2,17	bA	2,09	bA	2,13	bA	1,93	bA	1,79	bA	1,44	bA	1,15	bA	0,98	bA
Lixiviado (150 cm)	1,39	bA	1,66	bA	2,04	bA	1,87	bA	0,89	bA	0,99	bA	1,16	bA	1,10	bA	1,11	bA	0,95	bA

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas.

Tabela 30. Desdobramento da interação profundidade (P) x tipo de vinhaça (V): teores médios de K^+ ($mg L^{-1}$) na solução do solo coletada em três profundidades da coluna de percolação, submetida à diferentes tipos de vinhaça, considerando os 5 meses de experimento.

Profundidade de coleta de solução do solo	Tratamentos de vinhaça																	
	T	V1	V2	Q1	Q2	B1	B2	C1	C2									
Extrator Superior (50 cm)	3,20	aC	5,06	aC	6,30	aBC	5,00	aC	8,41	aBC	5,51	aC	15,84	aA	5,46	aC	11,78	aAB
Extrator Inferior (100 cm)	1,16	aA	1,22	aA	1,86	bA	1,46	aA	2,46	bA	1,45	bA	2,60	bA	1,40	bA	2,37	bA
Lixiviado (150 cm)	0,90	aA	1,08	aA	1,29	bA	1,16	aA	1,44	bA	1,15	bA	1,54	bA	1,57	abA	1,71	bA

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas; T – Testemunha; V - vinhaça *in natura*; Q - vinhaça *in natura* submetida a tratamento químico; B - vinhaça *in natura* submetida a tratamento biológico; C – vinhaça concentrada; 1 = dose calculada pela norma P4.231; 2 = dose calculada pela norma P4.231 multiplicada por 2.

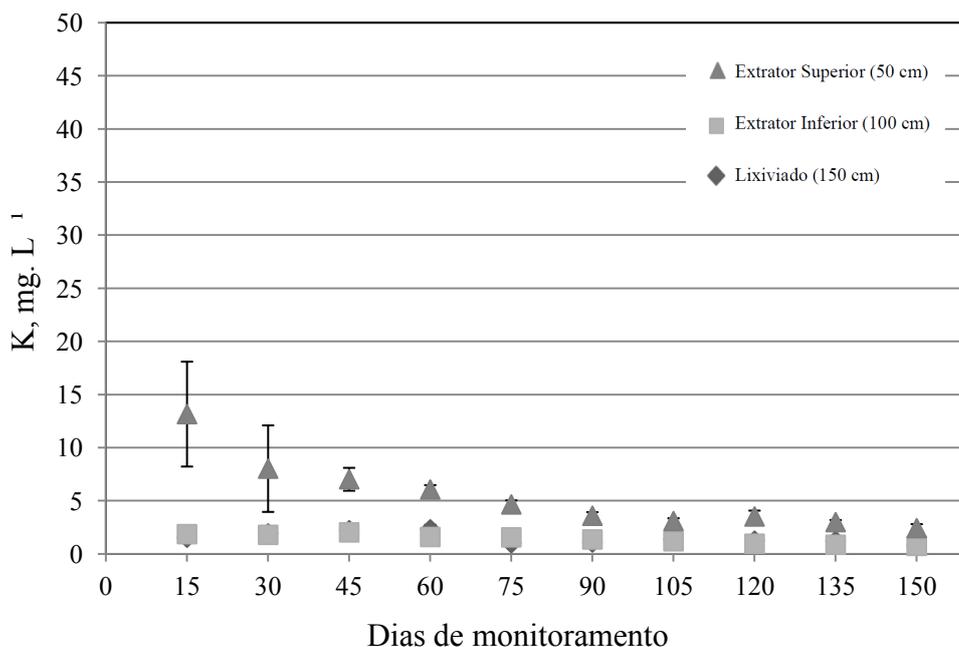


Figura 53. Teores médios de K^+ em solução do solo de colunas de percolação com aplicação de vinhaça concentrada na dose calculada conforme a norma P4.231 (C1) coletada em diferentes profundidades durante 5 meses.

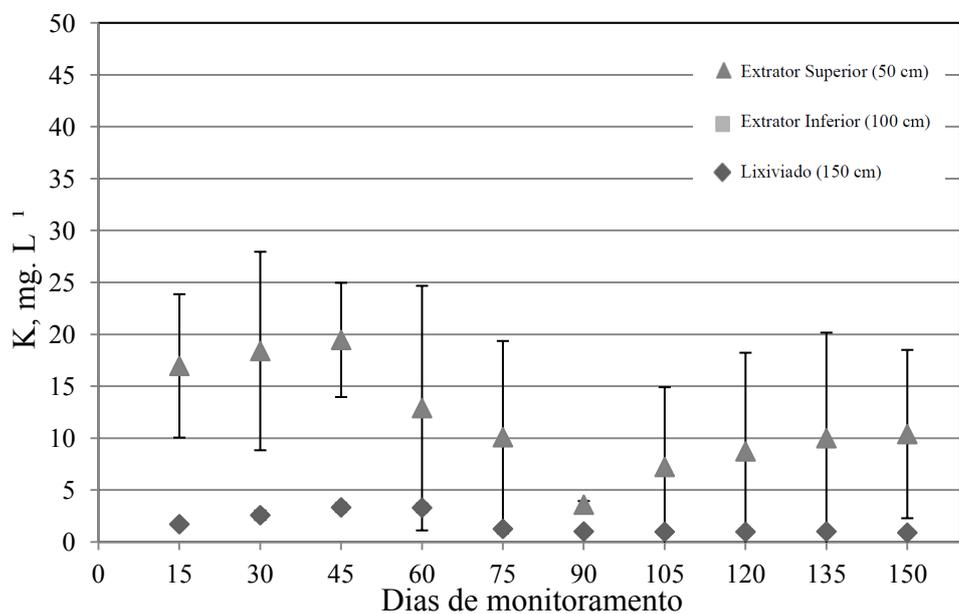


Figura 54. Teores médios de K^+ em solução do solo de colunas de percolação com aplicação de vinhaça concentrada na dose calculada x 2 (C2) coletada em diferentes profundidades durante 5 meses.

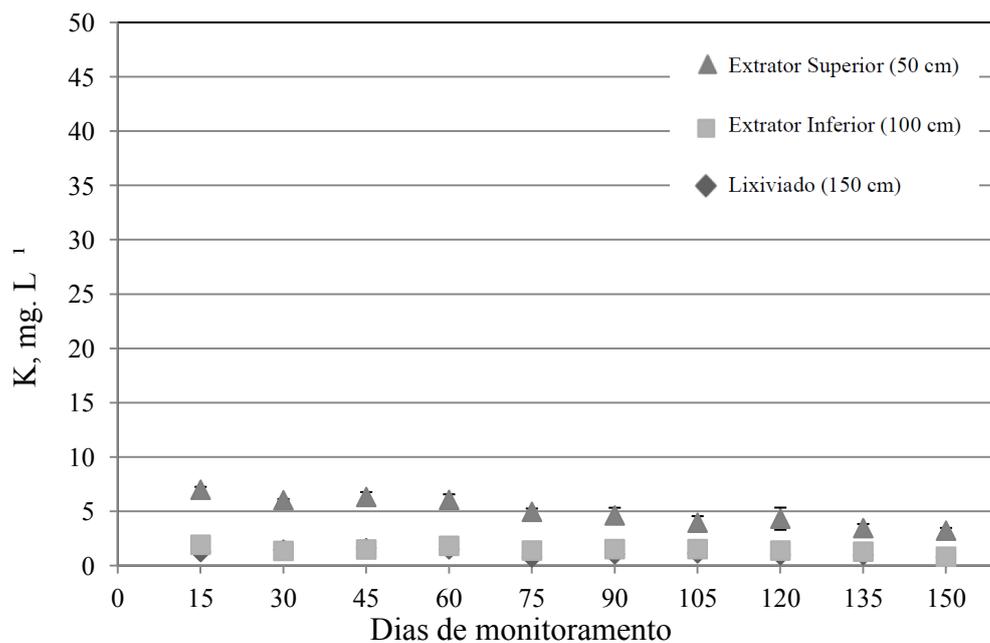


Figura 55. Teores médios de K^+ em solução do solo de colunas de percolação com aplicação de vinhaça in natura quimicamente tratada na dose calculada conforme a norma P4.231 (Q1), coletada em diferentes profundidades durante 5 meses.

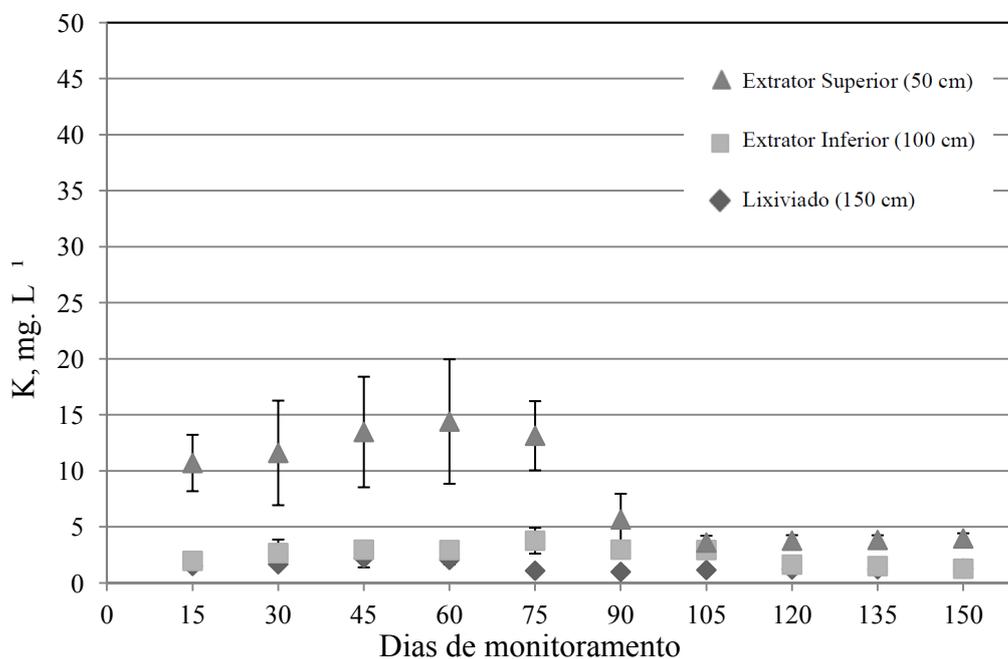


Figura 56. Teores médios de K^+ em solução do solo de colunas de percolação com aplicação de vinhaça in natura quimicamente tratada na dose calculada x 2. (Q2), coletada em diferentes profundidades durante 5 meses.

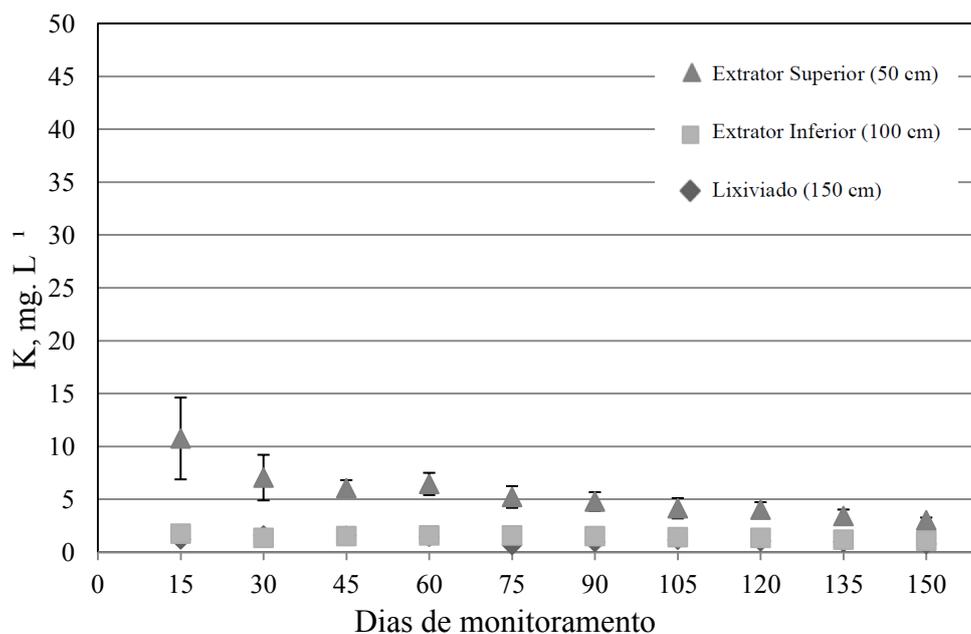


Figura 57. Teores médios de K^+ em solução do solo de colunas de percolação com aplicação de vinhaça in natura biologicamente tratada na dose calculada conforme a norma P4.231 (B1), coletada em diferentes profundidades durante 5 meses.

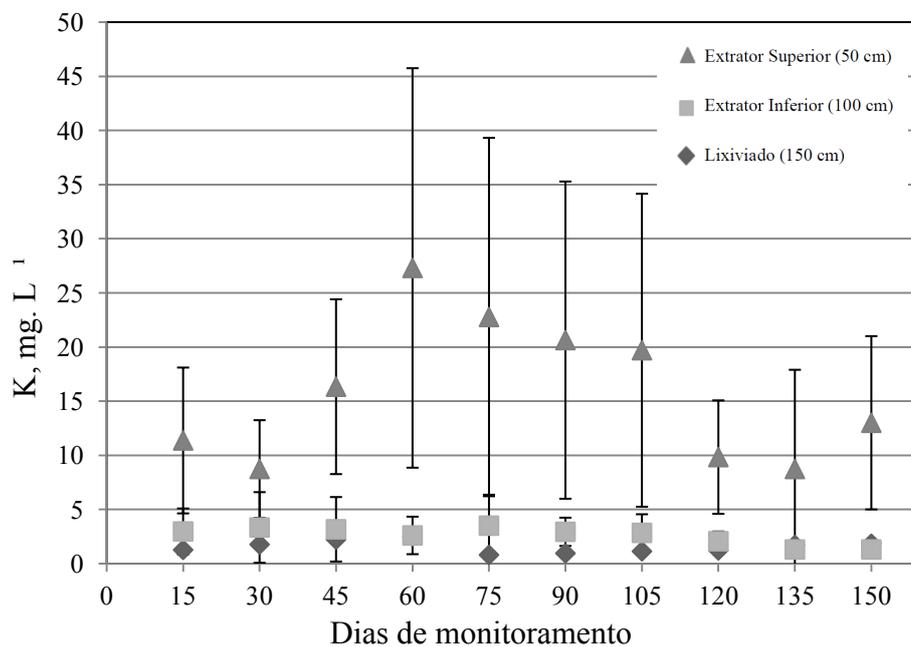


Figura 58. Teores médios de K^+ em solução do solo de colunas de percolação com aplicação de vinhaça in natura biologicamente tratada na dose calculada x 2 (B2), coletada em diferentes profundidades durante 5 meses.

Tabela 31. Desdobramento da interação tipo de vinhaça (V) x tempo (T): teores médios de K^+ ($mg L^{-1}$) na solução do solo de Latossolo submetido à diferentes tipos de vinhaça, ao longo de 150 dias de experimento, considerando as três profundidades de amostragem.

Tratamentos	Dias de monitoramento																			
	15		30		45		60		75		90		105		120		135		150	
T	2,65	bA	2,09	bA	1,88	cA	2,18	bA	1,79	bA	1,57	bA	1,34	bA	1,52	aA	1,29	aA	1,2	aA
V1	3,39	abA	3,21	bA	3,11	bcA	2,67	bA	2,57	bA	1,85	bA	2,36	bA	1,59	aA	1,57	aA	2,24	aA
V2	5,19	abA	4,99	abA	4,45	abcA	3,73	bA	2,49	bA	2,16	bA	2,21	bA	2,44	aA	1,89	aA	1,93	aA
C1	5,52	abA	3,92	abAB	4,07	bcAB	3,33	bAB	2,42	bAB	2,02	bB	1,89	bB	1,92	aB	1,7	aB	1,33	aB
C2	7,18	aAB	7,99	aA	8,77	aA	6,24	bABC	4,56	abBCD	2,36	bD	3,48	abCD	4,01	abCD	4,14	abCD	4,14	abCD
Q1	3,4	abA	2,96	bA	3,15	bcA	3,14	bA	2,38	bA	2,41	bA	2,22	bA	2,24	aA	1,92	aA	1,62	aA
Q2	4,73	abAB	5,31	abAB	6,22	abcA	6,46	abA	5,99	abA	3,21	bAB	2,56	bB	2,2	aB	2,18	aB	2,17	aB
B1	4,59	abA	3,34	bA	3,05	bcA	3,18	bA	2,51	bA	2,44	bA	2,27	bA	2,15	aA	1,87	aA	1,64	aA
B2	5,2	abCDE	4,61	abDE	7,24	abBCDE	10,79	aA	9,02	aAB	8,17	aABC	7,89	aABCD	4,37	aE	3,92	aE	5,38	aCDE

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas; T – Testemunha; V - vinhaça *in natura*; Q - vinhaça *in natura* submetida a tratamento químico; B - vinhaça *in natura* submetida a tratamento biológico; C – vinhaça concentrada; 1 = dose calculada pela norma P4.231; 2 = dose calculada pela norma P4.231 multiplicada por 2.

5.3.2. Comportamento do K^+ em cada uma das profundidades de coleta de solução do solo

5.3.2.1. Solução do solo coletada a 50 cm

A partir das análises das soluções coletadas a 50 cm, foi constatada diferença altamente significativa nos teores de K^+ em solução do solo decorrente dos tipos de vinhaça, do tempo após a aplicação dos efluentes e da interação entre os dois fatores (Tabela XXXIII -APÊNDICE).

Os maiores teores de K^+ foram encontrados nas soluções coletadas a 50 cm (Tabela XXXIII – APÊNDICE), quando comparados com aqueles determinados a 100 cm (Tabela XXXIV – APÊNDICE) e a 150 cm (Tabela XXXV - APÊNDICE). SENGIK et al. (1988) apontaram que solos de textura média e argilosa tenderam a acumular K^+ nas camadas superiores do perfil do solo e mostraram, assim como Brito et al. (2005), que a dificuldade do K^+ percolar foi função dos atributos do solo. SILVA (2012) fizeram a mesma constatação, mesmo utilizando vinhaça concentrada.

Nos solos da região tropical, os teores de K^+ normalmente são baixos e inferiores a $1,5 \text{ mmol}_c \text{ dm}^{-3}$, tornando necessária a complementação desse nutriente com fertilizantes (OTTO et al., 2010). De fato, os teores de K^+ do LVe utilizado no preenchimento das colunas de percolação foram baixos a muito baixos, conforme os limites de interpretação de teores de K^+ em solos (RAIJ et al., 1997). Nas camadas 0-20 cm, 20-50 cm, 50-80 cm e 80-110 cm, os teores de K^+ foram de $1,2 \text{ mmol}_c \text{ dm}^{-3}$, $0,3 \text{ mmol}_c \text{ dm}^{-3}$, $0,2 \text{ mmol}_c \text{ dm}^{-3}$ e $0,1 \text{ mmol}_c \text{ dm}^{-3}$, respectivamente (Tabela 4).

Os fatores que provocam a lixiviação de K^+ no perfil do solo incluem a quantidade de chuva, o teor inicial do nutriente e a textura do solo (Rosolem et al., 2006). Porém, vários estudos sobre a dinâmica de K^+ em solos salientaram que a lixiviação do íon ao longo do perfil do solo dependeu muito do efeito residual do suprimento potássico feito por fertilizantes, por efluentes, como a vinhaça, ou pela própria palhada remanescente da colheita (ROSOLEM et al., 2006; WERLE et al., 2008; OTTO et al., 2010). Admitiu-se que os teores inicialmente baixos de K^+ do LVe, incluindo na camada superficial até 50 cm, foram os fatores mais relevantes para a ausência de lixiviação do elemento para as camadas mais profundas. Ademais, os resultados das análises químicas para fins de fertilidade (Tabela 4) indicaram haver

desbalanço na relação Ca:Mg:K, já que, na camada 0-20 cm, a proporção foi 34:9:1. Como já mencionado, o ideal é que a relação Ca:Mg:K seja mantida entre 9:3:1 e 25:5:1 (VITTI; MAZZA, 2002). Apesar de ser um cátion monovalente, o que segundo a série liotrópica de Hofmeister conferiria ao K^+ menor atratividade pela superfície positivamente carregada da fração coloidal do solo, sua elevada concentração quando adicionado pela vinhaça pode ter possibilitado o deslocamento de cátions bivalentes, principalmente do magnésio, favorecendo sua retenção no complexo de troca e aumento do seu fator de retardamento (MATOS et al., 2013).

Segundo Vitti e Mazza (2002), solos que receberam doses elevadas de vinhaça podem apresentar aumento exagerado da concentração de K^+ , causando desbalanço com Ca^{2+} e com Mg^{+2} e alterando a saturação da CTC para 14% de K, 8% de Mg e 22% de Ca. Para a condição inicial da camada 0-20 cm do LVe usado na coluna de percolação, a saturação da CTC foi de 43% por Ca^{2+} , 11% por Mg^{2+} e apenas 1% por K^+ , mostrando que o solo está distante de um desbalanço catiônico provocado pelo K^+ , que provavelmente não ocorreria por uma única adição de vinhaça na forma dos tratamentos V1, V2, Q1, Q2, B1, B2, C1 e C2.

Na camada até 50 cm, todos os tratamentos com vinhaça promoveram alterações nos teores de K^+ em solução do solo aos 30 dias da aplicação, quando comparados ao tratamento testemunha (Figura 59 e Tabela XXXIII– APÊNDICE). Aos 60 dias, apenas os tratamentos B2 e Q2 resultaram em teores de K^+ em solução do solo significativamente maiores, sendo que os demais assemelharam-se ao tratamento testemunha. Os tratamentos B2 e Q2 mantiveram teores de K^+ em solução do solo significativamente maiores até os 105 e os 75 dias da aplicação, respectivamente. A adição da vinhaça C2 provocou aumento significativo de teores de K^+ em solução do solo apenas no período entre 75 e 105 dias da aplicação. A partir dos 120 dias da aplicação, todos os tratamentos com vinhaça resultaram em teores de K^+ estatisticamente iguais aos do tratamento testemunha, indicando o desaparecimento de importantes quantidades de K^+ na solução do solo.

As colunas submetidas aos tratamentos B1, Q1, T, V1 e V2 não apresentaram diferenças nos teores de K^+ na solução do solo coletada a 50 cm ao longo de todo o período experimental (Figura 59 e Tabela XXXIII – APÊNDICE). O tratamento com vinhaça *in natura* tratada microbiologicamente na dose 2 (B2) teve um comportamento adverso quando comparado aos outros tratamentos, já que os teores de K^+ em solução do solo aumentaram significativamente dos 45 e aos 105 dias de monitoramento,

exibindo os maiores teores de K^+ observados no experimento, com variação de 16,33 a 27,30 $mg L^{-1}$ de K^+ neste período.

Este efeito pode ter sido gerado pelo acréscimo de matéria orgânica da vinhaça que, submetida ao tratamento biológico, passa a ter um teor ainda maior proporcionado pela biomassa de microalgas. Dessa forma, pode ter sido necessário mais tempo para as alterações no material orgânico que, ao ser decomposto, pode ter gerado ácidos orgânicos com capacidade de reagir com cátions da solução do solo, incluindo o K^+ , impedindo sua adsorção pelo complexo de troca (GEBRIM et al., 2008; SILVA, 2012). Entretanto, é conhecido que ácidos orgânicos de baixo peso molecular tem permanência efêmera na solução do solo do solo, podendo ter deixado de exercer efeito a partir dos 120 dias, quando os teores de K^+ em solução do solo foram reduzidos significativamente, provavelmente por terem sido adsorvidos após sua liberação do complexo orgânico.

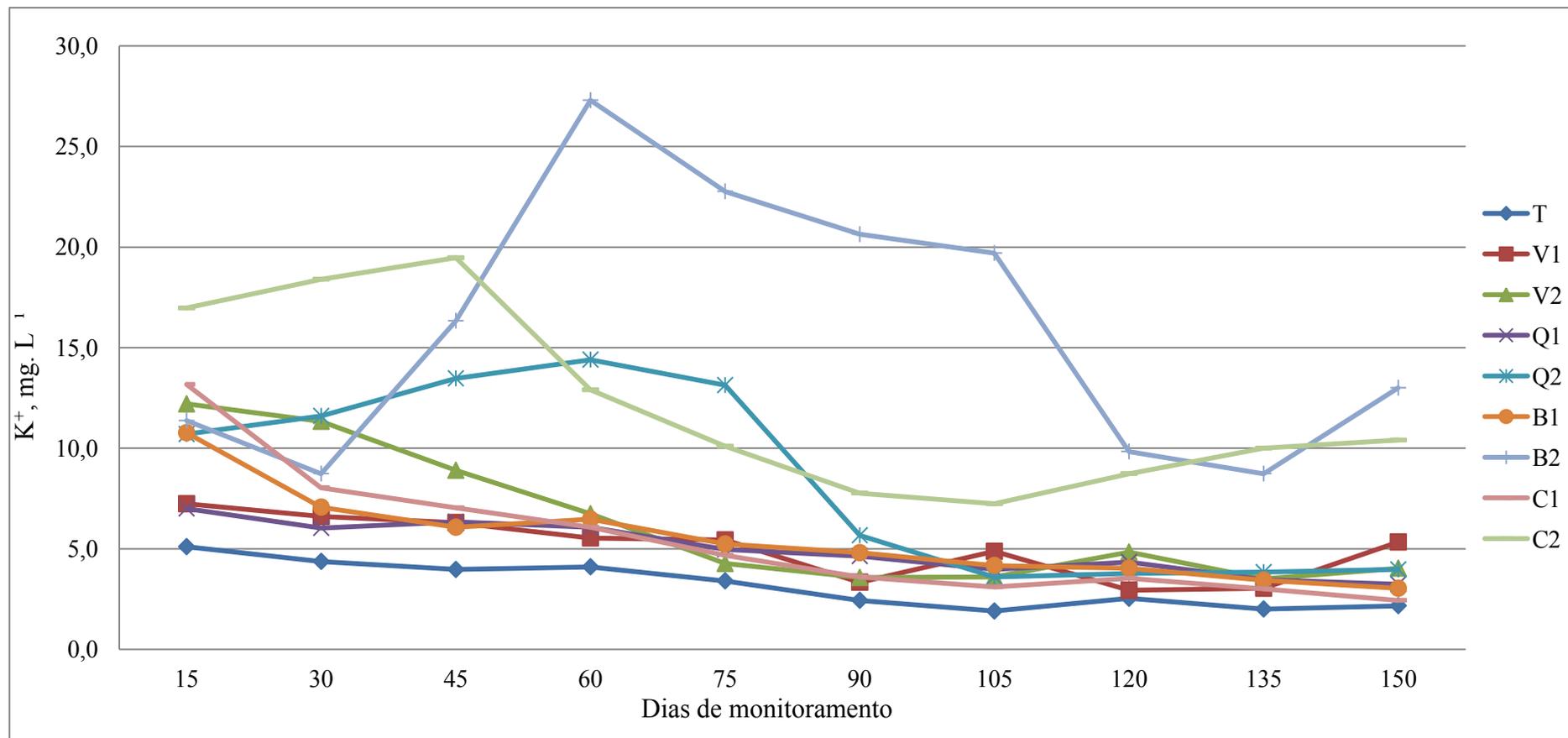
A análise mais detalhada do efeito dos tipos e das doses de vinhaça permitiu observar que os teores de K^+ na solução do solo coletada a 50 cm não dependeram da quantidade de efluente aplicado, já que não houve diferença significativa entre V1 e V2 (Tabela XXXVI – APENDICE), B1 e B2 (Tabela XXXIX – APÊNDICE) e C1 e C2 (Tabela XXXVII – APÊNDICE), considerando as 20 semanas de monitoramento do experimento. Somente a vinhaça *in natura* tratada quimicamente promoveu alterações nos teores de K^+ em solução do solo quando aplicada em doses diferentes (Q1 e Q2) (Tabela XXXVIII – APÊNDICE).

As médias dos teores de K^+ em solução do solo resultantes de dez medidas quinzenais ao longo de cinco meses, confirmaram haver diferenças significativas entre as doses calculada e dobrada somente da vinhaça *in natura* submetida a tratamento químico (Q1 e Q2) (Tabela 32).

Tabela 32. Teores médios de K^+ ($mg L^{-1}$) em solução do solo coletada a 50 cm na coluna de percolação após a adição de doses de diferentes de vinhaças.

Dose	Trat. Microbiológico		Vinhaça Trat. Químico		Vinhaça Concentrada		Vinhaça <i>In natura</i>	
1	5,51	a	5,00	b	5,46	a	5,06	a
2	15,84	a	8,41	a	11,78	a	6,30	a

Dose 1 se refere à dose calculada pela norma CETESB P4.231. Dose 2 se refere à dose calculada pela norma multiplicada por dois. Cada coluna é referente a uma anova. As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas.



T - Testemunha; V - vinhaça *in natura*; Q - vinhaça *in natura* submetida a tratamento químico; B - vinhaça *in natura* submetida a tratamento biológico; C - vinhaça concentrada; 1 = dose calculada pela norma P4.231; 2 = dose calculada pela norma P4.231 multiplicada por 2.

Figura 59. Médias de teores de K^+ na solução do solo coletada a 50 cm de profundidade da coluna de percolação, após a aplicação de diferentes tipos de vinhaça, durante as 20 semanas de monitoramento.

Os resultados médios de K^+ em solução do solo na camada até 50 cm das colunas que receberam as vinhaças V1 e V2, Q1 e Q2 e C1 e C2 foram influenciados pelo tempo (Tabelas XL, XLII e XLI – APÊNDICE). Os tratamentos B1 e B2, além de não terem apresentado significância estatística com respeito às doses, também não promoveram diferenças nos teores de K^+ em solução do solo ao longo do tempo (Tabela XLIII – APÊNDICE).

Após a aplicação da vinhaça *in natura* na dose calculada (V1), houve diminuição significativa dos teores de K^+ a partir dos 30 dias, permanecendo praticamente sem alteração até o final do experimento. Quando foi aplicado o dobro da dose calculada (V2), os teores de K^+ caíram significativamente somente a partir dos 75 dias (Tabela XL – APÊNDICE e Figura 60). Não houve modificações significativas nos teores de K^+ em solução do solo ao longo do tempo com a aplicação das doses calculada (C1) e dobrada (C2) de vinhaça concentrada (Tabela XLI – APÊNDICE e Figura 61).

Os teores de K^+ em solução do solo, após a aplicação da vinhaça *in natura* tratada quimicamente e na dose calculada (Q1), mantiveram-se estatisticamente iguais ao longo de todo o experimento. Com a aplicação do dobro da dose (Q2), os teores de K^+ diminuíram sensivelmente após os 90 dias (Tabela XLII – APÊNDICE e Figura 62). A vinhaça *in natura* submetida a tratamento biológico não promoveu alteração nos teores de K^+ em solução do solo ao longo do tempo quando aplicada na dose calculada (B1). Houve um pico significativo de teores mais elevados de K^+ em solução do solo no período entre 45 e 105 após a aplicação da dose dobrada (B2) (Tabela XLIII – APÊNDICE e Figura 63).

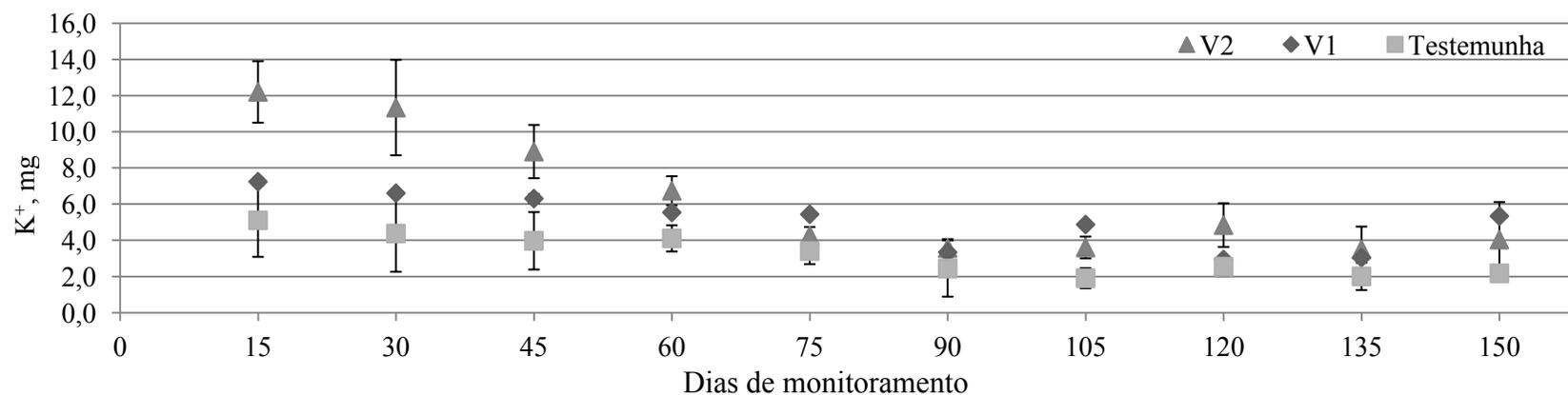


Figura 60. Teores médios de K^+ em solução do solo coletada a 50 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça in natura. V1 – dose calculada conforme a norma P4.231; V2 = dose calculada x 2.

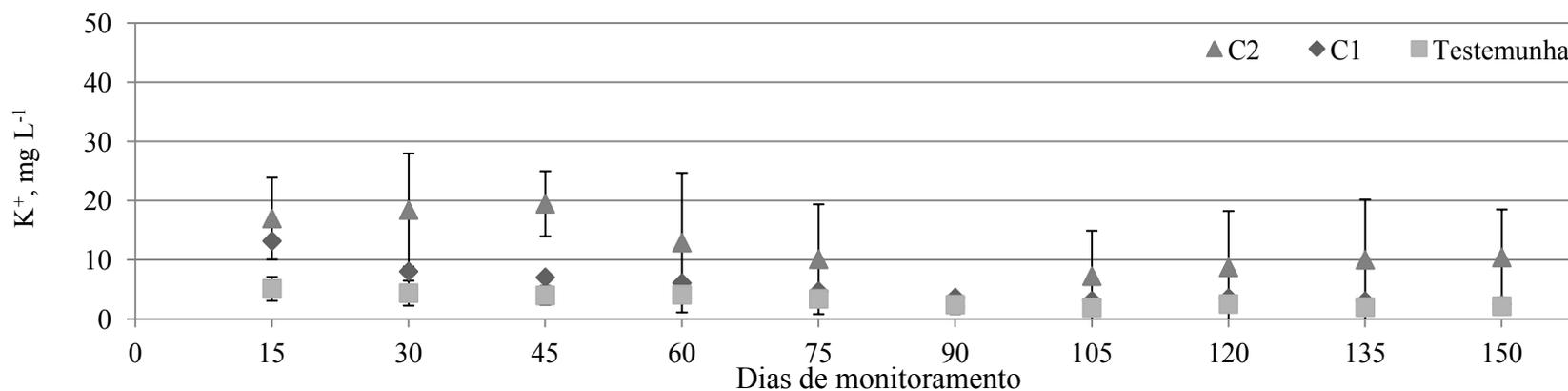


Figura 61. Teores médios de K^+ em solução do solo coletada a 50 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça concentrada. C1 – dose calculada conforme a norma P4.231; C2 - dose calculada x 2.

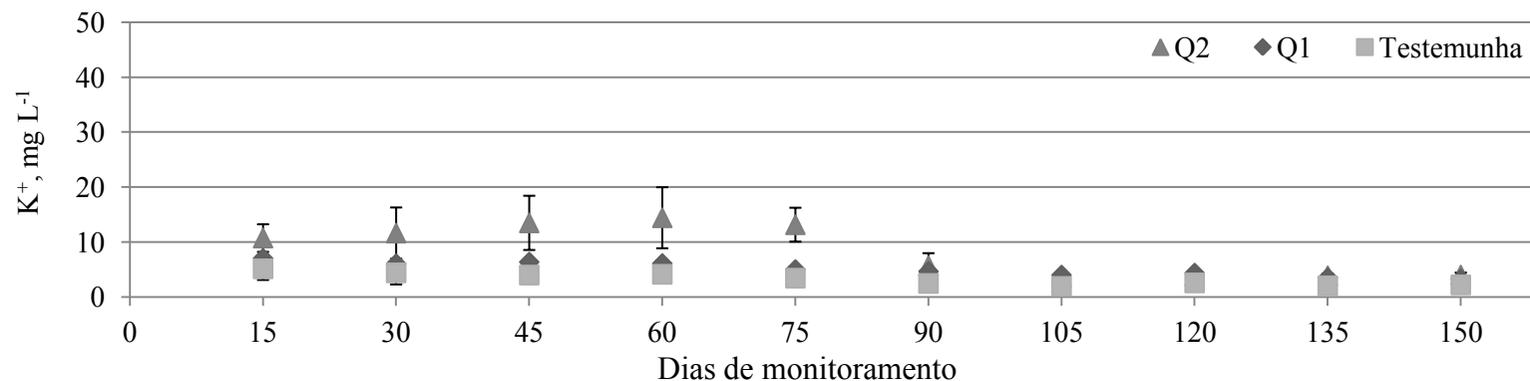


Figura 62. Teores médios de K^+ em solução do solo coletada a 50 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça in natura submetida a tratamento químico. Q1 – dose calculada conforme a norma P4.231; Q2 - dose calculada x 2.

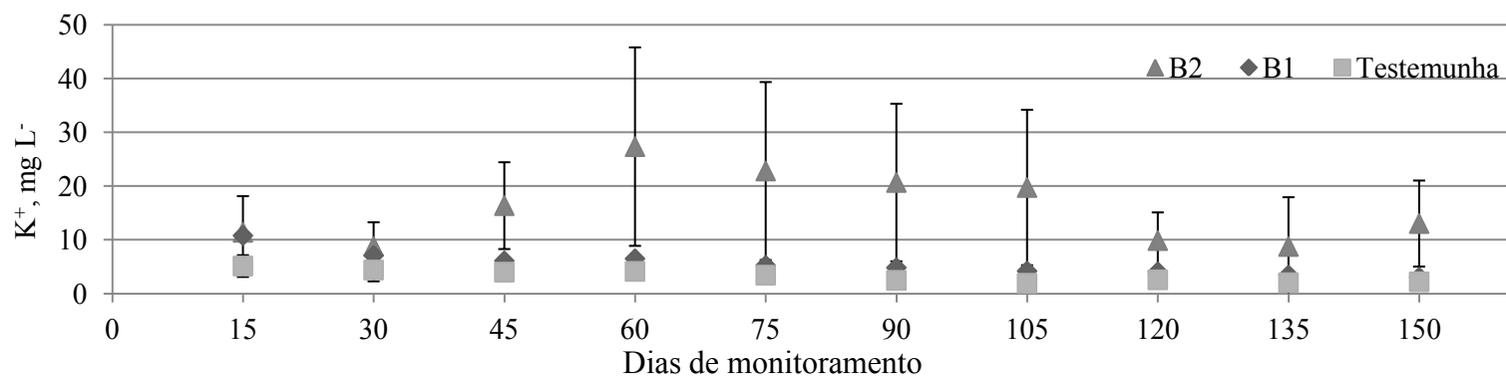


Figura 63. Teores médios de K^+ em solução do solo coletada a 50 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça in natura submetida a tratamento biológico. B1 – dose calculada conforme a norma P4.231; B2 - dose calculada x 2.

1.1.2.2. Solução do solo coletada a 100 cm

Diferentemente do que foi observado nas soluções coletadas pelo extrator superior a 50 cm, as diferenças significativas dos teores K^+ a 100 cm ocorreram apenas em função do tempo (T), não sendo dependentes dos tipos de vinhaça (V) e da interação V x T (Tabela XLIV- APÊNDICE).

Provavelmente, o K^+ em solução do solo não lixiviou pela coluna de solo até a profundidade de 100 cm por ter ficado retido na camada acima do extrator inferior. Cunha et al. (1981), estudando a utilização de vinhaça como fertilizante da cultura de cana-de-açúcar cultivada em Latossolo, observaram que o K^+ ficou retido até 50 cm de profundidade, sendo que sua lixiviação foi pequena. É esperado problemas com lixiviação de K^+ em áreas que receberam doses elevadas de vinhaça, por vários anos consecutivos, ou nas áreas de reservatório e de escoamento de vinhaça sem revestimento, ou seja, situações frequentes antes da norma P4.231 da CETESB (2006). Gonzalo et al. (2005) estudaram áreas de LATOSSOLO VERMELHO Eutrófico intensamente cultivadas com cana-de-açúcar e fertirrigadas com vinhaça por dez anos consecutivos. Amostras de solo sob canais de escoamento de vinhaça não revestidos também foram avaliadas, devido à alta suscetibilidade de contaminação por percolação.

O somatório dos teores de K^+ na camada de 0-100 cm das áreas fertirrigadas com vinhaça variou de 320 a 1.966 $kg\ ha^{-1}$ de K^+ , sendo de 2 a 19 vezes superiores aos teores observados nas áreas sem vinhaça, confirmando o potencial de aporte de K^+ . Os resultados do segundo período de amostragem, feito após nove meses, mostraram que houve intensa lixiviação de K^+ , em virtude da diminuição de seus teores na camada de 0-60 cm. Da quantidade média de vinhaça aplicada, cerca de 1054 $kg\ ha^{-1}$ de K^+ foram lixiviados da camada até 1,0 m de profundidade, o suficiente para adubação de sete ciclos da cultura de cana-de-açúcar. Sob o canal de vinhaça, obteve-se um somatório de 8.160 $kg\ ha^{-1}$ de K^+ na camada 0-1,0 m de profundidade, na primeira avaliação. Somente na camada 0,8-1,0 m, os teores de K^+ alcançaram 2.185 $kg\ ha^{-1}$, indicando a intensa lixiviação de K e a necessidade de revestimento dos canais. Após nove meses, os teores de K^+ na camada 0-1,0 m passaram de 8.160 para 3.818 $kg\ ha^{-1}$, apontando movimentação de 53% do K^+ para fora zona de influência das raízes, em direção às águas subterrâneas. Ressalte-se que o LVe empregado neste experimento não havia recebido vinhaça anteriormente.

Enquanto os teores de K^+ na solução do solo coletada a 50 cm variaram de $1,90 \text{ mg L}^{-1}$ (T a 105 dias) a $27,30 \text{ mg L}^{-1}$ (B2 a 60 dias) (Figura 59), a 100 cm estiveram entre $0,73 \text{ mg L}^{-1}$ (T e V1 a 150 dias) a $3,77 \text{ mg L}^{-1}$ (Q2 a 75 dias) (Figura 65). Não foi realizada a análise mais detalhada do efeito dos tipos e das doses de vinhaça (Tabela XLIV – APÊNDICE), já que não ocorreu diferença significativa entre os tipos e doses de vinhaça aplicados para K^+ nesta profundidade de coleta de solução do solo. Portanto, pode-se observar que os teores de K^+ na solução do solo coletada a 100 cm não dependeram da quantidade de efluente aplicado, já que não houve diferença significativa entre V1 e V2, Q1 e Q2, B1 e B2 e C1 e C2 considerando as 20 semanas de monitoramento do experimento (Tabela XXXIV – APÊNDICE). As figuras 64, 65, 66, 67 e 68 mostram as variações de K^+ na solução do solo coletada a 100 cm após adição de V1 e V2, Q1 e Q2, B1 e B2 e C1 e C2, respectivamente.

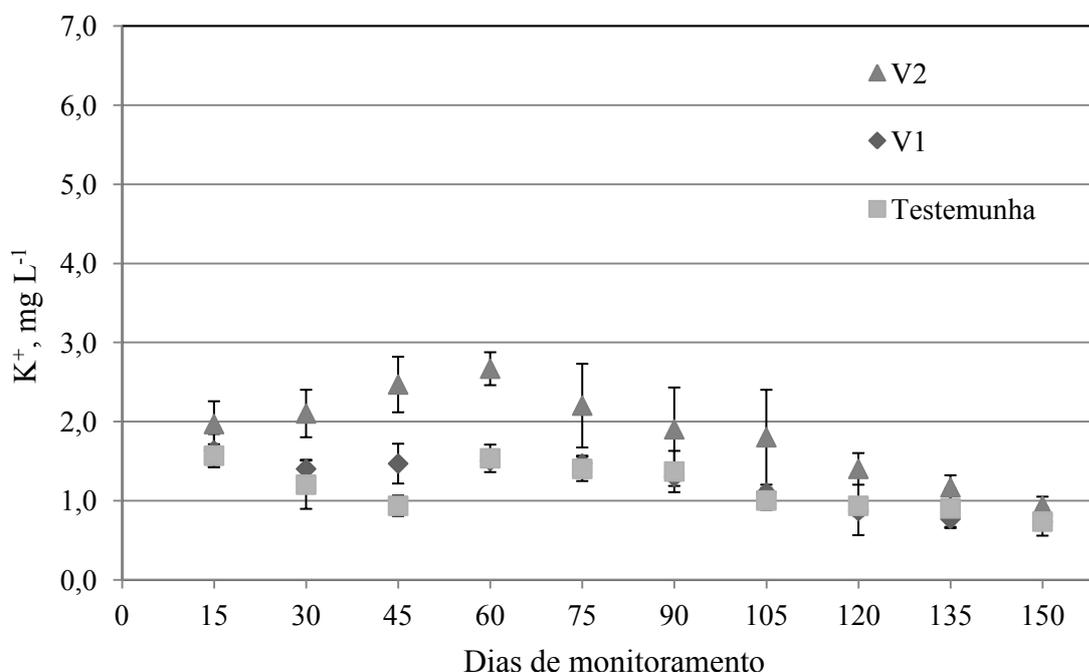
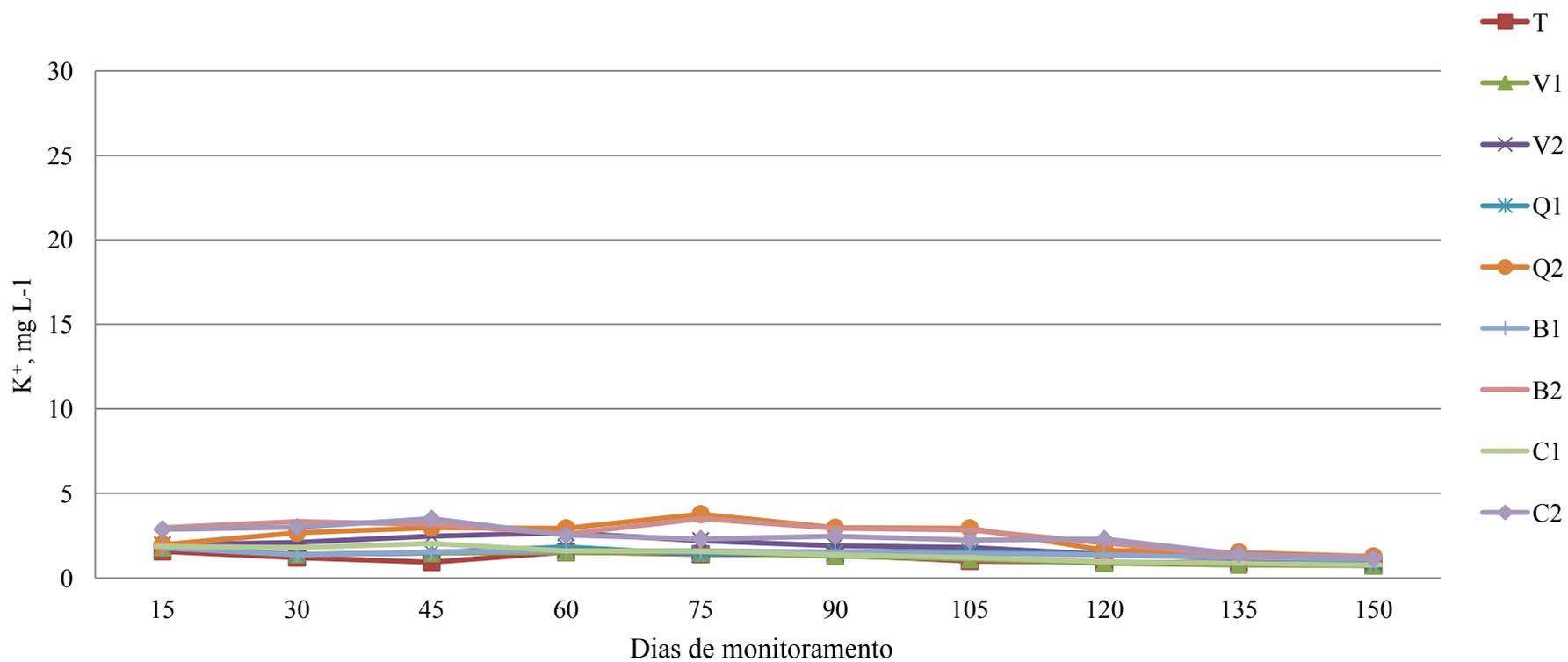


Figura 64. Teores médios de K^+ em solução do solo coletada a 100 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça in natura. V1 – dose calculada conforme a norma P4.231; V2 = dose calculada x 2.



T - Testemunha; V - vinhaça *in natura*; Q - vinhaça *in natura* submetida a tratamento químico; B - vinhaça *in natura* submetida a tratamento biológico; C - vinhaça concentrada; 1 = dose calculada pela norma P4.231; 2 = dose calculada pela norma P4.231 multiplicada por 2.

Figura 65. Médias de teores de K^+ na solução do solo coletada a 100 cm de profundidade da coluna de percolação, após a aplicação de diferentes tipos de vinhaça, durante as 20 semanas de monitoramento.

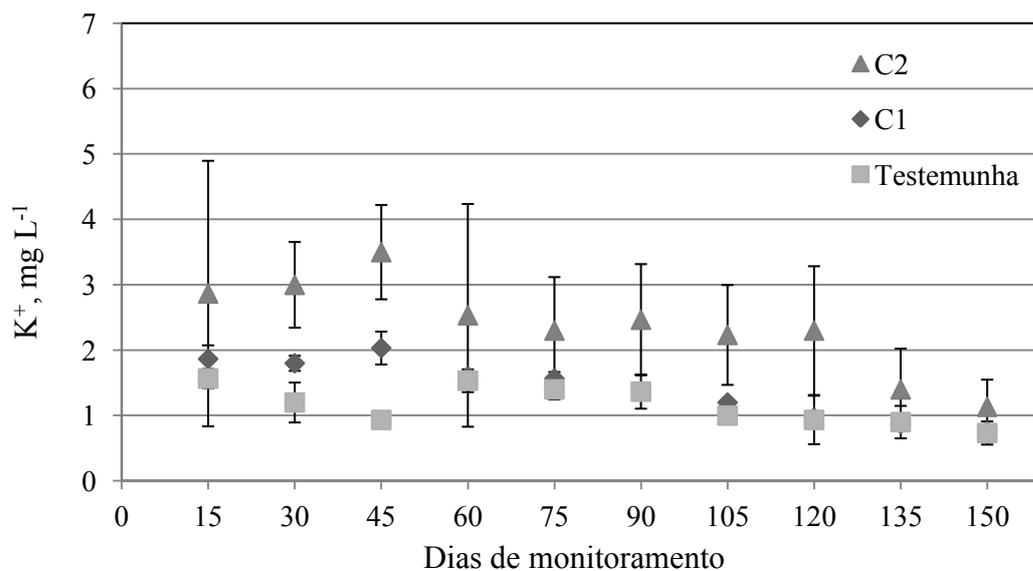


Figura 66. Teores médios de K^+ em solução do solo coletada a 100 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça concentrada. C1 – dose calculada conforme a norma P4.231; C2 - dose calculada x 2.

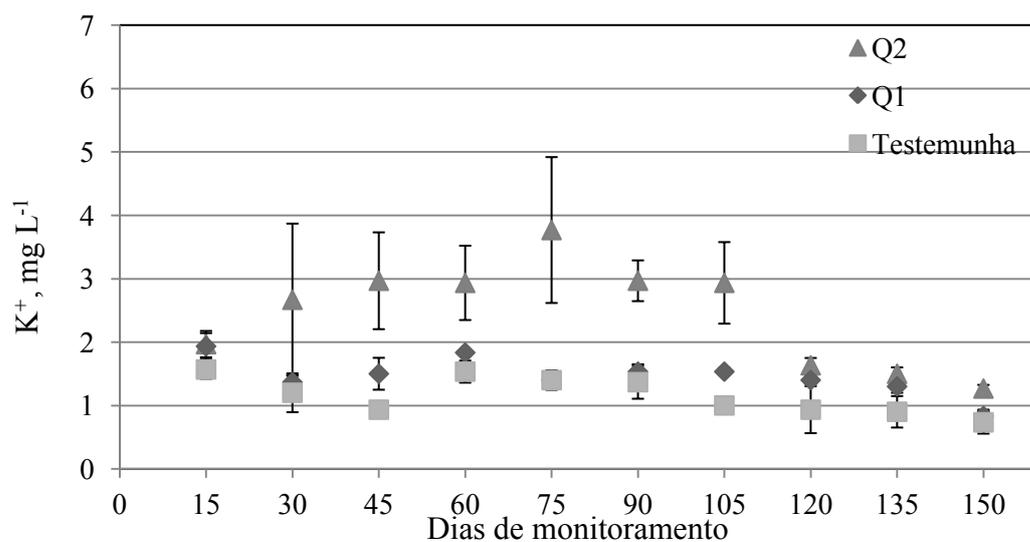


Figura 67. Teores médios de K^+ em solução do solo coletada a 100 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça in natura submetida a tratamento químico. Q1 – dose calculada conforme a norma P4.231; Q2 - dose calculada x 2.

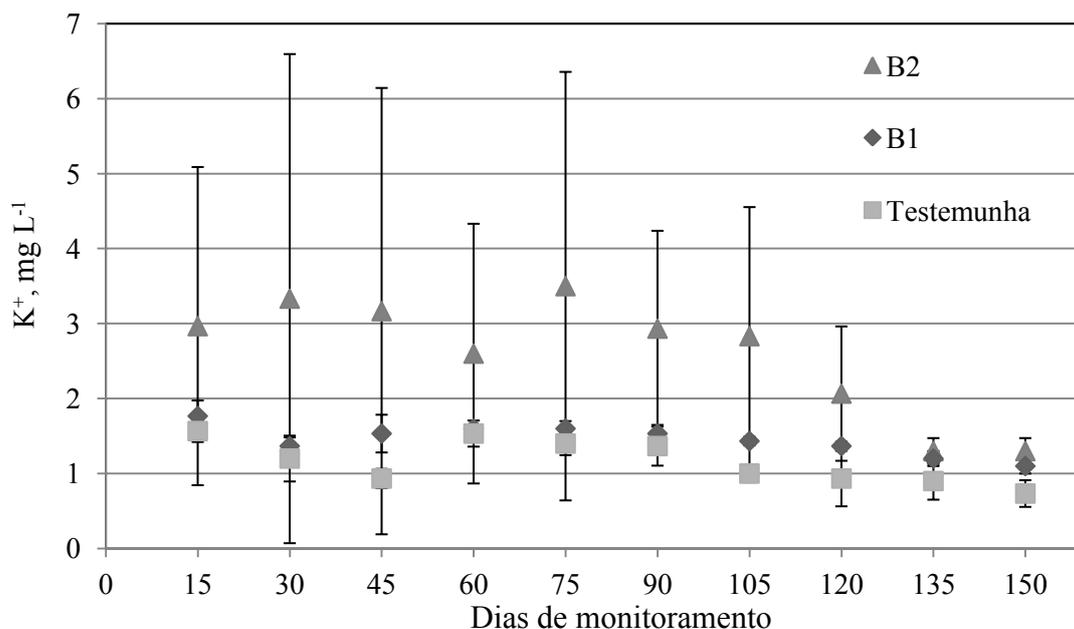


Figura 68. Teores médios de K^+ em solução do solo coletada a 100 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça in natura submetida a tratamento biológico. B1 – dose calculada conforme a norma P4.231; B2 - dose calculada x 2.

1.1.2.3. Solução lixiviada (150 cm)

Apesar da ausência de significância estatística dos tipos de vinhaça (V) e da interação V x T sobre os teores de K^+ na solução do solo coletada a 100 cm (Tabela XVIV-APÊNDICE), houve influência significativa dos tratamentos com vinhaça (V), do tempo de monitoramento (T) e da interação V x T sobre os teores de K^+ na solução do solo coletada a 150 cm (Tabela XLV – APÊNDICE).

A Figura 69 mostra a evolução do comportamento do K^+ em solução do solo a 150 cm, durante 20 semanas, após a aplicação dos diferentes tipos de vinhaça, em duas dosagens. Os teores de K^+ em solução do solo variaram de $0,47 \text{ mg L}^{-1}$ (T na 10ª semana) a $3,67 \text{ mg L}^{-1}$ (C2 na 6ª semana). Aumentos significativos de K^+ em solução do solo foram observados a partir da 5ª semana e se estenderam até a 7ª semana. Ao final do período experimental, os maiores teores de K^+ na solução do solo foram detectados nos tratamentos B2, Q2 e C2 (Tabela 33).

Ainda que tivesse ocorrido lixiviação de K^+ da camada superficial, é muito provável que estes íons ficassem retidos nas camadas subjacentes, já que foi determinada CTC_t média de $43 \text{ mmol}_c \text{ dm}^{-3}$ na camada entre 50 e 150 cm (Tabela 4). Buscou-se a verificação da influência dos tipos e das doses de vinhaça sobre os teores

de K^+ em solução do solo coletada a 150 cm, ao longo do período experimental de 20 semanas.

Tabela 33. Variação dos teores de K^+ na solução do solo coletada a 150 cm, incluindo o período do pico e a concentração ao final do experimento.

Tratamento	K^+ em solução do solo ($mg L^{-1}$)		
	1ª semana	Pico	20ª semana
T	1,20a	1,80 (1 ^a)	0,67b
V1	0,90a	1,73 (5 ^a)	0,57b
V2	1,53a	2,07 (6 ^a)	0,77b
Q1	1,37a	1,77 (6 ^a)	0,77b
Q2	1,17a	2,63 (6 ^a)	1,33a
B1	1,37a	1,70 (7 ^a)	0,67b
B2	1,40a	3,07 (7 ^a)	1,77a
C1	1,17a	3,67 (6 ^a)	0,80b
C2	1,03a	3,67 (6 ^a)	0,90a

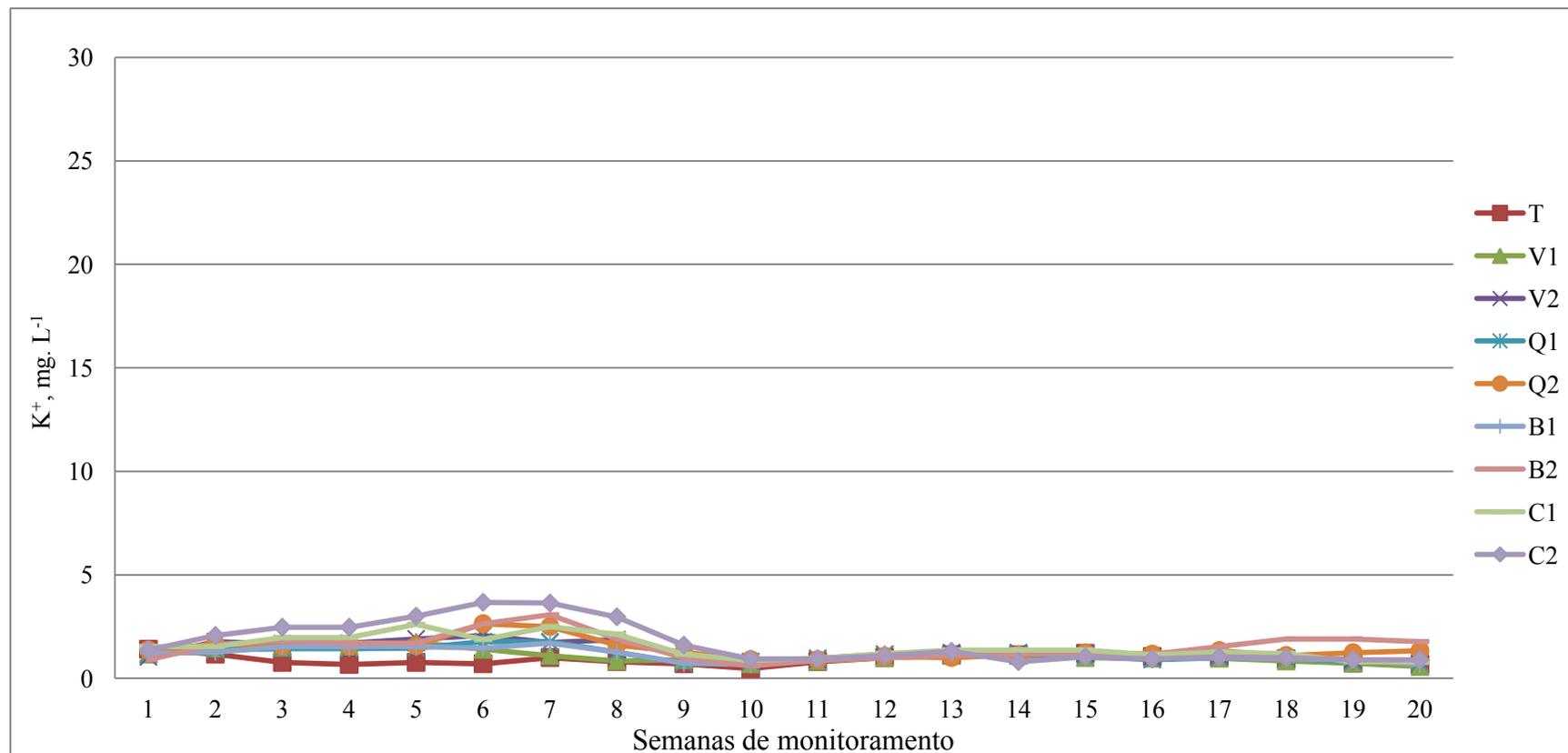
T – Testemunha; V - vinhaça *in natura*; Q - vinhaça *in natura* submetida a tratamento químico; B - vinhaça *in natura* submetida a tratamento biológico; C – vinhaça concentrada; 1 = dose calculada pela norma P4.231; 2 = dose calculada pela norma P4.231 multiplicada por 2; valores entre parêntesis indicam a semana de ocorrência do pico de K^+ em solução do solo; médias seguidas pela mesma letra na coluna não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.

Não ocorreu diferença significativa entre as médias de K^+ na solução do solo após a aplicação de diferentes doses de vinhaça *in natura* (V1 e V2) (Tabela XLVI– APÊNDICE) e de vinhaça concentrada (C1 e C2) (Tabela XLVII – APÊNDICE). Por outro lado, os tratamentos Q1 e Q2 (Tabela XLVIII– APÊNDICE) e B1 e B2 (Tabela XLIX – APÊNDICE) influenciaram os teores de K^+ em solução do solo, ao longo do tempo. As médias dos teores de K^+ em solução do solo resultantes de dez medidas quinzenais ao longo de cinco meses, confirmaram haver diferenças significativas entre as doses calculada e dobrada da vinhaça *in natura* submetida ao tratamento químico (Q1 e Q2) e da vinhaça *in natura* submetida ao tratamento biológico (B1 e B2) (Tabela 34).

Tabela 34. Teores médios de K^+ ($mg L^{-1}$) em solução do solo coletada a 150 cm na coluna de percolação após a adição de doses de diferentes de vinhaças.

Dose	Vinhaça <i>in natura</i>			Vinhaça concentrada
	Com tratamento microbiológico	Com tratamento químico	Sem tratamento	
1*	1,15 b	1,16 b	1,08 a	1,57 a
2**	1,54 a	1,44 a	1,29 a	1,71 a

*Calculada conforme a norma P4.231; **Calculada x 2. As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas. Cada coluna é referente a uma Anova.



T - Testemunha; V - vinhaça *in natura*; Q - vinhaça *in natura* submetida a tratamento químico; B - vinhaça *in natura* submetida a tratamento biológico; C - vinhaça concentrada; 1 = dose calculada pela norma P4.231; 2 = dose calculada pela norma P4.231 multiplicada por 2.

Figura 69. Médias de teores de K^+ na solução do solo coletada a 150 cm de profundidade da coluna de percolação, após a aplicação de diferentes tipos de vinhaça, durante as 20 semanas de monitoramento.

Isso pode ter sido causado pelo tratamento de ajuste de pH das vinhaças Q e B, pela adição de NaOH 12 mol L⁻¹. A maior concentração de Na⁺ adicionado ao solo pode ter provocado a competição com o K⁺ pelos sítios de adsorção, mantendo maiores teores de K⁺ em solução do solo (Silva et al., 2012). Os resultados médios de K⁺ em solução do solo na camada até 150 cm das colunas que receberam as vinhaças V1, Q2, B2, C1 e C2 foram influenciados pelo tempo (Tabelas L, LI, LII e LII - APÊNDICE). Os tratamentos V2, Q1 e B1 não promoveram diferenças nos teores de K⁺ em solução do solo ao longo do tempo (Tabelas L, LII e LII – APÊNDICE).

Observou-se teores significativamente maiores de K⁺ em solução do solo até a 5^a semana após a aplicação da vinhaça *in natura* na dose calculada (V1), com decréscimo até o final do período experimental. Os teores de K⁺ em solução do solo, após a aplicação da vinhaça *in natura* na dose dobrada (V2), mantiveram-se estatisticamente iguais ao longo de todo o experimento (Tabela L – APÊNDICE e Figura 70), assim como ocorreu para o tratamento Q1. Porém, após adição da dose dobrada de vinhaça *in natura* quimicamente tratada (Q2), ocorreu aumento dos teores de K⁺ em solução do solo até a 6^a semana, com decréscimo até a 20^a semana (Tabela LII– APÊNDICE e Figura 71).

A vinhaça concentrada, independentemente da dose aplicada, promoveu as maiores variações nos teores de K⁺ em solução do solo ao longo do tempo. No tratamento C1, os teores de K⁺ em solução do solo foram significativamente menores até a 4^a semana, tornaram-se significativamente maiores no período entre a 5^a e a 7^a semanas e decresceram até o final do experimento. Com a adição de C2, os teores de K⁺ em solução do solo aumentaram até a 8^a semana, decrescendo até a 20^a semana (Tabela LI – APÊNDICE e Figura 72).

A vinhaça *in natura* submetida a tratamento biológico não promoveu alteração nos teores de K⁺ em solução do solo ao longo do tempo quando aplicada na dose calculada (B1). Houve aumento significativo de teores mais elevados de K⁺ em solução do solo até a 7^a semana após a aplicação da dose dobrada (B2) (Tabela LIII – APÊNDICE e Figura 73).

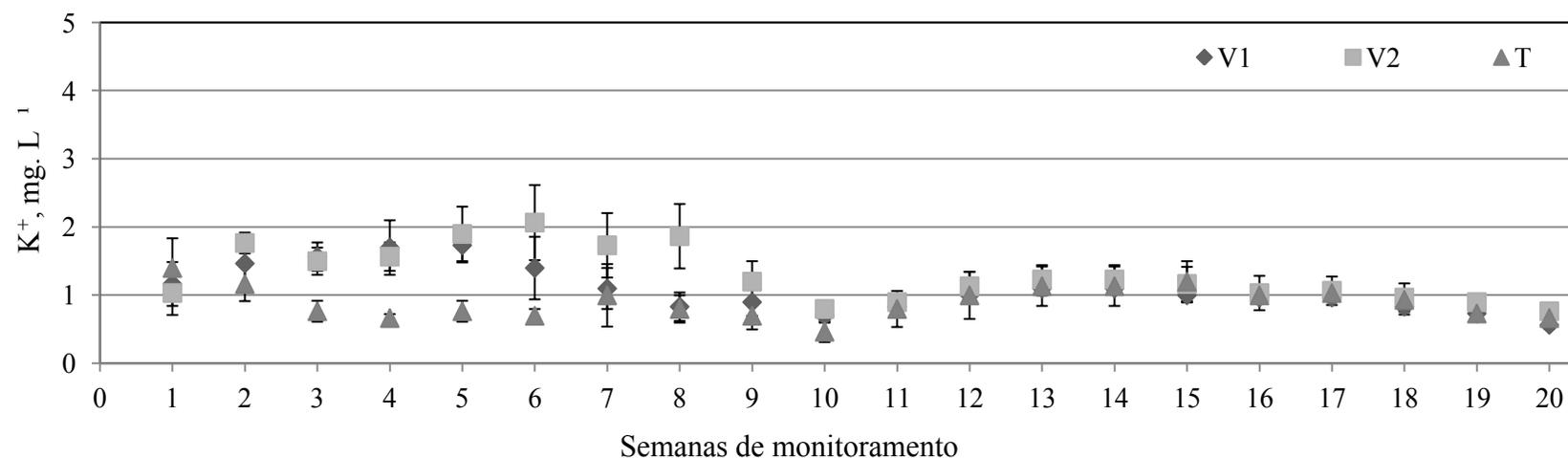


Figura 70. Teores médios de K^+ em solução do solo coletada a 150 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça in natura. V1 – dose calculada conforme a norma P4.231; V2 = dose calculada x 2.

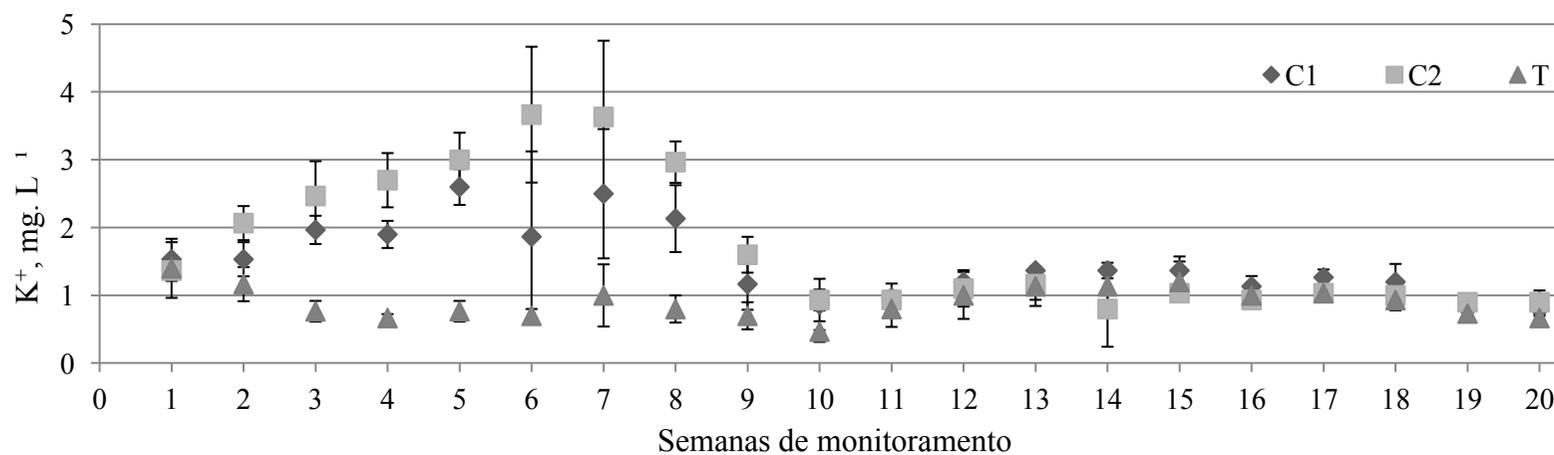


Figura 71. Teores médios de K^+ em solução do solo coletada a 150 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça concentrada. C1 – dose calculada conforme a norma P4.231; C2 - dose calculada x 2.

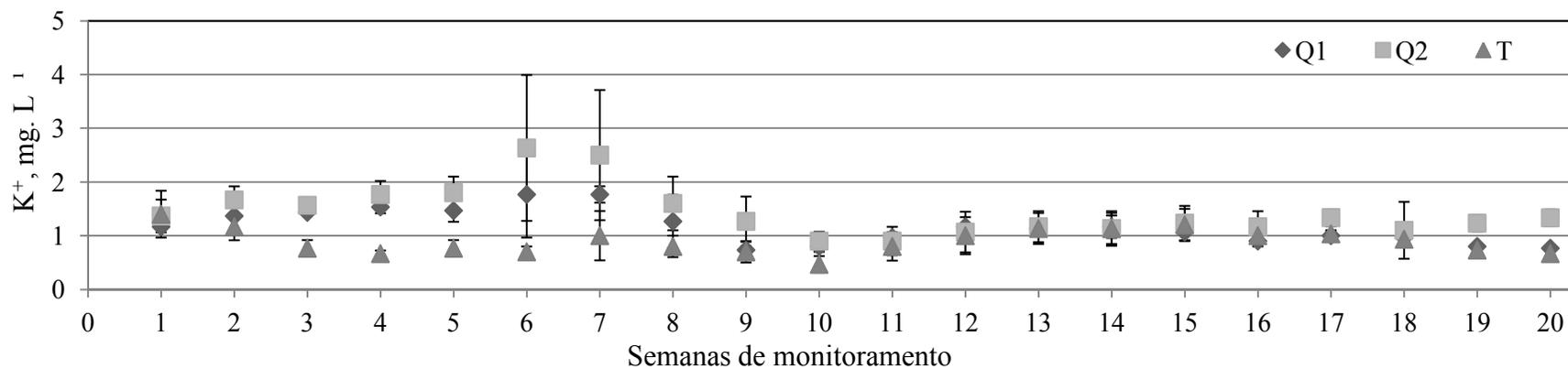


Figura 72. Teores médios de K^+ em solução do solo coletada a 150 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça in natura submetida a tratamento químico. Q1 – dose calculada conforme a norma P4.231; Q2 - dose calculada x 2.

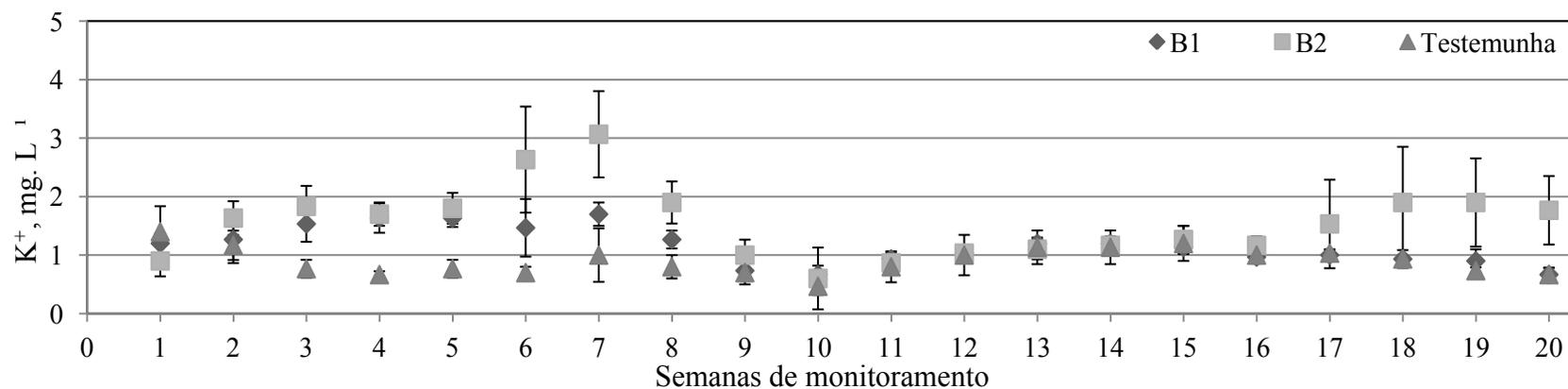


Figura 73. Teores médios de K^+ em solução do solo coletada a 150 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça in natura submetida a tratamento biológico. B1 – dose calculada conforme a norma P4.231; B2 - dose calculada x 2.

5.4. Condutividade elétrica e umidade volumétrica do solo

5.4.1. Umidade do solo

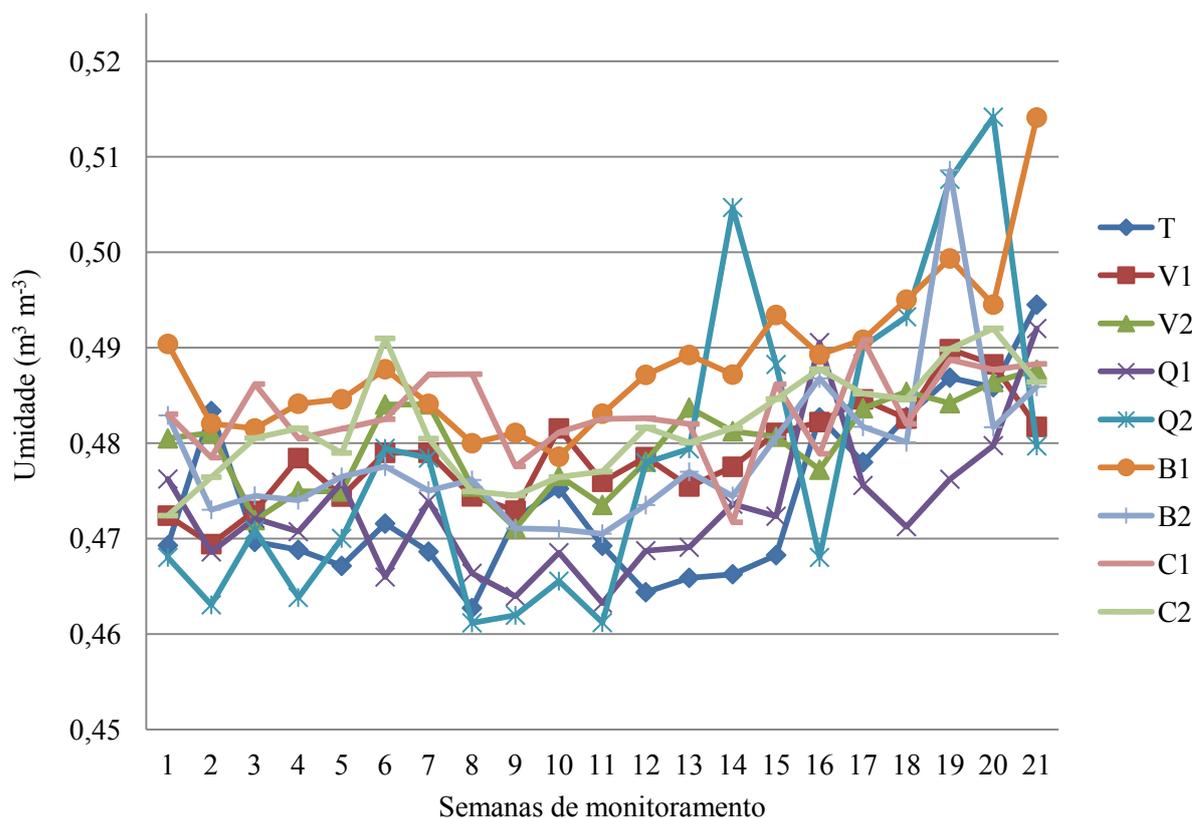
A análise de variância mostrou não haver diferenças significativas da variável umidade volumétrica atribuídas aos tratamentos de vinhaça (V) e à interação V x T, mas indicou efeito altamente significativo ($p < 0,01$) do fator tempo de monitoramento (T) (Tabela 35). Esses resultados eram esperados devido ao fato de que as colunas receberam a mesma quantidade de água destilada durante o experimento, já que a simulação da pluviosidade foi igual para todos os tratamentos.

Tabela 35. Quadro de análise de variância da variável umidade volumétrica ($m^3 m^{-3}$) das colunas de percolação, medida por sondas de TDR, em função dos fatores tipo de vinhaça, tempo de monitoramento e de sua interação.

Causas de Variação	GL	SQ	QM	F	
Tratamentos de vinhaça (V)	8	0,01139	0,00142	0,3159	ns
Resíduo-a	18	0,08112	0,00451		
Parcelas	26	0,09251			
Tempos (10 semanas) (T)	20	0,01793	0,0009	8,4286	**
Interação V x T	160	0,01855	0,00012	1,0903	ns
Resíduo-b	360	0,03828	0,00011		
Total	566	0,16727			

Pelo teste F, **significativo ao nível de 1% de probabilidade ($p < 0,01$), *significativo ao nível de 5% de probabilidade ($0,01 \leq p < 0,05$) e ^{ns}não significativo ($p \geq 0,05$).

Os valores de umidade volumétrica do solo das colunas de percolação variaram entre 0,46 e 0,52 $m^3 m^{-3}$ (Figura 74) ao longo das 21 semanas de monitoramento. Valores significativamente maiores de umidade foram observados a partir da 16ª semana (Tabela LIV - APÊNDICE), como resultado do provável efeito acumulativo da intensa e frequente aplicação de água que simulou os meses mais chuvosos da região de Araras-SP (de outubro a fevereiro). As medidas de umidade volumétrica foram elevadas porque as sondas de TDR foram instaladas na camada mais profunda de solo (120 cm). Os resultados (Figura 74) foram semelhantes aos encontrados por Bacalhau et al. (2012), onde os primeiros resultados de umidade volumétrica, na condição do solo saturado ficaram próximos a 0,50 $m^3 m^{-3}$, o que indica que na profundidade onde foi instalada a sonda de TDR o solo esteve sempre saturado ou próximo do estágio de saturação.



T - Testemunha; V - vinhaça *in natura*; Q - vinhaça *in natura* submetida a tratamento químico; B - vinhaça *in natura* submetida a tratamento biológico; C - vinhaça concentrada; 1 = dose calculada pela norma P4.231; 2 = dose calculada pela norma P4.231 multiplicada por 2.

Figura 74. Variação da umidade volumétrica ($\text{m}^3 \text{m}^{-3}$) do solo das colunas de percolação, medida por sonda de TDR a 120 cm, durante 21 semanas de monitoramento.

5.4.2. Condutividade elétrica do solo (CEs)

O resumo da análise de variância dos valores de condutividade elétrica do solo (CEs) na coluna de percolação, em função dos tipos de vinhaça (V), do tempo de monitoramento (T) e da interação V x T, está na Tabela 36. Houve efeito altamente significativo ($p < 0,01$) de cada fator isolado (V e T) e da interação dupla V x T. O valor de $F_{\text{calculado}}$ foi bastante elevado para o fator tempo, o que indicou grandes variações de CEs ao longo das 21 semanas de monitoramento (Tabela 36).

Tabela 36. Quadro de análise de variância da variável condutividade elétrica do solo (CEs) das colunas de percolação, medida por sondas de TDR a 120 cm, em função dos fatores tipo de vinhaça, tempo de monitoramento e de sua interação.

Causas de Variação	GL	SQ	QM	F	
Tratamentos de vinhaça (V)	8	0,01357	0,0017	5,967	**
Resíduo-a	18	0,00512	0,00028		
Parcelas	26	0,01869			
Tempos (10 semanas) (T)	20	0,08207	0,0041	248,9385	**
Interação V x T	160	0,00724	0,00005	2,7438	**
Resíduo-b	360	0,00593	0,00002		
Total	566	0,11393			

Pelo teste F, **significativo ao nível de 1% de probabilidade ($p < 0,01$), *significativo ao nível de 5% de probabilidade ($0,01 \leq p < 0,05$) e ^{ns}não significativo ($p \geq 0,05$)

Com relação aos tipos e doses de vinhaça, considerando todos os períodos de tempo de monitoramento, observou-se que o tratamento testemunha teve a menor média de CEs. Os tratamentos Q1 e V1 foram iguais estatisticamente. A maior média foi identificada no tratamento Q2, cujo valor é bem próximo aos valores médios de B2 e C2, indicando que as doses dobradas de vinhaças aplicadas no solo podem ter causado aumento da CEs, mesmo em profundidade (Tabela 37).

Tabela 37. Variação da condutividade elétrica do solo (CEs), medida por sonda de TDR a 120 cm, em função dos diferentes tratamentos com vinhaça.

Tratamentos	CEs ($S m^{-1}$)	
T	0,0266	c
V1	0,0313	bc
V2	0,0352	abc
Q1	0,0302	bc
Q2	0,0422	a
B1	0,0357	abc
B2	0,0405	ab
C1	0,0352	abc
C2	0,0402	ab

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas

Com relação ao tempo de monitoramento, considerando todos os tratamentos, constatou-se aumento da CEs até a 15^a semana. A partir da 16^a semana, a CEs diminuiu até o final do período experimental (Tabela 38). Provavelmente, a retenção dos íons Ca^{2+} , Mg^{2+} , K^+ e Na^+ pela CTC_t do solo tenha impedido ou retardado a lixiviação intensa destes íons até a

profundidade da sonda TDR, a ponto de causar alterações na CE nas primeiras semanas de monitoramento.

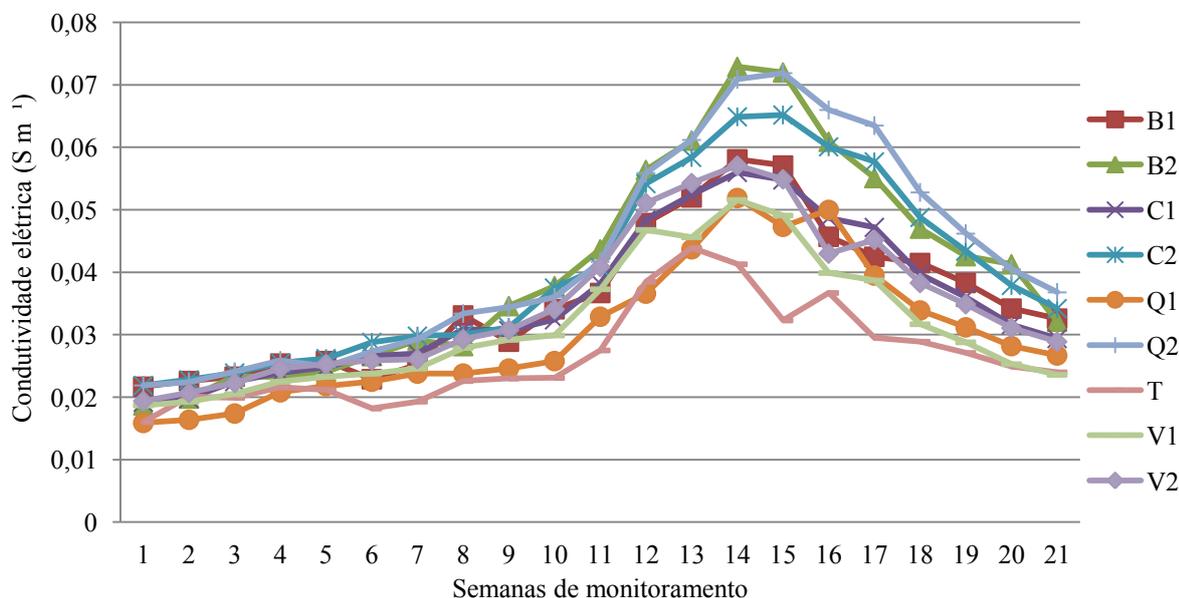
Tabela 38. Variação da condutividade elétrica do solo (CEs), medida por sonda de TDR a 120 cm, em função dos diferentes períodos de monitoramento.

Tempos (Semanas de monitoramento)	CEs (S m⁻¹)	
1	0,0193	n
2	0,0204	mn
3	0,0219	lmn
4	0,0237	jlm
5	0,0242	jlm
6	0,0247	jl
7	0,0260	ij
8	0,0288	hi
9	0,0297	ghi
10	0,0323	gh
11	0,0378	e
12	0,0484	d
13	0,0525	bc
14	0,0583	a
15	0,0561	ab
16	0,0501	cd
17	0,0466	d
18	0,0403	e
19	0,0365	ef
20	0,0328	fg
21	0,0298	ghi

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas.

A CE das colunas que receberam os tratamentos B2, C2 e Q2 ultrapassou 0,06 S m⁻¹ entre as 14^a e 15^a semanas (Figura 75). Havia expectativa de aumentos da CE após a aplicação de doses de vinhaça maiores do que a calculada, pois o aporte de íons K⁺, Mg²⁺, Ca²⁺ e Na⁺ foi maior. É esperado que os altos teores de K⁺ e o aporte potencial de Na⁺ pela vinhaça possam aumentar a condutividade elétrica e resultar em problemas de salinização do solo (BRITO et al., 2007; BEBÉ et al., 2009b). Estudos com vinhaça concentrada indicaram que existiu correlação significativa entre os teores de Na⁺ e a CE (RICHARDS, 1984; SILVA, 2012). Brito et al. (2007) também encontraram valores mais elevados de CE no lixiviado proveniente de colunas preenchidas com Argissolo e com Espodossolo em que foram adicionadas a maior dosagem de vinhaça (700 m³ ha⁻¹). As quantidades de vinhaça

aplicada devem ser definidas de acordo com as características de cada solo, de forma a não proporcionar o desbalanceamento de elementos minerais ou promover a lixiviação de íons e, conseqüentemente, o aumento da CEs (SILVA et al., 2006; SILVA et al., 2012). Todas as médias estão descritas na Tabela LV – APÊNDICE.



T - Testemunha; V - vinhaça *in natura*; Q - vinhaça *in natura* submetida a tratamento químico; B - vinhaça *in natura* submetida a tratamento biológico; C - vinhaça concentrada; 1 = dose calculada pela norma P4.231; 2 = dose calculada pela norma P4.231 multiplicada por 2.

Figura 75. Variação da condutividade elétrica do solo (CEs) das colunas de percolação, medida por sonda de TDR a 120 cm, durante 21 semanas de monitoramento.

5.4.2.1. Doses de vinhaça e a condutividade elétrica do solo (CEs)

A análise detalhada do efeito dos tipos e das doses de vinhaça permitiu constatar que a CEs foi influenciada somente pela quantidade de vinhaças *in natura* quimicamente (Q1 e Q2) (Tabela LIX – APÊNDICE) e biologicamente tratadas (B1 e B2) (Tabela LVII – Anexo), considerando as 21 semanas de monitoramento do experimento. As doses diferenciadas de vinhaça *in natura* (V1 e V2) e de vinhaça concentrada (C1 e C2) não promoveram diferenças significativas nos valores de CEs (Tabelas LXIV e LVIII – APÊNDICE). As vinhaças *in natura* tratadas química e biologicamente possuem teores adicionais de Na^+ , em razão dos procedimentos para ajuste do pH com solução do solo de NaOH 12 mol L^{-1} . É provável que o aporte suplementar de Na^+ tenha concorrido para resultados diferenciados de CEs.

Independentemente do tipo e da dose da vinhaça, houve variação da CEs ao longo do período experimental de 21 semanas. A CEs das colunas que receberam vinhaça *in natura* não dependeram da dose para exibir valores de CEs significativamente mais elevados ($0,0516 \text{ S m}^{-1}$) entre a 12^a e a 15^a semanas após a aplicação. Ao longo de 21 semanas, a CEs das colunas com vinhaça *in natura* variou de $0,0187 \text{ S m}^{-1}$ a $0,0571 \text{ S m}^{-1}$ (Tabela LX – APÊNDICE e Figura 76).

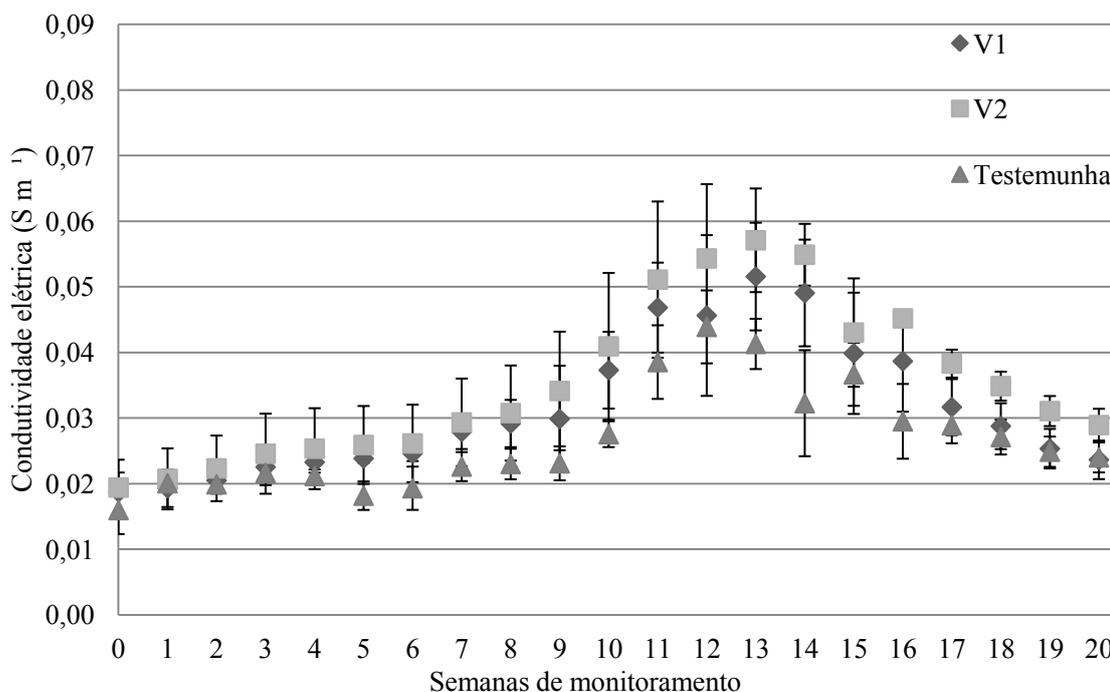


Figura 76. Variação da condutividade elétrica do solo (CEs) das colunas de percolação, medida por sonda de TDR a 120 cm durante 21 semanas de monitoramento, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça *in natura*. V1 – dose calculada conforme a norma P4.231.

A CEs das colunas que receberam vinhaça *in natura* quimicamente tratada variou com a dose aplicada. Para o tratamento Q1, os valores de CEs estiveram entre $0,0159$ e $0,0519 \text{ S m}^{-1}$, com pico aparecendo da 12^a à 17^a semanas. Já para Q2, a variação da CEs foi de $0,0219$ a $0,0719 \text{ S m}^{-1}$, exibindo valores significativamente mais elevados entre a 13^a e a 17^a semanas (Tabela LXIII – anexo e Figura 77).

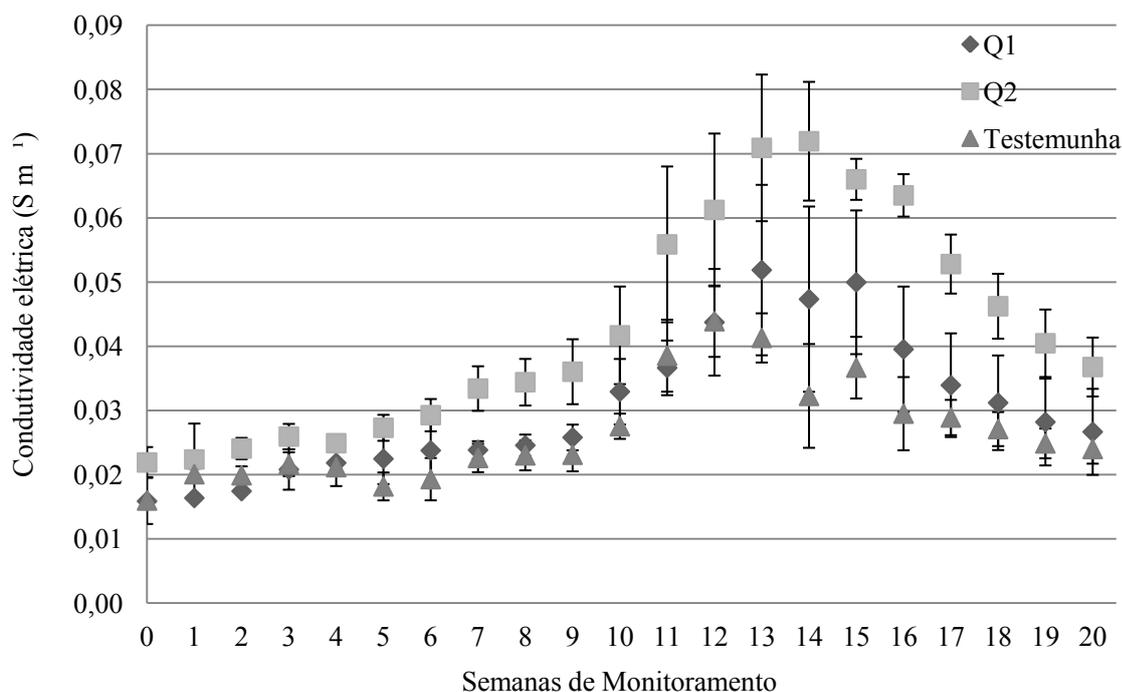


Figura 77. Variação da condutividade elétrica do solo (CEs) das colunas de percolação, medida por sonda de TDR a 120 cm durante 21 semanas de monitoramento, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça *in natura* quimicamente tratada.

A vinhaça *in natura* submetida a tratamento biológico também alterou os valores de CEs conforme a dose aplicada. Valores de CEs entre 0,0217 e 0,0581 S m⁻¹, para B1, e entre 0,0187 e 0,0729 S m⁻¹, para B2. Os valores significativamente mais altos de CEs foram observados entre a 12^a e a 16^a semanas e entre a 13^a e a 16^a semanas, respectivamente para B1 e B2 (Tabela LXI – Anexo e Figura 78).

A CEs das colunas que receberam vinhaça concentrada, assim como foi observado para vinhaça *in natura*, não dependeu da dose para exibir valores de CEs significativamente mais elevados entre a 12^a e a 17^a semanas após a aplicação. Ao longo de 21 semanas, a CEs das colunas com vinhaça concentrada variou de 0,0192 a 0,0652 S m⁻¹ (Tabela LXII – anexo e Figura 79).

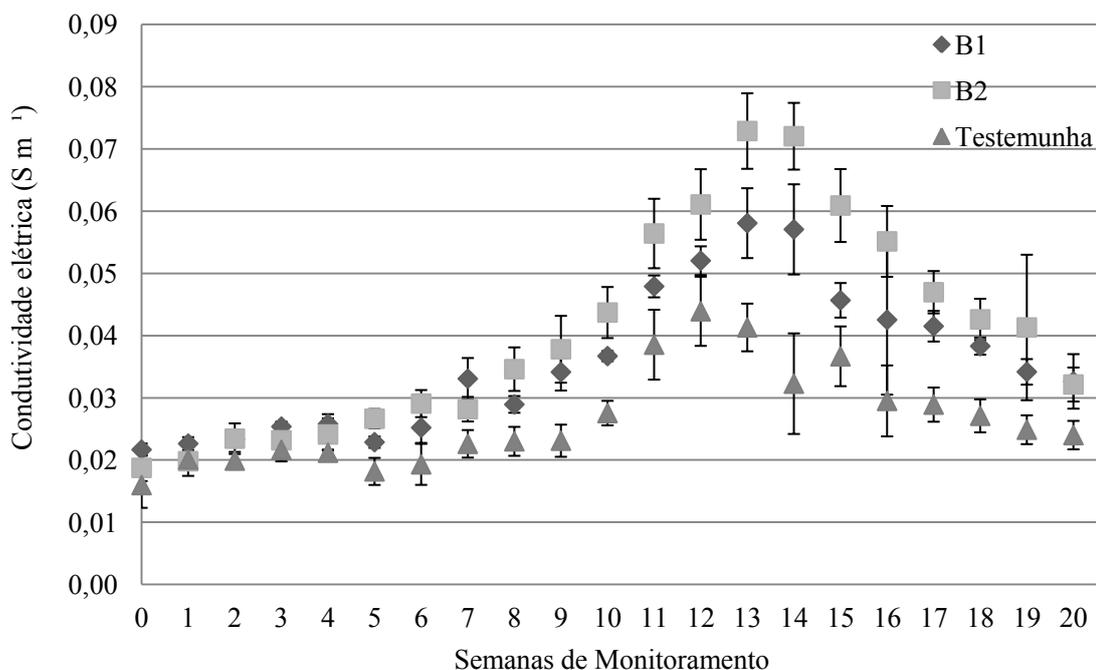


Figura 78. Variação da condutividade elétrica do solo (CEs) das colunas de percolação, medida por sonda de TDR a 120 cm durante 21 semanas de monitoramento, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça in natura biologicamente tratada.

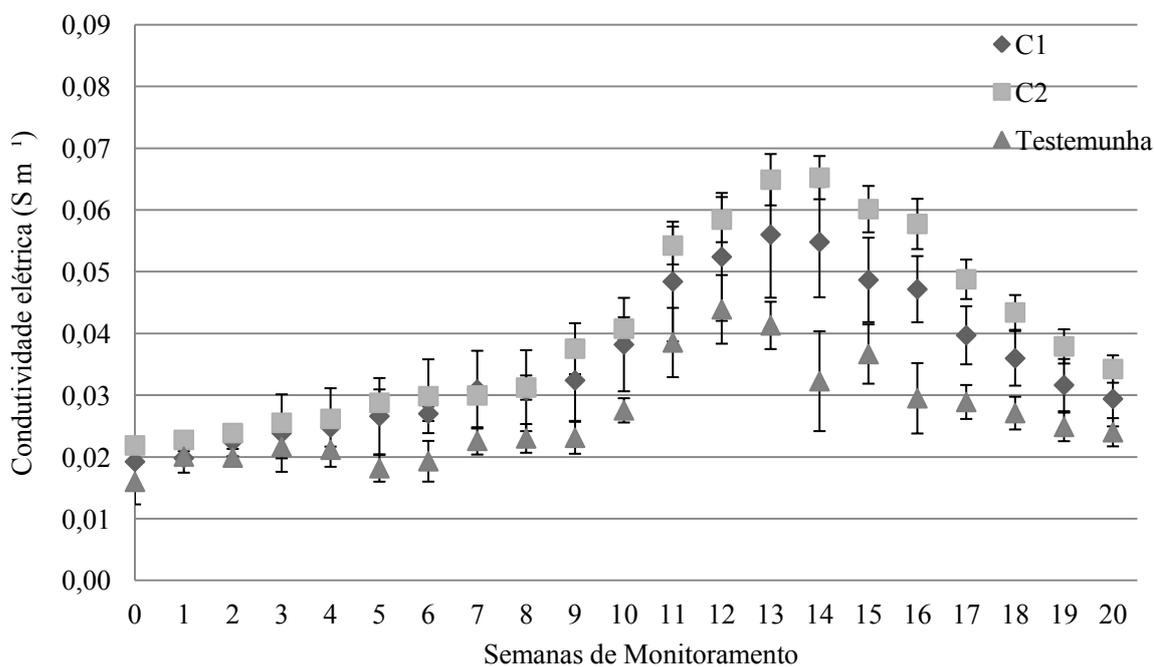


Figura 79. Variação da condutividade elétrica do solo (CEs) das colunas de percolação, medida por sonda de TDR a 120 cm durante 21 semanas de monitoramento, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça concentrada. C1 – dose calculada conforme a norma P4.231.

A Tabela 39 contém parâmetros de qualidade da água de irrigação que podem ser usados na avaliação da água superficial, subterrânea, e de drenagem, além de efluentes e de águas residuárias (AYERS e WESTCOT, 1985).

Tabela 39. Valores de condutividade elétrica (CE) para a interpretação da qualidade da água para irrigação.

Grau de restrição para uso		
Nenhuma	Ligeira a moderada	Severa
	CE ($S\ m^{-1}$)	
< 7	7-30	> 30

Fonte: AYERS e WESTCOT (1985)

Mesmo que tenha havido alterações na CEs com a aplicação das diferentes vinhaças, os valores estiveram bem abaixo do limite de $7\ S\ m^{-1}$, ou seja, não houve comprometimento da qualidade da água, conforme medidas tomadas da solução do solo do solo a 120 cm.

5.5. EFEITO RESIDUAL DA VINHAÇA NO LVe DAS COLUNAS DE PERCOLAÇÃO APÓS 6 MESES DE MONITORAMENTO

Através das tabelas de Tabela 40 aTabela 44, pode-se observar que os parâmetros pH, Ca, Mg, H+Al, SB, CTC, V%, S, B, Cu, Mn e Zn não apresentaram diferenças significativas nos resultados tanto entre os tipos e doses de vinhaça nas cinco profundidades avaliadas. Da mesma forma, os teores de MO também foram iguais quando comparados ao testemunha, nas cinco profundidades estudadas. Portanto, para os parâmetros acima não houve efeito residual da vinhaça após seis meses de aplicação. Camilotti et al. (2006) também não constataram alteração no teor de matéria orgânica do solo, em contraste com Canellas et al. (2003); o autor sugere que a matéria orgânica do solo pode aumentar após sucessivas aplicações por um período de tempo maior do que o considerado em seu trabalho (quatro anos).

Os teores de P aumentaram em todos os tratamentos nas profundidades analisadas, mas não de forma significativa. A adição de vinhaça e água destilada pode ter promovido a dessorção dos íons fosfato dos colóides de solo, processo que pode ter sido favorecido pela adição de outros ânions, como por exemplo o OH^- , que teve sua concentração aumentada com a adição das vinhaças tratadas com NaOH nos tratamentos químico e microbiológico. A liberação ou fixação do grupo hidroxila é consequência direta da adsorção ou dessorção

específica de ânions orgânicos e inorgânicos, como fosfato e sulfato, em solos de carga variável (ALLEONI et al., 2008)

Ocorreu, em geral, a diminuição dos teores de Fe nas amostras de solo em relação ao tratamento testemunha. Na profundidade de 20 a 50 cm, os teores de Fe diminuíram significativamente nos tratamentos B2, C1 e C2. Nas amostras coletadas de 50 a 80 cm, os teores de Fe diminuíram nos tratamentos B2 e Q1 e, de 80 a 110 cm, somente no tratamento Q2. A aplicação de vinhaça pode gerar um efeito positivo no incremento de P, seja pela presença de ácidos orgânicos que aumentam a disponibilidade desse nutriente. Esses ácidos podem também formar complexos organometálicos estáveis com Fe e Al, em várias faixas de pH (SPOSITO, 1989, apud PAVINATO; ROSOLEM, 2008), diminuindo a adsorção de P nesses oxihidróxidos de Fe e Al, fator de grande importância em solos argilosos, com alto teor desses óxidos. Desta forma, os teores de Fe podem diminuir em solução do solo.

Os resultados para potássio comprovaram que este elemento ficou retido na camada superficial das colunas de percolação, já que em todos os tipos e doses de vinhaça os valores de K foram maiores na camada de 0 a 50 cm, embora nem sempre significativamente diferentes do tratamento testemunha. Na camada de 0 a 20 cm, nos tratamentos V2, B1, B2, Q2, C1 e C2 pode-se verificar que as concentrações de K foram significativamente diferentes pelo teste de Tukey. Na camada de 20-50 cm, os tratamentos V1, V2, B2, Q2, C1 e C2 também apresentaram valores estatisticamente diferentes em relação ao tratamento testemunha. Na camada de 50-80 cm, somente o tratamento B2 apresentou diferença estatística. Nas duas últimas profundidades analisadas, os valores de potássio em todos os tratamentos com vinhaça foram iguais às colunas onde foi aplicada somente água destilada.

A vinhaça possui elevado teor de K^+ , o que explica que os tratamentos com esse resíduo ficassem com teores mais elevados, assim promovendo uma maior distribuição nas profundidades. O tratamento com vinhaça *in natura* teve o teor de K^+ aumentado com relação ao tratamento testemunha com diferença significativa até os 15 cm de profundidade mesmo após 90 dias depois da aplicação da vinhaça (CARNEIRO et al., 2004).

No estudo de aplicação de vinhaça *in natura* em Nitossolo, ocorreu elevação na concentração de K apenas no horizonte Ap (mais superficial, 0 a 15 cm de profundidade), para a menor dosagem de vinhaça aplicada, não variando este teor nos demais horizontes; na maior dose, o solo apresentou grande elevação de K nos horizontes Ap e B_{1t}, atingindo profundidade pouco maior (35 cm), porém, não se observou variação nos teores de K nos demais horizontes (mais profundos). Este fato pode ser explicado pelo elevado teor de argila existente no solo que, mesmo na maior dose, foi capaz de adsorver grande parte do K

existente na vinhaça e se deu nos primeiros horizontes, corroborando com Sengik et al. (1988). No Argissolo, o aumento da concentração de K se deu mais efetivamente nos horizontes mais superficiais, ou seja, o solo de textura arenosa/argilosa apresentou dificuldade maior de percolação, assim como os resultados deste trabalho. Os resultados de Bebé et al. (2009) e Zolin et al. (2011) apresentaram um aumento deste nutriente nas duas profundidades avaliadas nos solos correspondentes às áreas com aplicação de vinhaça e independente dos períodos de aplicação.

O sódio teve suas concentrações mais elevadas nas profundidades de 80 a 110 e 110 a 130 cm, onde atingiu 16,3, no tratamento B2, e 15,7, no tratamento Q2. Na camada de 0 a 20 cm, somente o tratamento B2 apresentou concentração diferente do tratamento testemunha. Estes resultados evidenciam o maior potencial de lixiviação do Na em relação ao K, já os valores mais baixos foram constatados nas camadas de 0 a 50 cm.

Silva et al. (2012) trabalharam com parâmetros de transporte do sódio e potássio via vinhaça, a velocidade da água nos poros, o fator de retardamento, a dispersividade e o coeficiente de dispersão. Os resultados para os parâmetros de transporte evidenciaram positivamente os efeitos de adsorção e de deslocamento dos íons sódio e potássio presentes na vinhaça, sendo que o íon potássio foi retido no solo com maior intensidade do que o sódio (SCHNEIDER et al.; 2012).

As vinhaças submetidas aos tratamentos químicos e microbiológicos possuíam elevados teores de Na, desta forma, foram encontrados os maiores teores de Na nos solos desses tratamentos. Resultados semelhantes foram constatados mesmo com uma aplicação da vinhaça *in natura*, cuja composição apresenta baixos teores de Na, sendo suficiente para elevar os teores deste nutriente (BRITO et al., 2005) inclusive nas camadas mais profundas do solo (BRITO et al., 2003).

Desta forma, a fim de não alterar a qualidade dos solos, é recomendável estudos adicionais com relação ao comportamento de vinhaças com a composição alterada por tratamentos, que podem reduzir DQO, entretanto elevam as concentrações de outros íons na vinhaça. Quando consideramos a aplicação de vinhaça *in natura*, as doses aplicadas, não devem ultrapassar a capacidade de retenção de íons, isto é, as dosagens devem ser mensuradas de acordo com as características de cada solo (SILVA et al., 2007) e, também de acordo com a origem da vinhaça, devido a variações na sua composição química, não sendo recomendada uma dose fixa de aplicação (OLIVEIRA et al., 2009; SCHNEIDER et al.; 2012).

Tabela 40. Análise química do LVe , na profundidade de 0-20 cm, das colunas de percolação após 6 meses de monitoramento.

Profundidade 0 - 20 cm	Tratamento	P Resina	M.O.	pH	K	Ca	Mg	H+Al	Al	SB	CTC	V	S	B	Cu	Fe	Mn	Zn	Na
		mg dm ⁻³	g dm ⁻³	(CaCl ₂)				mmolc dm ⁻³					%			mg dm ⁻³			
	T	9,0	24,3	5,7	1,3	22,2	7,2	24,3	0,4	30,8	55,1	55,8	10,0	0,2	4,6	16,6	30,1	1,0	6,0
	V1	13,3 ^{ns}	24,3 ^{ns}	5,8 ^{ns}	2,4 ^{ns}	22,7 ^{ns}	7,1 ^{ns}	23,7 ^{ns}	0,4 ^{ns}	32,2 ^{ns}	55,9 ^{ns}	57,5 ^{ns}	9,7 ^{ns}	0,3 ^{ns}	4,0 ^{ns}	11,4 ^{ns}	33,0 ^{ns}	0,8 ^{ns}	5,0 ^{ns}
	V2	13,3 ^{ns}	24,7 ^{ns}	5,8 ^{ns}	5,7 ^{**}	22,8 ^{ns}	6,9 ^{ns}	21,7 ^{ns}	0,4 ^{ns}	35,3 ^{ns}	57,0 ^{ns}	62,0 ^{ns}	9,7 ^{ns}	0,4 ^{ns}	4,0 ^{ns}	11,1 ^{ns}	35,4 ^{ns}	1,3 ^{ns}	3,0 ^{ns}
	B1	13,7 ^{ns}	24,3 ^{ns}	5,7 ^{ns}	2,9 [*]	23,6 ^{ns}	7,2 ^{ns}	22,7 ^{ns}	0,6 ^{ns}	33,7 ^{ns}	56,3 ^{ns}	59,8 ^{ns}	9,7 ^{ns}	0,3 ^{ns}	3,8 ^{ns}	10,4 ^{ns}	33,7 ^{ns}	0,8 ^{ns}	6,0 ^{ns}
	B2	14,0 ^{ns}	25,3 ^{ns}	5,8 ^{ns}	4,8 [*]	21,3 ^{ns}	6,8 ^{ns}	22,7 ^{ns}	0,5 ^{ns}	32,9 ^{ns}	55,5 ^{ns}	59,2 ^{ns}	10,3 ^{ns}	0,3 ^{ns}	3,7 ^{ns}	9,8 ^{ns}	34,4 ^{ns}	0,7 ^{ns}	11,3 [*]
	Q1	10,3 ^{ns}	24,0 ^{ns}	5,8 ^{ns}	2,4 ^{ns}	20,8 ^{ns}	6,6 ^{ns}	22,7 ^{ns}	0,4 ^{ns}	29,9 ^{ns}	52,5 ^{ns}	56,7 ^{ns}	10,0 ^{ns}	0,3 ^{ns}	3,7 ^{ns}	10,5 ^{ns}	35,5 ^{ns}	0,8 ^{ns}	2,7 ^{ns}
	Q2	18,0 ^{ns}	24,3 ^{ns}	5,8 ^{ns}	4,5 [*]	22,2 ^{ns}	6,7 ^{ns}	22,7 ^{ns}	0,4 ^{ns}	33,4 ^{ns}	56,1 ^{ns}	59,6 ^{ns}	8,3 ^{ns}	0,4 ^{ns}	4,0 ^{ns}	12,5 ^{ns}	33,4 ^{ns}	0,8 ^{ns}	7,3 ^{ns}
	C1	9,7 ^{ns}	25,7 ^{ns}	5,8 ^{ns}	2,8 [*]	22,2 ^{ns}	7,3 ^{ns}	21,0 ^{ns}	0,4 ^{ns}	32,3 ^{ns}	53,3 ^{ns}	60,5 ^{ns}	13,0 ^{ns}	0,4 ^{ns}	4,0 ^{ns}	10,8 ^{ns}	34,8 ^{ns}	0,9 ^{ns}	6,7 ^{ns}
	C2	11,0 ^{ns}	24,3 ^{ns}	5,7 ^{ns}	4,0 [*]	22,1 ^{ns}	6,7 ^{ns}	21,3 ^{ns}	0,4 ^{ns}	32,8 ^{ns}	54,2 ^{ns}	60,6 ^{ns}	8,3 ^{ns}	0,2 ^{ns}	4,2 ^{ns}	13,3 ^{ns}	33,7 ^{ns}	0,9 ^{ns}	6,7 ^{ns}

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas; T – Testemunha; V - vinhaça *in natura*; Q - vinhaça *in natura* submetida a tratamento químico; B - vinhaça *in natura* submetida a tratamento biológico; C – vinhaça concentrada; 1 = dose calculada pela norma P4.231; 2 = dose calculada pela norma P4.231 multiplicada por 2.

Tabela 41. Análise química do LVe , na profundidade de 20-50 cm, das colunas de percolação após 6 meses de monitoramento.

Profundidade 20-50 cm	Tratamento	P Resina		M.O.		pH		K	Ca	Mg	H+Al		Al	SB	CTC	V	S	B	Cu	Fe	Mn	Zn	Na	
		mg dm ⁻³	g dm ⁻³			(CaCl ₂)						mmol _c dm ⁻³					%			mg dm ⁻³				mg L ⁻¹
	T	6,0	18,0	5,7	0,7	14,8	5,8	21,7	0,4	21,2	42,9	49,4	18,3	0,3	3,4	15,7	27,8	0,6	3,3					
	V1	8,7 ^{ns}	18,0 ^{ns}	5,7 ^{ns}	1,2 ^{**}	16,1 ^{ns}	6,0 ^{ns}	22,0 ^{ns}	0,4 ^{ns}	23,3 ^{ns}	45,3 ^{ns}	51,4 ^{ns}	22,7 ^{ns}	0,2 ^{ns}	4,4 ^{ns}	11,0 ^{ns}	23,7 ^{ns}	0,3 ^{ns}	3,7 ^{ns}					
	V2	9,0 ^{ns}	19,7 ^{ns}	5,7 ^{ns}	1,8 ^{**}	16,3 ^{ns}	6,1 ^{ns}	21,3 ^{ns}	0,4 ^{ns}	24,1 ^{ns}	45,5 ^{ns}	53,0 ^{ns}	24,3 ^{ns}	0,5 ^{ns}	3,0 ^{ns}	10,5 ^{ns}	25,6 ^{ns}	0,3 ^{ns}	2,0 ^{ns}					
	B1	9,3 ^{ns}	17,7 ^{ns}	5,7 ^{ns}	0,8 ^{ns}	15,7 ^{ns}	6,1 ^{ns}	22,0 ^{ns}	0,3 ^{ns}	22,6 ^{ns}	44,6 ^{ns}	50,8 ^{ns}	21,3 ^{ns}	0,3 ^{ns}	2,7 ^{ns}	10,4 ^{ns}	26,3 ^{ns}	0,4 ^{ns}	6,0 ^{**}					
	B2	9,3 ^{ns}	19,0 ^{ns}	5,7 ^{ns}	1,8 ^{**}	15,9 ^{ns}	6,0 ^{ns}	20,0 ^{ns}	0,4 ^{ns}	23,8 ^{ns}	43,8 ^{ns}	54,3 ^{ns}	19,7 ^{ns}	0,3 ^{ns}	2,8 ^{ns}	8,7 ^{**}	25,3 ^{ns}	0,3 ^{ns}	7,7 ^{**}					
	Q1	7,0 ^{ns}	18,3 ^{ns}	5,7 ^{ns}	0,8 ^{ns}	15,0 ^{ns}	5,9 ^{ns}	21,3 ^{ns}	0,4 ^{ns}	21,8 ^{ns}	43,1 ^{ns}	50,6 ^{ns}	20,0 ^{ns}	0,3 ^{ns}	2,8 ^{ns}	11,7 ^{ns}	29,5 ^{ns}	0,3 ^{ns}	3,3 ^{ns}					
	Q2	9,3 ^{ns}	18,0 ^{ns}	5,7 ^{ns}	1,1 ^{**}	16,1 ^{ns}	5,9 ^{ns}	22,3 ^{ns}	0,4 ^{ns}	23,1 ^{ns}	45,4 ^{ns}	50,9 ^{ns}	23,3 ^{ns}	0,3 ^{ns}	3,1 ^{ns}	11,9 ^{ns}	25,5 ^{ns}	0,3 ^{ns}	6,7 ^{**}					
	C1	7,0 ^{ns}	18,7 ^{ns}	5,7 ^{ns}	1,0 ^{**}	16,3 ^{ns}	6,6 [*]	20,7 ^{ns}	0,3 ^{ns}	23,9 ^{ns}	44,6 ^{ns}	53,7 ^{ns}	24,0 ^{ns}	0,4 ^{ns}	2,8 ^{ns}	9,7 ^{**}	26,3 ^{ns}	0,3 ^{ns}	9,0 ^{**}					
	C2	8,3 ^{ns}	19,0 ^{ns}	5,7 ^{ns}	1,9 ^{**}	16,3 ^{ns}	6,0 ^{ns}	21,0 ^{ns}	0,4 ^{ns}	24,1 ^{ns}	45,1 ^{ns}	53,4 ^{ns}	25,7 ^{ns}	0,4 ^{ns}	2,8 ^{ns}	9,9 [*]	24,5 ^{ns}	0,3 ^{ns}	4,0 ^{ns}					

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas; T – Testemunha; V - vinhaça *in natura*; Q - vinhaça *in natura* submetida a tratamento químico; B - vinhaça *in natura* submetida a tratamento biológico; C – vinhaça concentrada; 1 = dose calculada pela norma P4.231; 2 = dose calculada pela norma P4.231 multiplicada por 2.

Tabela 42. Análise química do LVe , na profundidade de 50-80 cm, das colunas de percolação após 6 meses de monitoramento.

Profundidade 50-80 cm	Tratamento	P Resina	M.O.	pH	K	Ca	Mg	H+Al	Al	SB	CTC	V	S	B	Cu	Fe	Mn	Zn	Na	
		mg dm ⁻³	g dm ⁻³	(CaCl ₂)	mmolc dm ⁻³						%	mg dm ⁻³				mg L ⁻¹				
	T	5,0	14,0	5,9	0,5	9,7	4,9	17,7	0,3	15,1	32,7	46,0	25,0	0,2	1,8	13,0	10,8	0,2	4,7	
	V1	9,0	** 12,7	ns 6,0	ns 0,5	ns 10,6	ns 5,3	ns 18,0	ns 0,3	ns 16,4	ns 34,4	ns 47,8	ns 22,7	ns 0,3	ns 1,7	ns 9,2	ns 8,2	ns 0,2	ns 13,0	**
	V2	8,3	** 14,0	ns 6,0	ns 0,6	ns 11,6	ns 5,6	ns 17,7	ns 0,3	ns 17,8	ns 35,5	ns 50,1	ns 29,3	ns 0,2	ns 1,6	ns 8,6	ns 11,9	ns 0,2	ns 2,0	**
	B1	8,3	** 13,3	ns 6,0	ns 0,5	ns 10,3	ns 5,3	ns 17,0	ns 0,4	ns 16,1	ns 33,1	ns 48,6	ns 24,3	ns 0,3	ns 1,6	ns 8,3	ns 9,4	ns 0,2	ns 5,7	ns
	B2	7,7	* 14,3	ns 5,9	ns 1,2	** 10,4	ns 5,1	ns 17,0	ns 0,7	ns 16,8	ns 33,8	ns 49,6	ns 29,0	ns 0,3	ns 1,6	ns 7,3	** 12,5	ns 0,2	ns 8,0	**
	Q1	6,3	ns 14,0	ns 6,1	ns 0,4	ns 9,3	ns 4,9	ns 16,3	ns 0,4	ns 14,6	ns 31,0	ns 47,3	ns 23,7	ns 0,3	ns 1,5	ns 7,9	* 9,3	ns 0,2	ns 3,3	ns
	Q2	6,3	ns 12,7	ns 6,1	ns 0,5	ns 10,1	ns 4,9	ns 17,3	ns 0,3	ns 15,5	ns 32,8	ns 47,2	ns 30,7	ns 0,3	ns 1,7	ns 9,8	ns 13,6	ns 0,2	ns 5,3	ns
	C1	6,0	ns 14,0	ns 6,0	ns 0,6	ns 10,4	ns 5,2	ns 16,7	ns 0,3	ns 16,2	ns 32,8	ns 49,2	ns 24,7	ns 0,2	ns 1,6	ns 9,7	ns 9,6	ns 0,2	ns 6,0	ns
	C2	7,3	ns 13,7	ns 6,0	ns 0,6	ns 11,1	ns 5,0	ns 17,0	ns 0,4	ns 16,7	ns 33,7	ns 49,6	ns 27,0	ns 0,2	ns 1,7	ns 8,8	ns 9,4	ns 0,2	ns 3,7	ns

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas; T – Testemunha; V - vinhaça *in natura*; Q - vinhaça *in natura* submetida a tratamento químico; B - vinhaça *in natura* submetida a tratamento biológico; C – vinhaça concentrada; 1 = dose calculada pela norma P4.231; 2 = dose calculada pela norma P4.231 multiplicada por 2.

Tabela 43. Análise química do LVe, na profundidade de 80-110 cm, das colunas de percolação após 6 meses de monitoramento.

Profundidade 80 - 110 cm	Tratamento	P Resina	M.O.	pH	K	Ca	Mg	H+Al	Al	SB	CTC	V	S	B	Cu	Fe	Mn	Zn	Na
		mg dm ⁻³	g dm ⁻³	(CaCl ₂)				mmol _c dm ⁻³					%			mg dm ⁻³			
	T	5,3	14,0	6,0	0,5	9,7	5,4	17,0	0,3	15,6	32,6	47,8	28,0	0,3	1,6	6,7	6,2	0,3	6,3
	V1	8,7	ns 12,0	ns 6,2	ns 0,4	ns 10,1	ns 5,5	ns 17,0	ns 0,8	** 16,1	ns 33,1	ns 48,5	ns 24,3	ns 0,2	ns 1,4	ns 6,7	ns 4,8	ns 0,2	ns 5,0
	V2	8,7	ns 12,0	ns 6,1	ns 0,4	ns 10,6	ns 5,8	ns 16,7	ns 0,3	ns 16,8	ns 33,5	ns 50,2	ns 28,0	ns 0,2	ns 1,4	ns 8,0	ns 6,2	ns 0,2	ns 2,0
	B1	9,7	ns 12,0	ns 6,1	ns 0,4	ns 9,7	ns 5,2	ns 16,3	ns 0,3	ns 15,3	ns 31,6	ns 48,4	ns 26,7	ns 0,2	ns 1,3	ns 7,5	ns 6,3	ns 0,3	ns 9,0
	B2	8,7	ns 12,0	ns 6,1	ns 0,5	ns 9,6	ns 5,3	ns 16,7	ns 0,4	ns 15,4	ns 32,0	ns 48,0	ns 27,7	ns 0,2	ns 1,3	ns 7,6	ns 6,1	ns 0,2	ns 11,3
	Q1	6,3	ns 12,3	ns 6,2	ns 0,4	ns 9,6	ns 5,5	ns 16,3	ns 0,3	ns 15,4	ns 31,8	ns 48,6	ns 24,7	ns 0,4	ns 1,3	ns 8,8	ns 8,1	ns 0,2	ns 5,7
	Q2	7,0	ns 13,7	ns 6,1	ns 0,4	ns 10,1	ns 5,0	ns 16,3	ns 0,4	ns 15,6	ns 31,9	ns 48,8	ns 25,7	ns 0,2	ns 1,6	** 12,0	ns 8,4	ns 0,3	ns 15,7
	C1	7,3	ns 13,0	ns 6,2	ns 0,4	ns 10,1	ns 5,4	ns 16,3	ns 0,4	ns 16,0	ns 32,3	ns 49,4	ns 27,7	ns 0,3	ns 1,4	ns 8,3	ns 5,9	ns 0,2	ns 10,0
	C2	7,7	ns 12,7	ns 6,2	ns 0,4	ns 10,0	ns 5,5	ns 16,0	ns 0,4	ns 15,9	ns 31,9	ns 49,7	ns 25,0	ns 0,7	ns 1,4	ns 7,0	ns 6,0	ns 0,2	ns 5,7

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas; T – Testemunha; V - vinhaça *in natura*; Q - vinhaça *in natura* submetida a tratamento químico; B - vinhaça *in natura* submetida a tratamento biológico; C – vinhaça concentrada; 1 = dose calculada pela norma P4.231; 2 = dose calculada pela norma P4.231 multiplicada por 2.

Tabela 44. Análise química do LVe , na profundidade de 110-130 cm, das colunas de percolação após 6 meses de monitoramento.

Profundidade 110-130 cm	Tratamentos	P Resina	M.O.	pH	K	Ca	Mg	H+Al	Al	SB	CTC	V	S	B	Cu	Fe	Mn	Zn	Na																		
		mg dm ⁻³	g dm ⁻³	(CaCl ₂)	mmolc dm ⁻³						%		mg dm ⁻³						mg L ⁻¹																		
	T	5,0	13,7	6,2	0,4	10,4	5,9	15,3	0,3	16,7	32,0	52,1	23,0	0,3	10,6	0,3	10,6	0,3	5,3																		
	V1	9,0	**	12,0	ns	6,2	ns	0,4	ns	10,0	ns	5,8	ns	16,0	ns	0,4	ns	16,2	ns	32,2	ns	50,4	ns	23,3	ns	0,3	ns	9,0	ns	0,2	ns	9,0	ns	0,2	ns	8,7	**
	V2	8,3	**	12,3	ns	6,2	ns	0,4	ns	10,7	ns	6,1	ns	15,7	ns	0,3	ns	17,2	ns	32,8	ns	52,2	ns	23,7	ns	0,3	ns	10,0	ns	0,3	ns	10,0	ns	0,3	ns	2,0	**
	B1	9,0	**	13,3	ns	6,3	ns	0,3	ns	11,2	ns	6,1	ns	14,7	ns	0,4	ns	17,6	ns	32,3	ns	54,6	ns	21,0	ns	0,3	ns	13,7	ns	0,2	ns	13,7	ns	0,2	ns	6,0	ns
	B2	10,0	**	12,7	ns	6,3	ns	0,5	ns	11,0	ns	5,7	ns	15,3	ns	0,3	ns	17,1	ns	32,5	ns	52,9	ns	23,3	ns	0,2	ns	9,4	ns	0,1	ns	9,4	ns	0,1	ns	16,3	**
	Q1	6,7	ns	12,7	ns	6,3	ns	0,3	ns	9,8	ns	5,7	ns	15,3	ns	0,5	ns	15,8	ns	31,2	ns	50,8	ns	23,0	ns	0,2	ns	11,1	ns	0,2	ns	11,1	ns	0,2	ns	4,0	ns
	Q2	7,0	*	12,3	ns	6,2	ns	0,5	ns	10,1	ns	5,6	ns	15,7	ns	0,3	ns	16,2	ns	31,9	ns	50,8	ns	26,0	ns	0,3	ns	8,7	ns	0,3	ns	8,7	ns	0,3	ns	13,7	**
	C1	6,3	ns	13,0	ns	6,3	ns	0,4	ns	11,1	ns	6,4	ns	14,7	ns	0,6	ns	17,9	ns	32,6	ns	55,0	ns	21,7	ns	0,2	ns	14,7	ns	0,2	ns	14,7	ns	0,2	ns	6,7	ns
	C2	8,0	**	12,7	ns	6,3	ns	0,4	ns	11,3	ns	6,1	ns	15,3	ns	0,5	ns	17,8	ns	33,1	ns	53,7	ns	22,3	ns	0,3	ns	10,1	ns	0,3	ns	10,1	ns	0,3	ns	5,3	ns

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas; T – Testemunha; V - vinhaça *in natura*; Q - vinhaça *in natura* submetida a tratamento químico; B - vinhaça *in natura* submetida a tratamento biológico; C – vinhaça concentrada; 1 = dose calculada pela norma P4.231; 2 = dose calculada pela norma P4.231 multiplicada por 2.

6. CONCLUSÕES

- Ocorreu aumento das concentrações de NO_3^- de K^+ no lixiviado das colunas de percolação, independentemente do tipo e da dose de vinhaça;
- Aos 105 dias após a aplicação das vinhaças, todos os tratamentos provocaram aumentos dos teores de NO_3^- em solução do solo coletada a 150 cm, que foram 3 a 4 vezes acima do valor máximo permitido para a qualidade das águas subterrâneas (10 mg L^{-1});
- Os teores de K^+ em solução do solo foram sempre maiores na camada superior até 50 cm, independentemente do tipo e da dose de vinhaça, e diferiram a 100 cm e a 150 cm.
- Em função da adsorção, os teores de K^+ em solução do solo, independentemente do tratamento com vinhaça, diminuíram a partir dos 90 dias na camada até 50 cm, impedindo a lixiviação;
- Independentemente do tipo e da dose da vinhaça, houve aumento da CEs até a 15ª semana após a aplicação, mas sem comprometimento da qualidade da água; a aplicação das vinhaças *in natura* tratadas química e biologicamente resultaram nos maiores valores de CEs.
- A utilização de vinhaça *in natura*, na taxa calculada pela norma P4.231 da CETESB, resultou nos menores valores de NO_3^- e de K^+ em solução do solo, independentemente da profundidade;
- Como houve diferenças nos teores de NO_3^- e de K^+ em solução do solo ao longo do tempo, decorrentes do tipo e da dose de vinhaça, a norma P4.231 deve ser usada somente para aplicação de vinhaça *in natura*;
- É indicada a incorporação dos teores de NO_3^- na equação de cálculo da dose de vinhaça da norma P4.231, uma vez que o NO_3^- alcançou a camada até 100 cm em 45 dias, ou seja, período de tempo incompatível com o adequado desenvolvimento radicular da cana-de-açúcar e que permite a lixiviação do NO_3^- para fora da zona de influência das raízes.

- Através das análises de solo das colunas de percolação, após 6 meses de monitoramento, pode-se verificar um efeito residual da vinhaça nas amostras de solo para os parâmetros Na^+ , K^+ , e Fe^{3+} , ou seja, mesmo após 6 meses de aplicação de água destilada em grande quantidade (foram simulados os meses finais da safra de cana-de-açúcar), pode-se constatar alterações nas propriedades químicas do solo.
- O K^+ ficou retido na camada de 0 a 50 cm das colunas de percolação. De forma contrária o Na^+ , apresentou as maiores concentrações nas profundidades de 80 a 130 cm, evidenciando seu maior potencial de lixiviação em relação ao K^+ .

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABREU JÚNIOR, C.H. et al. Uso agrícola de resíduos orgânicos potencialmente poluentes: propriedades químicas do solo e produção vegetal. **Tópicos Especiais em Ciência do Solo**, Viçosa, v.4, p.391-470, 2005.

ALMEIDA, J.R. O problema da vinhaça. *Brasil Açucareiro*, v.6, n.2, p. 72-77, 1955. In: FREIRE, W.J.; CORTEZ, L.A.B. **Vinhaça de cana-de-açúcar**. Guaíba: Agropecuária, 2000. 203p.

ALABURDA, J., NISHIHARA, L. Presença de compostos de nitrogênio em águas de poços. **Revista de Saúde Pública [online]**, vol.32, n.2, pp. 160-165, 1998.

ALCÂNTARA, M.A.K.; CAMARGO, O.A. de. Adsorção de nitrato em solos com cargas variáveis. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v.40, p.369-376, 2005.

ALLEONI, L. R. F. et al. Química dos solos altamente intemperizados. In: MELO, V. F., ALLEONI, L. R. F. **Química e Mineralogia do Solo – Parte II – Aplicações**. Viçosa: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 2009, p. 381-448.

AMARAL SOBRINHO, N.M.B. et al. Desnitrificação e imobilização de nitrogênio em solo tratado com vinhaça. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.7, p.263-268, 1983.

ANDRADE, J.M.F.; DINIZ, K.M. **Impactos ambientais da agroindústria da cana-de-açúcar: subsídios para a gestão. 2007**. 131 f. Monografia (Especialização em Gerenciamento Ambiental), Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Universidade de São Paulo.

APHA – American Public Health Association. **Standard Methods for the Examination of water and wastewater**, 21 ed. Washington, D.C., 2005.

AYERS, R.S.; WESTCOT, D.W. **Water quality for agriculture**. Roma: FAO, 1985. 174 p. Irrigation and Drainage Paper, 29, Rev. 1.

BASTOS, R. G. et al. Cultivation of *Aphanotheca microscopica* Nägeli on vinasse and separation of biomass by chloride ferric. In: 4th International Congress on Bioprocess in Food Industries (ICBF), 2010, Curitiba. **Anais ICBF + ERSCTA 2010**, 2010.

BAKER, A.S. Extracting solution for potentiometric determination of nitrate in plant tissue. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v.17, p.802, 1969.

BEBÉ, F.V. et al.. Avaliação de solos sob diferentes períodos de aplicação com vinhaça. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 13, n. 6, dez. 2009a.

BEBÉ, F. V. et al. Dinâmica do potássio em cana-de-açúcar fertirrigada com vinhaça. In: Jornada de Ensino, Pesquisa e Extensão da Universidade Federal de Pernambuco, 9., 2009. Recife, PE. **Anais...** Recife: UFRPE, 2009b.

BELTRAN, J. et al. Physico-chemical treatment for the depuration of wine distillery wastewaters (vinasses). **Water Science and Technology**, v. 51, n. 1 p. 159–166, 2005.

BLANCO, F, F. **Manual de construção e utilização de extratores de cápsula porosa para obtenção da solução do solo do solo**. Teresina. Embrapa Meio-Norte, 1ª ed, 36 p, 2006.

BOEIRA, R. C.; SOUZA, M. D. de. **Movimento do herbicida tebutiurum no perfil de três tipos de solo através de colunas de lixiviação**. Jaguariúna: Embrapa Meio Ambiente, 2005. 4p. (Embrapa Meio Ambiente. Comunicado Técnico 25).

BRAILE, P.M.; CAVALCANTI, J.E.W.A. **Manual de tratamento de águas residuárias**. São Paulo: CETESB, 1993. 764 p.

BRASIL. Ministério do Interior. **Portaria/GM nº 323, de 29 de novembro de 1978**. Disponível em: <www.ipef.br/legislacao/bdlegislacao/arquivos/272.rtf>. Acesso em 22 fev. 2013.

BRASIL. **Ministério do Interior. Portaria nº 158, de 03 de novembro de 1980**. Disponível em: <www.ipef.br/legislacao/bdlegislacao/arquivos/272.rtf>. Acesso em 23 fev. 2013.

BRASIL. CONSELHO NACIONAL DO MEIO AMBIENTE (CONAMA). **Resolução do solo nº 357 de 23 de Janeiro 2005**. Disponível em: <<http://www.mma.gov.br/port/conama/res/res05/res35705.pdf>>. Acesso em: 3 jun. 2013.

BRASIL. Ministério do Meio Ambiente (MMA). (Secretaria de Mudanças Climáticas e Qualidade Ambiental). **1º Inventário Nacional de Emissões Atmosféricas por Veículos Automotores Rodoviários (Relatório Final)**. 2011a. Acessado em 06 jun. 2013. Online. Disponível em: <http://www.antt.gov.br/inventario/documentos/inventarionacional2011_0209.pdf>.

BRASIL. Ministério de Minas e Energia (MME). **Plano Decenal de Expansão de Energia 2020**. Brasília: MME/EPE, 2011b. Acessado em 01 jun. 2013. Online. Disponível em:<http://www.cogen.com.br/paper/2011/PDE_2020.pdf>.

BRITO, F. L. et al. Teores de potássio e sódio no lixiviado e em solos após a aplicação de vinhaça. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v.9 (Suplemento), p.52-56, 2005.

BRITO, F. L. et al. Concentração de cátions presentes no lixiviado de solos tratados com vinhaça. **Engenharia Agrícola**, Jaboticabal, v. 27, n. 3,2007.

BONINI, M.A. **Cultivo Heterotrófico de *Aphanothece microscopica* Nägeli e *Chlorella vulgaris* em diferentes fontes de carbono e em vinhaça**. Dissertação. (Mestrado em Agricultura e Ambiente)– Universidade Federal de São Carlos, Araras. 2012.

BOUCHARD, D. C. et al. Nitrate contamination of groundwater sources and potential health effects. **Journal of the American Water Works Association**, v.84, p. 85-90, 1992.

CAMBUIM, F.A. **A ação da vinhaça sobre a retenção de umidade, pH, acidez total, acumulação e lixiviação de nutrientes, em solo arenoso**. 1983. 133 f. Dissertação (Mestrado em Ciência do Solo) - Universidade Federal Rural de Pernambuco, Recife, 1983.

CAHN, M.D. et al. Nitrate sorption in the profile of acid soil. **Plant Soil**. v.143, p. 179-183, 1992.

CAMARGO, O.A. et al. Alterações de características químicas de um Latossolo Roxo distrófico incubado com resíduos da indústria álcool-açúcareira. **Bragantia**, v. 43, n. 1, p.125-139, 1984.

CAMARGO, O.A. de; MONIZ, A.C.; JORGE, J.A.; VALADARES, J.M.A.S. **Métodos de análise química, mineralógica e física de solos do Instituto Agrônomo de Campinas**. Campinas: Instituto Agrônomo, 2009. 77p. (IAC. Boletim técnico, 106).

CANELLAS et al. Propriedades químicas de um Cambissolo cultivado com cana-de-açúcar, com preservação do palhico e adição de vinhaça por longo tempo. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**. n. 27. p. 935-944, 2003.

CANTARELLA, H. Nitrogênio. In: NOVAIS, R.F. et al.(Eds). **Fertilidade do solo**. Viçosa, MG, Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 2007. p.375-470.

CARNEIRO, C.E.A. et al. Alterações químicas no solo induzidas pela aplicação superficial de palha de cana-de-açúcar, calcário e vinhaça. **Semina: Ciências Agrárias**, Londrina, v. 25, n. 4, p. 265-272, 2004

CASAGRANDE, J. C. et al. Zinc adsorption in highly weathered soils. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v. 43, p. 131-139, 2008.

CASAGRANDE, L. A. R.; SALVADOR, N. N. B. Ocorrência de nitrato nas águas subterrâneas, em áreas rurais da bacia. In: **VI CONGRESSO DE MEIO AMBIENTE DA AUGM**, 2009, São Carlos. *Anais...do VI CONGRESSO DE MEIO AMBIENTE DA AUGM*. São Carlos: UFSCar, 2009. v. 1. Disponível em:< <http://www.ambiente-augm.ufscar.br>>. Acesso em 09 fev. 2011.

CENTURIÓN, R.E.B. et al. Destinação final da vinhaça produzida por destilarias autônomas e anexas, enquadradas no programa nacional do álcool. In: Congresso Brasileiro de Engenharia Sanitária e Ambiental, 11, 1989, Fortaleza. **Anais...ABES**, 1989. p. 7.

COELHO, S.T. et al. Brazilian sugarcane ethanol: lessons learned. **Energy for Sustainable Development**, Vol. X, n. 2, jun. 2006.

COMPANHIA AMBIENTAL DO ESTADO DE SÃO PAULO (CETESB). Decisão de diretoria nº 195-2005- E, de 23 de novembro de 2005. Dispõe sobre a aprovação dos

valores orientadores para solos e águas subterrâneas no estado de São Paulo – 2005, em substituição aos valores orientadores de 2001, e dá outras providências. **Diário Oficial do Estado de São Paulo – Poder Executivo**, SP, 3 dez. 2005, seção 1, v.115, n. 227, p. 22-23. Disponível em: http://www.cetesb.sp.gov.br/Solo/relatorios/tabela_valores_2005.pdf> Acesso em 23 jan. 2012.

COMPANHIA AMBIENTAL DO ESTADO DE SÃO PAULO (CETESB). **Norma Técnica P 4.231. Vinhaça: critérios e procedimentos para aplicação no solo agrícola**. São Paulo, dez. 2006. 12p. Acessado em 27 jun 2013. Online. Disponível na internet: <http://www.cetesb.sp.gov.br/servicos/normas---cetesb/43-normas-tecnicas---cetesb>.

COMPANHIA AMBIENTAL DO ESTADO DE SÃO PAULO (CETESB). **Relatório de qualidade das águas subterrâneas no Estado de São Paulo – 2007-2009**. São Paulo, 2010. p. 260 (Série Relatórios). Disponível em: <<http://www.cetesb.sp.gov.br/Solo/publicacoes.asp>>. Acesso em 22 jan. 2013.

COMPANHIA AMBIENTAL DO ESTADO DE SÃO PAULO (CETESB). **Relatório de qualidade das águas subterrâneas no Estado de São Paulo – 2010-2012**. São Paulo, 2013. p. 222 (Série Relatórios). Disponível em: <<http://www.cetesb.sp.gov.br/agua/aguas-subterraneas/111-publicacoes-e-relatorios>>. Acesso em 22 abr. 2013.

COMPANHIA NACIONAL DE ABASTECIMENTO (CONAB). **Acompanhamento de safra brasileira: cana-de-açúcar, primeiro levantamento. Abril/2013**. Brasília: CONAB. Acessado em 12 maio 2013. Online. Disponível em: <http://www.conab.gov.br/OlalaCMS/uploads/arquivos/11_05_27_11_53_13_boletim_cana_portugues_-_abril_2013_1o_lev.pdf>.

COSTA, S. N. et al. Mobilidade do nitrato em colunas de solo sob condições de escoamento não permanente. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v.3, n.2, p.190-194, 1999.

CORAZZA, R. I. et al. Impactos Ambientais da Vinhaça: Controvérsias Científicas e Lock-In na Fertirrigação. In: Congresso da Sociedade Brasileira de Economia e Sociologia Rural “Questões Agrárias, Educação no Campo e Desenvolvimento”, 44., 2006, Fortaleza, jul. 2006. **Anais...** Brasília: SOBER, 2006.

CORTEZ, L. et al. Principais subprodutos da agroindústria canavieira e sua valorização. **Revista brasileira de energia**, v. 2, n. 2. 1992.

CRESPI, M.S. et al. Characterization and thermal behavior of residues from industrial sugarcane processing. Journal of thermal analysis and calorimetry. **CBRATEC7 (Conference Special Issue)**, Akadémiai Kiadó, fev. 2011. Disponível em:<<http://www.springerlink.com/content/6p5p64n59x610850/>>. Acesso em 12 maio 2011. doi 10.1007/s10973-011-1397-9.

CRUZ, R.L. et al. Experimental investigation of soil and groundwater impacts caused by vinasse disposal. In: International Seminar of Pollution, Protection and Control of Ground Water, Porto Alegre, **Anais...**Porto Alegre, 1990, p.66-74.

CRUZ, R. L.; RIGHETTO, A. M. Experimental investigation of soil and groundwater impacts caused by vinasse disposal. **Water Science Technology**, n. 24,p.77-85, 1991.

CUNHA, R.C.A. et al. Effets of irrigation with vinasse and dynamics of its constituents in the soil: I – Physical and chemical aspects. **Water Science and Tecnology**, v.19, n.8, p. 155-165, 1981.

CURI, N.; KÄMPF, N.; MARQUES, J.J. Mineralogia e formas de potássio em solos brasileiros. In: YAMADA, T. e ROBERTS, T.L. (Eds.). **Potássio na agricultura brasileira**. Piracicaba: Instituto da Potassa e Fosfato, p.91-122, 2005.

DALRI et al. Influência da aplicação de vinhaça na capacidade de infiltração de um solo de textura franco arenosa. **Irriga**, v. 15, n. 4, p. 344-352,. 2010.

DEMATTE, J.L.I. O Uso Agronômico de Resíduos e Fertilizantes na Cultura da Cana-de-açúcar. In: DECHEN, A. R., BOARETO, A. E., VERDADE, F. C. (Coord.). XX Reunião Brasileira de Fertilidade do Solo e Nutrição de Plantas – **Anais...**dos Simpósios. Campinas: Fundação Cargill, 1992. p. 231-252.

DEMATTE J.A.M. et al. Effect of fermentation residue on the spectral reflectance. **Geoderma**, n. 120, p. 187-200, 2004.

DIAZ, M.J. et al. Optimization of the rate vinasse/grape marc for co-composting process. **Process Biochemistry**, n. 37, p. 1143–1150, 2002.

DYNIA, J.F. et al. Lixiviação de nitrato em Latossolo cultivado com milho após aplicações sucessivas de lodo de esgoto. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, v.41, n.5, p.855-862, 2006.

DÖLL, M.M.R.; FORESTI, E.. Efeito do bicarbonato de sódio no tratamento de vinhaça em AnSBBR operado a 55 e 35°. **Engenharia Sanitária e Ambiental**, v.15, n.3, p. 275-282, 2010.

DONN, M.J.; MENZIES, N.W. Simulated rainwater effects on anion exchange capacity and nitrate retention in Ferrosols. **Australian Journal of Soil Research**, v.43, p.33-42, 2005a.

DONZELLI, J.L. et al. Uso de fertilizantes na produção de cana-de-açúcar no Brasil. In: Macedo, I.C. (org.) **A Energia da Cana-de-Açúcar – Doze estudos sobre a agroindústria da cana-de-açúcar no Brasil e a sua sustentabilidade**. São Paulo: Berlendis e Vertecchia, UNICA, 2005.

ELIA NETO, A. et al. **Manual de Conservação e Reuso de Água na Agroindústria Sucroenergética**. ANA, FIESP, UNICA e CTC, Brasília, 2009. 292 p. Acessado em 10 maio 2011. Online. Disponível em: <http://www.cetesb.sp.gov.br/serfiles/manual_conservacao.pdf>.

EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA (EMBRAPA). Centro Nacional de Pesquisa em Solos. **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro: Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos, 1997.

EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA (EMBRAPA). **Sistema Brasileiro de Classificação de Solos**. Brasília: EMBRAPA – SPI; Rio de Janeiro: EMBRAPA – Solos, 2006.

ERNANI, P.R.; ALMEIDA, J.A.; SANTOS, F.C. Potássio. In: NOVAIS, R.F. et al. (Eds). **Fertilidade do Solo**. Viçosa, MG, Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 2007. p.551-594.

ESPANÃ-GAMBOA, E. Vinasses: characterization and treatments. **Waste Management e Research – Review**, p. 1–16, 2011. DOI: 10.1177/0734242X10387313.

FAQUIN, V. **Nutrição mineral de plantas**. Lavras: UFLA/Faepe, 2005. 183p. Disponível em: <http://www.dcs.ufla.br/site/_adm/upload/file/pdf/Prof_Faquin/Nutri%C3%A7%C3%A3o%20mineral%20de%20plantas.pdf>. Acesso em 05 maio 2013.

FARIA, A. A. A.; DUDA, R. M.; OLIVEIRA, R. A. Concentração da vinhaça e reaproveitamento da água. **Ciência e Tecnologia: FATEC-JB, Jaboticabal**, v.3, 2011. Suplemento. IV Semana de Tecnologia do Curso de Biocombustíveis da Faculdade de Tecnologia de Jaboticabal.

FARONI, C.E. **Sistema radicular de cana-de-açúcar e identificação de raízes metabolicamente ativas**. 2004. Dissertação (Mestrado em Solos e Nutrição de Plantas) - Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2005. Disponível em: <<http://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/11/11140/tde-06052005-134141/>>. Acesso em: 06 Maio 2013.

FLORES, R.A. et al. Potássio no desenvolvimento inicial da soqueira de cana crua. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, DF, v. 42, n. 1, p. 106-111, 2012.

FREIRE, W.J.; CORTEZ, L.A.B. **Vinhaça de cana-de-açúcar**. Guaíba: Agropecuária, 2000. 203p.

FREITAS, M. B. D., BRILHANTE, O. M., e ALMEIDA, L. D. Importância da análise de água para a saúde pública em duas regiões do Estado do Rio de Janeiro: enfoque para coliformes fecais, nitrato e alumínio. **Cadernos de Saúde Pública**, v.17, n. 3, p. 651-60, 2001.

GARIGLIO, H.A.A. **Alterações físicas e químicas e mobilidade de solutos em solos submetidos à aplicação de vinhaça proveniente da fabricação de álcool carburante**. 2008. Dissertação (Mestrado) Viçosa, Universidade Federal de Viçosa, 2008. 86p.

GEBRIM, F. D. O. et al. Lixiviação de cátions favorecida pela presença de ânions inorgânicos e ácidos orgânicos de baixa massa molecular em solos adubados com camas de aviário. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 32, n. 6, p. 2255-2267, 2008.

GIACHINI, C.F. FERRAZ, M.V. Benefícios da utilização de vinhaça em terras de plantio de cana-de-açúcar – Revisão da Literatura. **Revista Científica Eletrônica de Agronomia**, ANO VII, n.15, 2009.

GLOEDEN, E. **Monitoramento da qualidade da água das zonas não saturada e saturada em área de fertirrigação com vinhaça**. 1994. Dissertação (Mestrado) – Instituto de Geologia, Universidade de São Paulo, 1994.

GOLDEMBERG, J. The Brazilian biofuels industry. **Biotechnol Biofuels**, n. 1, 2008. DOI:10.1186/1754-6834-1-6.

GOMES, M.T. DE M.S et al. Concentração da vinhaça por microfiltração seguida de nanofiltração com membranas. **Pesquisa agropecuária brasileira**, Brasília, v.46, n.6, p.633-638, jun. 2011.

GONZALO, D. D. P. et al. Lixiviação de potássio em solos adubados com vinhaça. In: XXX Congresso Brasileiro de Ciência do Solo, 2005, Recife. **Anais...do XXX Congresso Brasileiro de Ciência do Solo**. Recife : SBCS, 2005.

GONZALO, D.D.P. ; CASAGRANDE, J. C. ; SOARES, M. R. ; Mouta, E. R. . Effect of high levels of vinasse application on soil fertility and potash leaching. In: **XVIII World Congress of Soil Science - Frontiers of Soil Science**, PennsyLVnia. XVIII World Congress of Soil Science - Frontiers of Soil Science, 2006.

GUNKEL, G. et al. Sugar Cane Industry as a Source of Water Pollution – Case Study on the Situation in Ipojuca River, Pernambuco, Brazil. **Water Air Soil Pollut**, v.180, p.261–269, 2007.

GUTIERREZ, L.E. et al. Efeito da aplicação da vinhaça como fertilizante sobre os teores de ácido trans-aconítico de caldo de cana-de-açúcar (*Saccharum spp*). **Anais Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz**, v. 45, p. 453-462, 1988.

HASSUDA S. **Impactos da infiltração da vinhaça de cana-de-açúcar no Aquífero Bauru**. 1989. Dissertação (Mestrado). Instituto de Geociências. Universidade de São Paulo, São Paulo - SP.

LAIME, E. M. O. et al. Possibilidades tecnológicas para a destinação da vinhaça: uma revisão. **Revista Trópica: Ciências Agrárias e Biológicas**, v. 5, n. 3, 2011.

LELIS NETO, J.A. **Monitoramento de componentes químicos da vinhaça aplicados em diferentes tipos de solo**. 2008. Dissertação (Mestrado em Irrigação e Drenagem) – Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz”, Universidade de São Paulo, Piracicaba – SP.

LYRA, M.R.C.C. et al. Topossequência de solos fertirrigados com vinhaça: contribuição para a qualidade das águas do lençol freático. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v.7, n.3, p.525-532, 2003.

LUDOVICE, M.T.F. **Estudo do efeito poluente da vinhaça infiltrada em canal condutor de terra sobre o lençol freático**. 1997. Dissertação (Mestrado). Universidade Estadual de Campinas, Campinas – SP.

KINJO, T., PRATT, P.F. Nitrate adsorption 1. In some acid soils of Mexico and South America. **Soil Science Society of America Journal**. v. 35, p. 722-725, 1971.

KLEIN, F.B.; FONSECA FILHO, H.; ALMEIDA, P.S. Análise sobre o uso da Norma Técnica P4.231 da CETESB como preventiva aos impactos ambientais causados pela vinhaça. In: AUGM Ambiente 2009 - VI Congresso de Maio Ambiente da AUGM Associação de Universidades Grupo de Montevideu, 2009, São Carlos-SP. **Anais... AUGM Ambiente 2009**. Disponível em: <<http://www.ambiente-augm.ufscar.br/uploads/A2-147.pdf>>. Acesso em 04 fev. 2011.

KOFFLER, N. F, et al. **Caracterização edafo-climática das regiões canavieiras do Brasil**. 1ª ed. Piracicaba: IAA-PLANALSUCAR. 1986. 78p.

KORNDÖRFER, G.H.; OLIVEIRA, L.A. de O potássio na cultura da cana-de-açúcar. In: YAMADA, T.; ROBERTS, T.L. **Potássio na agricultura brasileira**, Piracicaba: Associação Brasileira para Pesquisa da Potassa e do Fosfato, 2005. Cap.18, p.469-490.

KORNDÖRFER, G.H.; PRIMAVESI, O.; DEUBER, R. **Crescimento e distribuição do sistema radicular da cana-de-açúcar em solo LVA**. Piracicaba: Cooperusucar. 1989, n.47, p.32-36. (Boletim técnico 47).

MADEJÓN, E. et al. Agricultural use of three (sugar-beet) vinasse composts: effect on crops and chemical properties of a Cambisol soil in the Guadalquivir river valley (SW Spain). **Agriculture, Ecosystems and Environment**, v. 84, n.1, p.55-65, 2001.

Mc BRIDE. Reactions controlling heavy metal solubility in soils. In: STEWART, B.A. (Ed.). **Advances in Soil Science**. New York: Springer-Verlag, v. 10, p. 51–56, 1989.

MALAVOLTA, E. **Elementos de nutrição mineral de plantas**. Piracicaba: Ceres, 1980.

MALAVOLTA, E. Importância da adubação na qualidade dos produtos: função dos nutrientes na planta. In: SÁ, M.E.; BUZZETI, S. **Importância da adubação na qualidade dos produtos agrícolas**. São Paulo: Ícone, p. 19-44, 1994.

MAGALHÃES, V.R. **Influência de doses de vinhaça nas características agronômicas de variedades de cana-de-açúcar, cana-planta e atributos químicos**. 2010. 81f. Dissertação (Mestrado em Produção Vegetal no Semiárido) – Curso de Pós-graduação em Produção Vegetal no Semiárido, Universidade Estadual de Montes Claros.

MARCANO-MARTINEZ, E., McBRIDE, M.B. Calcium and sulfate retention by two Oxisols of the Brazilian Cerrado. **Soil Science Society of America Journal**, v. 60, p. 121-131, 1989.

MARIANO, A.P. et al. The use of vinasse as an amendment to ex-situ bioremediation of soil and groundwater contaminated with diesel oil. **Brazilian Archives of Biology and Technology**, v. 52, n.4, p. 1043-1055, 2009.

MARQUES, M. O. Aspectos Técnicos e Legais da Produção, Transporte e Aplicação de Vinhaça. In: SEGATO, S. V. et al. **Atualização em Produção de Cana-de-Açúcar**. Piracicaba: CP 2, 2006. p. 369-376.

MARTINELLI, L.A.; FILOSO, S. Expansion of Sugarcane Ethanol Production in Brazil: Environmental and Social Challenges. **Ecological Applications**. v. 8, n. 4, p. 885-898, 2008.

MATOS, V.C et al. Cultivo de Cianobactérias em Vinhaça e Separação da Biomassa por Coagulação com Cloreto Férrico. In.: Congresso de Iniciação Científica, 18, 2010, São Carlos. **Anais de Eventos da UFSCar**, v. 6, p. 57, 2010.

MATOS, A.T., GARIGLIO, H.A.A., LO MONACO, P.A.V. Deslocamento miscível de cátions provenientes da vinhaça em colunas de solo. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, Campina Grande, v. 17, n. 7, jul. 2013.

MELO, A.S.S.A.; SILVA, M.P. Estimando o valor da “externalidade positiva” do uso da vinhaça na produção de cana-de-açúcar: um estudo de caso. In: Encontro da Sociedade Brasileira de Economia Ecológica, 4., 2001, Belém, Brasil. **Anais...** Belém: ECOECO, 2001. Acessado em 17 maio 2011. Online. Disponível em <http://www.ecoeco.org.br/artigos/index2.php?titulo=IV-Encontro-Belem-2001en=5>.

MEURER, E.J. Potássio. In: FERNANDES, M.S. **Nutrição mineral de plantas**. Viçosa, MG, Universidade Federal de Viçosa, 2006. p.281-298.

MOUTA, E. R. et al. Copper adsorption as a function of solution parameters of variable charge soils. **Journal of the Brazilian Chemical Society**, v. 19, p. 996-1009, 2008.

MUCHOVEJ, R.M.C.; REHCIGL, J.E. Impacts of nitrogen fertilization of pastures and turfgrasses on water quality. In: LAL, R.; STEWART, B.A. ed. **Soil Processes and Water Quality**. Lewis Publication, p. 91-135, 1994.

MUTTON, M.J.R.; ROSSETTO, R.; MUTTON, M. A. **Termo de Referência para o Workshop Tecnológico sobre Vinhaça**. FCAV/UNESP, Jaboticabal, Brasil, 2007. Disponível em: <www.apta.sp.gov.br/cana/coletanea/Marcia_Mutton%5B1%5D.doc>. Acesso em 10 jan. 2011.

NEVES, M.C.P.; LIMA, I.T.; DOBEREINER, J. Efeito da vinhaça sobre a microflora do solo. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.7, n.2, p.131-136, 1983.

NEVES, L. S.; ERNANI, P. R.; SIMONETE, M. A. Mobilidade de potássio em solos decorrente da adição de doses de cloreto de potássio. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 33, n. 1, 2009.

NUNES, M. R.; VELLOSO, A. C. X.; LEAL, J. R. Efeito da vinhaça nos cátions trocáveis e outros elementos químicos do solo. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v.16, n.2, p.171-176, 1981.

NICOCELLI, L. M. et al. Sorção de potássio em amostras de solo submetidas à aplicação de vinhaça. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 16, n. 7, p. 754-760, 2012.

OLIVEIRA, E. L. et al. Uso de vinhaça de alambique e nitrogênio em cana-de-açúcar irrigada e não irrigada. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Campina Grande-PB, v.44, n.6, p.1398-1403, 2009.

OLIVEIRA, J. J. V. et al. Estudo comparativo de métodos para determinação de nitrato em águas naturais. **Revista do Instituto Adolfo Lutz**, v. 47, p. 25-30, 1987.

OLIVEIRA, J.B. **Solos do Estado de São Paulo: descrição das classes registradas no mapa pedológico**. Campinas: IAC, 1999. p.100. (IAC Boletim Técnico, 45).

OLIVEIRA, J.R.A.; VILELA, L.; PAULA, J.L. Adsorção de nitrato em solos do cerrado do Distrito Federal. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**. v. 35. p. 1199-1205, 2000.

OLIVEIRA, L. A. O potássio na cultura da cana-de-açúcar. In: YAMADA, T.; ROBERTS, T. L. (Eds.). **Potássio na agricultura brasileira**. Piracicaba: ESALQ/USP, 2005. p. 469-490.

ORLANDO FILHO, J.; BITTENCOURT, V. C.; ALVES, M. C. Aplicação de vinhaça em solo arenoso do Brasil e poluição do lençol freático com nitrogênio. **STAB**, v. n. 13, p. 14-16, 1995.

OTTO, R.; VITTI, G.C.; LUZ, P.H.C. Manejo da adubação potássica na cultura da cana-de-açúcar. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa , v. 34, n. 4, 2010.

PAIVA, P.R. et al. Cultivo mixotrófico e heterotrófico de cianobactéria em água residuária da indústria sucroenergética. In: XVII Simpósio Nacional de Bioprocessos, 2009, Natal, RN. **Anais do XVII SINAIFERM**, 2009.

PANT, D.; ADHOLEYA, A. Biological approaches for treatment of distillery wastewater: A review. **Bioresource Technology**, n. 98, p. 2321–2334, 2007.

PARNAUDEAU, V. et al. Vinasse organic matter quality and mineralization potential, as influenced by raw material, fermentation and concentration processes, **Bioresource Technology**, .n. 99, p. 1553-1562, 2008.

PAVINATO, P. S.; ROSOLEM, C. A.. Disponibilidade de nutrientes no solo: decomposição e liberação de compostos orgânicos de resíduos vegetais. **Revista Brasileira de Ciências do Solo**, Viçosa, v. 32, n.3, p. 911-920, 2008.

PENATTI, C.P. et al. Vinasse: a liquid fertilizer. In: **Proceedings of the XXV ISSCT Congress**, v. 1, Guatemala, p. 403-411, 2005.

RAIJ, B. van et al. (Eds). **Recomendações de adubação e calagem para o estado de São Paulo**. 2 ed. Campinas: IAC, 1996. 285 p. (IAC. Boletim Técnico, 100).

RAIJ, B. van et al. (Ed.). **Análise química para avaliação da fertilidade de solos tropicais**. Campinas: Instituto Agrônomo, 2001. p. 262-276.

RAIJ, B. van. **Fertilidade do solo e manejo de nutrientes**. Piracicaba: International Plant Nutrition Institute, 2011. 420 p.

RAVAGNANI M.A.S.S. Improving energetic performance and water usage in an industrial ethanol distillery. **ICHEM E**, v. 85, p. 526-532, 2007.

RESENDE, A.S et al. Efeito da queima da palhada da cana-de-açúcar e de aplicações de vinhaça e adubo nitrogenado em características tecnológicas da cultura. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 30, n. 6, p. 937-941, 2006.

RESENDE, A.V.D. et al. Suprimento de potássio e pesquisa de uso de rochas “in natura” na agricultura brasileira. **Revista Espaço e Geografia**, v. 19, n. 1, p. 19-42, 2010.

RIBEIRO, B.T. et al. Lead sorption and leaching from an Inceptisol sample amended with sugarcane vinasse. **Scientia Agricola**, v. 67, n. 4, p. 441-447, 2010.

RODRIGUES, J.D. **Fisiologia da cana-de-açúcar**. Botucatu: Instituto de Biociências – Universidade Estadual Paulista, 1995. 99p. (Apostila)

RIPKA, R. et al. Generic Assignments Strain Histories and Properties of Pure Cultures of Cyanobacteria. **Journal of General Microbiology**, v.111, p.1-61, 1979.

ROCHA, P.N. Hipercalcemia. **Journal of Brazilian Nefrology**, v.31, n.1, p.5, 2009.

ROSOLEM, C.A.; SANTOS, F.P.; FOLONI, J.S.S. e CALONEGO, J.C. Potássio no solo em consequência da adubação sobre a palha de milho e chuva simulada. Pesquisa Agropecuária Brasileira, v. 41, p. 1033-1040, 2006.

ROSSETTO, R. et al. Calagem para a cana-de-açúcar e sua interação com a adubação potássica. **Bragantia**, Campinas, v. 63, n. 1, 2004.

ROSSETTO, R. et al. Nutrição e Adubação: Potássio. In: Dinardo-Miranda, L.L. et al. **Cana-de-açúcar**. 1ª edição. Campinas, 2010, cap. 12, p. 289-312.

ROSSETTO, R. Concentrated vinasse use on sugarcane plants: soil chemical attributes, ion leaching and agronomic efficiency monitoring. **Complete BIOEN Program Folder**, Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP), jun. 2010. Disponível em: <http://bioenfapesp.org/index.php?option=com_jdownload&Itemid=108&task=view.download&id=107&lang=en>. Acesso em 05 jul. 2011.

SANCHEZ, P. A. **Properties and Management of Soils in the Tropics**. New York: Wiley – Interscience, 1976, 618 p.

SANTOS, L. V. et al. Adsorção de cloreto e potássio em solos tropicais. **Anuário do Instituto de Geociências** – UFRJ, v.29, p.101-121, 2006.

SANTOS, T M.C. et al. Efeito da fertirrigação com vinhaça nos microrganismos do solo. **Revista Caatinga**, v. 22, n. 1, 2009.

SÃO PAULO (ESTADO). **Decreto nº 8468, de 8 de setembro de 1976. Aprova o regulamento da Lei 997 de 31 de maio de 1976, que dispõe sobre a prevenção e o controle da poluição do meio ambiente. Com alterações posteriores**. Disponível em: <http://www.cetesb.sp.gov.br/licenciamentoo/legislacao/estadual/decretos/1976_De_c_est_8468.pdf>. Acesso em: 12 abr. 2013.

SATYAWALI, Y.; BALAKRISHNAN, M. Wastewater treatment in molasses-based alcohol distilleries for COD and color removal: A review. **Journal of Environmental Management**, n. 86, p.481–497, 2008.

SEGURA-MUNOZ S. I. et al. Metal levels in sugar cane (*Saccharum spp.*) samples from an area under the influence of a municipal landfill and a medical waste treatment system in Brazil. **Environment International**, n.32, p.52–57, 2006.

SENGIK, E. et al. Efeito da vinhaça em algumas propriedades de amostras de dois solos de Viçosa, MG. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.12, p.11-15, 1988.

SILVA, M.A.S. et al. Uso de vinhaça e impacto nas propriedades do solo e lençol freático. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v.11, n.1, p.108-114, 2007.

SILVA, A. F.; FERREIRA, A. C. S. Um Estudo Teórico Sobre a Contabilização dos Impactos Ambientais no Setor Sucroenergético. **Revista de Contabilidade e Organizações**, v. 4, n. 8, p. 139-159, jan./abr. 2010.

SILVA, A. **Vinhaça concentrada de cana-de-açúcar: monitoramento das propriedades químicas do solo e mineralização líquida do nitrogênio**. Tese (Doutorado em Ciências), Centro de Energia Nuclear na Agricultura da Universidade de São Paulo. Piracicaba, 2012, 109 p.

SILVA, N. F. et al. Distribuição de solutos em colunas de solo com vinhaça. **Irriga**, Botucatu, v. 1, n. 1, p. 340 - 350, 2012.

SILVA, A. et al. Net and Potential Nitrogen Mineralization in Soil with Sugarcane Vinasse. **Sugar Tech**, v. 15, n. 2, p. 159–164, 2013

SCHNEIDER, C. F. et al. Formas de gestão e aplicação de resíduos da cana-de-açúcar visando redução de impactos ambientais **Revista Verde (Mossoró – RN)**, v. 7, n. 5, p. 08-17, 2012.

SILVA, M. A. S., GRIEBELER, N. P., BORGES, L. C. Uso de vinhaça e impactos nas propriedades do solo e lençol freático. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, Campina Grande, v.11, n.1, p.108-114, 2007.

SOARES, M. R. et al. Adsorção de boro em solos ácidos em função da variação do pH. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 32, p. 111-120, 2008.

SOARES, M.R.; ALLEONI, L.R.F. Contribution of soil organic carbon to the ion exchange capacity of tropical soils. **Journal of Sustainable Agriculture**, v.32, p.439-462, 2008.

SOARES, M. R. et al. Effect of ionic strength and pH on cadmium adsorption by Brazilian variable charge soils. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, v. 40, p. 2132-2151, 2009.

SOARES, M.R.; CASAGRANDE, J.C. Adsorção e modelos. In: M.R., RIBEIRO et al. (Eds). **Tópicos em ciência do solo VI**, Viçosa, Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 2009. 497p.

SOARES, M. R.; CASAGRANDE, J. C.; MOUTA, E. R. Nickel adsorption by variable charge soils: effect of pH and ionic strength. **Brazilian Archives of Biology and Technology**, v. 54, p. 207-220, 2011.

SOUZA, M. D. et al., Adsorção e Lixiviação de *Tebuthiuron* em três tipos de solo. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, vol. 25. p. 1053-1061, 2001.

SOUZA, S. A. V. Métodos de Utilização e Aplicação de Vinhaça (Painel 2) In: WORKSHOP TECNOLÓGICO SOBRE VINHAÇA (Projeto Programa de Pesquisa em Políticas Públicas), 1., 10 out. 2007, Jaboticabal, Brasil. **Anais...** Jaboticabal: FCAV/UNESP, 2007. Acessado em 15 jan. 2010. Online. Disponível em: <http://www.apta.sp.gov.br/cana/anexos/position_paper_sessao2_veronez.pdf>.

SOUZA, S. R.; FERNANDES, M. S. Nitrogenio. In: FERNANDES, M. S. **Nutrição Mineral de Plantas**. Viçosa – MG. Editora Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 2006. Cap. 9. p. 216-252.

SOUZA, E. L. L.; MACEDO, I. C. (coord. e org.). **Etanol e bioeletricidade: a cana-de-açúcar no futuro da matriz energética**. São Paulo: Luc Projetos de Comunicação Ltda., 2010, 315p.

SPARKS, D.L. **Environmental soil chemistry**. San Diego: Academic Press, 1995. 267 p.

SPOSITO, G. **The chemistry of soils**. New York, Oxford University Press, 1989. 277p

SOWMEYAN. R.; WAMINATHAN, G.S. Effluent treatment process in molasses-based distillery industries: a review, **The Journal of Hazardous Materials**, v. 152, p.453–462, 2008.

SZMRECSÁNYI, T. et al. Texto para Discussão 32: Dimensões, Riscos e Desafios da Atual Expansão Canavieira. Brasília, DF: **EMBRAPA Informação Tecnológica**, 2008. 150 p. Acessado em 02 maio 2011. Online. Disponível em: <http://www.incra.gov.br/portal/arquivos/noticias/Texto-32_19-11-08.pdf>.

UNIÃO DA INDÚSTRIA DE CANA-DE-AÇÚCAR (UNICA). **Produção de cana-de-açúcar e exportação de açúcar e etanol na safra 2009/2010**. 2010. Disponível em: <<http://www.unica.com.br/dadosCotacao/estatistica>>. Acesso em 17 jan. 2011.

VILELA, L.; SOUSA, D.M.G.; SILVA, J.E. Adubação potássica. In: SOUSA, D.M.G.; LOBATO, E. (Eds.). **Cerrado: correção do solo e adubação**. Planaltina: Embrapa Cerrados, 2004, p.169-183.

ZAYAS, T. et al. Applicability of coagulation/flocculation and electrochemical processes to the purification of biologically treated vinasse effluent. **Separation and Purification Technology**, n. 57, p. 270–276, 2007.

ZOLIN, C.A. et al. Estudo exploratório do uso da vinhaça ao longo do tempo: I. Características do solo. **Revista brasileira de engenharia agrícola e ambiental**, v. 15, n. 1, 2011.

WAAL, J.R. et al. Influence of the vinasse application in sugar cane fields in Patrocínio Paulista, São Paulo State, Brazil. In: BREBBIA, C.A. (ed.) **Environmental Health Risk V**, Wessex Institute of Technology, UK: WIT Press, v. 14, p. 113-124, 2009.

WARD, A. D., TRIMBLE, S. W. **Environmental Hydrology**, 2nd edn, CRC Press LLC, Florida, 2004.

WERLE, R.; GARCIA, R. A. , ROSOLEM, C. A.. Lixiviação de potássio em função da textura e da disponibilidade do nutriente no solo. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, vol.32, n.6, p. 2297-2305, 2008.

WILKIE, A.C. et al. Stillage characterization and anaerobic treatment of ethanol stillage from conventional and cellulosic feedstock. **Biomass and Bioenergy**, v. 19, n. 2. p. 63-102, 2000.

WHEALS, A.E. et al. Fuel ethanol after 25 years. **Trends Biotechnology**, v.17, p. 482–487, 1999.

APÊNDICE

APÊNDICE

Tabela I. Parâmetros analisados com 4 repetições (de 4 amostras distintas) para a análise estatística das vinhaças utilizadas no experimento.

Tratamentos	Amostra	pH	CE (dS m ⁻¹)	K ₂ O (kg m ³)	Nitrato (mg L ⁻¹)	DQO (mg O ₂ L ⁻¹)
<i>In natura</i>	1	4,30	13,72	5,04	2,73	47672,0
	2	4,44	13,05	4,68	6,56	50702,0
	3	4,63	12,25	4,78	3,68	52722,0
	4	4,43	13,04	4,70	5,79	37572,0
Médias		4,45 c	13,02 c	4,80 b	4,69 b	47167,0 b
Concentrada	1	4,17	25,01	17,25	12,25	213462,0
	2	4,10	23,63	18,30	10,61	219492,0
	3	4,09	24,78	16,60	15,89	233562,0
	4	4,14	23,46	18,90	9,88	203412,0
Médias		4,13 d	24,22 b	17,76 a	12,16 a	217482,0 a
Trat. Biológico	1	6,16	27,45	4,58	9,30	44872,0
	2	6,38	26,29	4,53	8,50	38908,0
	3	6,29	25,51	3,93	10,12	42032,0
	4	6,50	24,32	4,82	11,72	45582,0
Médias		6,33 b	25,89 a	4,47 b	9,91 a	42848,50 b
Trat. Químico	1	7,61	27,64	4,82	3,38	44642,0
	2	7,60	27,43	5,10	8,16	60200,0
	3	7,60	26,25	4,39	10,02	56200,0
	4	7,61	26,59	4,56	9,34	46200,0
Médias		7,61 a	26,98 a	4,72 b	7,72 b	51810,5 b

Médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente pelo Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas.

Tabela II. Quadro de análise com interação dupla para NO₃⁻ no lixiviado (tratamentos x tempo).

Causas de Variação	GL	SQ	QM	F	
Tratamentos de vinhaça (V)	8	122513,9	15314,24	16,964	**
Resíduo-a	18	16249,46	902,7478		
Parcelas	26	138763,4			
Tempos (10 semanas) (T)	9	634400	33389,47	118,7924	**
Interação V x T	72	167447,7	1101,63	3,9194	**
Resíduo-b	162	96127,38	281,0742		
Total	269	1036739			

** significativo ao nível de 1% de probabilidade ($p < .01$); * significativo ao nível de 5% de probabilidade ($.01 = p < .05$); ^{ns} não significativo ($p \geq .05$)

Tabela III. Médias de NO_3^- na solução do solo do extrator superior pela interação dupla (tratamentos x tempos).

Tratamentos	Dias de monitoramento																			
	15	30	45	60	75	90	105	120	135	150										
B1	325,19	abAB	389,15	aA	419,49	abA	272,48	abBC	157,09	abCD	87,44	aDE	75,76	aDE	66,21	aDE	55,81	aDE	38,28	aE
B2	335,58	abA	343,85	abA	367,21	bA	260,23	abAB	165,36	abBC	95,70	aCD	84,87	aCD	61,79	aCD	55,10	aCD	41,81	aD
C1	227,83	bBC	173,85	cdCD	461,28	abA	311,76	abB	237,23	abBC	95,56	aDE	84,02	aDE	45,13	aE	65,64	aDE	40,90	aE
C2	295,53	abB	260,53	bcB	520,51	aA	369,78	aB	281,33	aB	95,56	aC	83,59	aC	64,22	aC	55,10	aC	43,12	aC
Q1	374,62	aAB	411,94	aA	372,19	bAB	271,91	abB	152,11	bC	127,46	aC	88,15	aC	63,50	aC	58,66	aC	39,82	aC
Q2	409,94	aA	443,85	aA	393,13	bA	266,92	abB	199,69	abBC	75,85	aD	88,29	aCD	58,95	aD	49,90	aD	41,19	aD
T	75,97	cB	113,52	dAB	197,64	cA	68,65	cB	115,21	bAB	52,25	aB	37,29	aB	41,85	aB	38,86	aB	34,12	aB
V1	398,97	aA	374,33	abA	419,34	abA	217,78	bB	151,25	bBC	81,31	aCD	76,75	aCD	55,81	aCD	65,50	aCD	31,84	aD
V2	376,47	aA	411,08	aA	365,93	bA	191,85	bcB	180,74	abBC	102,68	aBCD	101,97	aBCD	63,50	aD	67,49	aCD	42,72	aD

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.

Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas.

Tabela IV. Quadro de análise com para NO₃ nos tratamentos microbiológicos V1 e V2.

Causas de variação	GL	SQ	QM	F	
Tratamentos de vinhaça (V1 e V2) (V)	1	149,2023	149,2023	0,0515	ns
Resíduo-a	4	11592,47	2898,118		
Parcelas	5	11741,67			
Tempo (20 semanas) (T)	9	1183957	131550,7	50,4649	**
Interação V x T	9	11140,39	1237,821	0,4748	ns
Resíduo-b	36	93844,06	2606,78		
Total	59	1300683			

** significativo ao nível de 1% de probabilidade ($p < .01$)

* significativo ao nível de 5% de probabilidade ($.01 \leq p < .05$)

ns não significativo ($p \geq .05$)

Tabela V. Quadro de análise com para NO₃ nos tratamentos microbiológicos C1 e C2.

Causas de variação	GL	SQ	QM	F	
Tratamentos de vinhaça (C1 e C2) (V)	1	15949,2	15949,2	14,9103	*
Resíduo-a	4	4278,695	1069,674		
Parcelas	5	20227,89			
Tempo (20 semanas) (T)	9	1206946	134105,1	179,6355	**
Interação V x T	9	16147,29	1794,144	2,4033	*
Resíduo-b	36	26875,44	746,5401		
Total	59	1270196			

** significativo ao nível de 1% de probabilidade ($p < .01$)

* significativo ao nível de 5% de probabilidade ($.01 \leq p < .05$)

ns não significativo ($p \geq .05$)

Tabela VI. Quadro de análise com para NO₃- nos tratamentos microbiológicos Q1 e Q2.

Causas de variação	GL	SQ	QM	F	
Tratamentos de vinhaça (Q1 e Q2) (V)	1	680,4105	680,4105	0,2285	ns
Resíduo-a	4	11910,97	2977,742		
Parcelas	5	12591,38			
Tempo (20 semanas) (T)	9	1294597	143844,1	67,5803	**
Interação V x T	9	10953,94	1217,104	0,5718	ns
Resíduo-b	36	76625,68	2128,491		
Total	59	1394768			

** significativo ao nível de 1% de probabilidade ($p < .01$)

* significativo ao nível de 5% de probabilidade ($.01 \leq p < .05$)

ns não significativo ($p \geq .05$)

Tabela VII. Quadro de análise com para NO_3^- nos tratamentos microbiológicos B1 e B2.

Causas de variação	GL	SQ	QM	F	
Tratamentos de vinhaça (B1 e B2) (V)	1	852,4257	852,4257	0,0484	ns
Resíduo-a	4	70400,13	17600,03		
Parcelas	5	71252,55			
Tempo (20 semanas) (T)	9	1060755	117861,6	40,031	**
Interação V x T	9	7090,777	787,8641	0,2676	*
Resíduo-b	36	105993,4	2944,261		
Total	59	1245091			

** significativo ao nível de 1% de probabilidade ($p < .01$)

* significativo ao nível de 5% de probabilidade ($.01 \leq p < .05$)

ns não significativo ($p \geq .05$)

Tabela VIII. Teores médios de NO_3^- em solução do solo coletada a 50 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça *in natura*.

Doses	Dias de monitoramento																			
	15		30		45		60		75		90		105		120		135		150	
V1	398,97	aA	374,33	aA	419,34	aA	217,78	aB	151,25	aBC	81,31	aBC	76,75	aC	55,81	aC	65,50	aC	31,84	aC
V2	376,47	aA	411,08	aA	365,93	aA	191,85	aB	180,74	aBC	102,68	aBC	101,97	aBC	63,50	aBC	67,49	aBC	42,72	aC

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas.

Tabela IX45. Teores médios de NO_3^- em solução do solo coletada a 50 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça concentrada.

Doses	Dias de monitoramento																			
	15		30		45		60		75		90		105		120		135		150	
C1	227,83	bC	173,85	bC	461,28	bA	311,76	bB	237,23	aBC	95,56	aD	84,02	aD	45,13	aD	65,64	aD	40,90	aD
C2	295,53	aBC	260,53	aC	520,51	aA	369,78	aB	281,33	aC	95,56	aD	83,59	aD	64,22	aD	55,10	aD	43,12	aD

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas.

Tabela X46. Teores médios de NO_3^- em solução do solo coletada a 50 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça in natura após tratamento químico.

Doses	Dias de monitoramento																			
	15	30	45	60	75	90	105	120	135	150										
Q1	374,62	aAB	411,94	aA	372,19	aAB	271,91	aBC	152,11	aCD	127,46	aD	88,15	aD	63,50	aD	58,66	aD	39,82	aD
Q2	409,94	aA	443,85	aA	393,13	aAB	266,92	aBC	199,69	aCD	75,85	aDE	88,29	aDE	58,95	aE	49,90	aE	41,19	aE

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas.

Tabela XI47. Teores médios de NO_3^- em solução do solo coletada a 50 cm, ao longo de 150 dias, após a aplicação de diferentes doses de vinhaça in natura após tratamento biológico.

Doses	Dias de monitoramento																			
	15	30	45	60	75	90	105	120	135	150										
B1	325,19	aA	389,15	aA	419,49	aA	272,48	aAB	157,09	aBC	87,44	aC	75,76	aC	66,21	aC	55,81	aC	38,28	aC
B2	335,58	aA	343,85	aA	367,21	aA	260,23	aAB	165,36	aBC	95,70	aC	84,87	aC	61,79	aC	55,10	aC	41,81	aC

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas.

Tabela XII. Quadro de Análise com interação dupla (tratamentos x tempo) para NO_3^- para a solução do solo coletada a 100 cm, através do extrator inferior.

Causas de Variação	GL	SQ	QM	F	
Tratamentos de vinhaça (V)	8	444250	55531,25	17,5205	**
Resíduo-a	18	57050,906	3169,495		
Parcelas	26	501300,9			
Tempos (10 medições) (T)	9	1294145,7	143794	63,9023	**
Interação V x T	72	390123,31	5418,379	2,4079	**
Resíduo-b	162	364534,77	2250,215		
Total	269	2550104,7			

** significativo ao nível de 1% de probabilidade ($p < .01$)

* significativo ao nível de 5% de probabilidade ($.01 \leq p < .05$)

ns não significativo ($p \geq .05$)

Tabela XIII. Médias de NO_3^- na solução do solo lixiviada em cada um dos tratamentos nos 5 meses de monitoramento quinzenal.

Tratamentos	Dias de monitoramento																				
	15	30	45	60	75	90	105	120	135	150											
B1	1	61,86	aD	60,07	aD	103,26	abBCD	146,55	abBCD	187,09	bcABC	307,52	abA	208,09	abAB	104,96	abBCD	71,91	aCD	72,37	aCD
B2	2	48,46	aC	64,57	aC	143,68	abBC	161,10	aBC	351,97	aA	347,12	abA	235,73	aAB	228,03	aAB	102,11	aC	103,38	aC
C1	3	45,23	aC	45,67	aC	156,66	abABC	154,13	aABC	187,95	bcAB	247,83	bcA	188,86	abAB	104,53	abBC	78,46	aBC	72,17	aBC
C2	4	47,52	aD	89,36	aCD	193,29	aBC	191,37	aBC	377,30	aA	396,55	aA	253,06	aB	160,37	abBCD	164,22	aBCD	117,94	aCD
Q1	5	31,08	aC	59,84	aBC	146,85	abBC	173,21	aAB	164,30	bcB	292,71	abA	174,47	abAB	93,28	bBC	82,31	aBC	82,25	aBC
Q2	6	69,77	aD	75,02	aD	174,45	abCD	89,92	abD	355,17	aA	346,01	abAB	227,32	aBC	110,94	abCD	87,86	aD	93,81	aD
T	7	36,83	aA	32,42	aA	61,59	bA	28,62	bA	67,52	cA	76,91	dA	95,68	bA	80,88	bA	51,11	aA	60,71	aA
V1	8	60,74	aA	40,99	aA	69,00	bA	77,40	abA	119,74	cA	150,20	cdA	155,95	abA	90,28	bA	72,91	aA	65,79	aA
V2	9	60,79	aE	68,44	aDE	200,84	aABC	172,43	aABCDE	283,07	abA	240,71	bcAB	185,16	abABCD	120,63	abBCDE	83,59	aCDE	82,94	aCDE

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.

Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas.

Tabela XIV. Quadro de análise com para NO₃ nos tratamentos microbiológicos V1 e V2

Causas de variação	GL	SQ	QM	F	
Tratamentos de vinhaça (V1 e V2) (V)	1	53211,1	53211,1	14,6159	*
Resíduo-a	4	14562,56	3640,641		
Parcelas	5	67773,66			
Tempo (20 semanas) (T)	9	161584,2	17953,8	13,7544	**
Interação V x T	9	43117,61	4790,845	3,6703	**
Resíduo-b	36	46991,19	1305,311		
Total	59	319466,7			

** significativo ao nível de 1% de probabilidade ($p < .01$)

* significativo ao nível de 5% de probabilidade ($.01 \leq p < .05$)

ns não significativo ($p \geq .05$)

Tabela XV. Quadro de análise com para NO₃ nos tratamentos microbiológicos C1 e C2

Causas de variação	GL	SQ	QM	F	
Tratamentos de vinhaça (C1 e C2) (V)	1	75510,66	75510,66	30,4028	**
Resíduo-a	4	9934,688	2483,672		
Parcelas	5	85445,35			
Tempo (20 semanas) (T)	9	439505,1	48833,9	13,4133	**
Interação V x T	9	43445,64	4827,294	1,3259	ns
Resíduo-b	36	131065,9	3640,72		
Total	59	699462,1			

** significativo ao nível de 1% de probabilidade ($p < .01$)

* significativo ao nível de 5% de probabilidade ($.01 \leq p < .05$)

ns não significativo ($p \geq .05$)

Tabela XVI. Quadro de análise com para NO₃ nos tratamentos microbiológicos Q1 e Q2

Causas de variação	GL	SQ	QM	F	
Tratamentos de vinhaça (Q1 e Q2) (V)	1	16334,16	16334,16	6,057	ns
Resíduo-a	4	10786,98	2696,744		
Parcelas	5	27121,14			
Tempo (20 semanas) (T)	9	424371,6	47152,4	20,4709	**
Interação V x T	9	61615,58	6846,176	2,9722	**
Resíduo-b	36	82921,89	2303,386		
Total	59	596030,2			

** significativo ao nível de 1% de probabilidade ($p < .01$)

* significativo ao nível de 5% de probabilidade ($.01 \leq p < .05$)

ns não significativo ($p \geq .05$)

Tabela XVII. Quadro de análise com para NO_3^- nos tratamentos microbiológicos B1 e B2.

Causas de variação	GL	SQ	QM	F	
Tratamentos de vinhaça (B1 e B2) (V)	1	32083,38	32083,38	5,9002	ns
Resíduo-a	4	21750,57	5437,642		
Parcelas	5	53833,94			
Tempo (20 semanas) (T)					*
	9	456603,8	50733,75	18,8261	*
Interação V x T	9	40794,48	4532,72	1,682	ns
Resíduo-b	36	97015,09	2694,864		
Total	59	648247,3			

** significativo ao nível de 1% de probabilidade ($p < .01$)

* significativo ao nível de 5% de probabilidade ($.01 \leq p < .05$)

ns não significativo ($p \geq .05$)

Tabela XVIII. Médias de NO₃⁻ nos tratamentos B1 e B2 nas dez medições realizadas.

Doses	Dias de monitoramento																			
	15	30	45	60	75	90	105	120	135	150										
B1	61,86	aC	60,07	aC	103,26	aBC	146,55	aBC	187,09	bABC	307,52	aA	208,09	aAB	104,96	bBC	71,91	aBC	72,37	aBC
B2	48,46	aC	64,57	aC	143,68	aBC	161,10	aBC	351,97	aA	347,12	aA	235,73	aAB	228,03	aAB	102,11	aBC	103,38	aBC

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas.

Tabela XIX. Médias de NO₃⁻ nos tratamentos C1 e C2 nas dez medições realizadas.

Doses	Dias de monitoramento																			
	15	30	45	60	75	90	105	120	135	150										
C1	45,23	aB	45,67	aB	156,66	aAB	154,13	aAB	187,95	bAB	247,83	bA	188,86	aAB	104,53	aAB	78,46	aB	72,17	aB
C2	47,52	aC	89,36	aBC	193,29	aBC	191,37	aBC	377,30	aA	396,55	aA	253,06	aAB	160,37	aBC	164,22	aBC	117,94	aBC

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas.

Tabela XX. Médias de NO₃⁻ nos tratamentos Q1 e Q2 nas dez medições realizadas.

Doses	Dias de monitoramento																			
	15	30	45	60	75	90	105	120	135	150										
Q1	31,08	aC	59,84	aBC	146,85	aBC	173,21	aAB	164,30	bAB	292,71	aA	174,47	aAB	93,28	aBC	82,31	aBC	82,25	aBC
Q2	69,77	aC	75,02	aC	174,45	aBC	89,92	bC	355,17	aA	346,01	aA	227,32	aAB	110,94	aBC	87,86	aC	93,81	aC

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas.

Tabela XXI. Médias de NO_3^- nos tratamentos V1 e V2 nas dez medições realizadas.

Doses	Dias de monitoramento																			
	15	30	45	60	75	90	105	120	135	150										
V1	60,74	aAB	40,99	aB	69,00	bAB	77,40	bAB	119,74	bAB	150,20	bA	155,95	aA	90,28	aAB	72,91	aAB	65,79	aAB
V2	60,79	aE	68,44	aE	200,84	aABC	172,43	aBCD	283,07	aA	240,71	aAB	185,16	aABC	120,63	aCDE	83,59	aDE	82,94	aDE

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. foi aplicado o teste de tukey ao nível de 5% de probabilidade. colunas – letras minúsculas; linhas – letras maiúsculas.

Tabela XXII. Quadro de análise com interação dupla para NO_3^- no lixiviado (tratamentos x tempo).

Causas de Variação	GL	SQ	QM	F	
Tratamentos de vinhaça (V)	8	122513,9	15314,24	16,964	**
Resíduo-a	18	16249,46	902,7478		
Parcelas	26	138763,4			
Tempos (20 semanas) (T)	9	634400	33389,47	118,7924	**
Interação V x T	72	167447,7	1101,63	3,9194	**
Resíduo-b	162	96127,38	281,0742		
Total	269	1036739			

** significativo ao nível de 1% de probabilidade ($p < .01$)

* significativo ao nível de 5% de probabilidade ($.01 \leq p < .05$)

ns não significativo ($p \geq .05$)

Tabela XXIII. Médias de NO_3^- na solução do solo lixiviada pela interação dupla (tratamentos x tempos).

Tratamentos	Semanas de monitoramento																				
	1		2		3		4		5		6		7		8		9		10		
B1	1	1,24	aD	2,32	aD	2,03	aD	2,32	aD	2,30	aD	3,17	aD	2,33	aD	3,53	aD	3,06	aD	9,73	aCD
B2	2	1,21	aG	2,29	aG	2,35	aG	2,72	aG	3,42	aFG	4,24	aFG	2,61	aG	9,38	aEFG	14,87	aEFG	30,77	aDEFG
C1	3	1,01	aE	2,52	aE	2,15	aE	2,72	aE	2,83	aE	5,33	aCDE	4,46	aCDE	3,46	aDE	4,23	aCDE	13,07	aCDE
C2	4	1,27	aE	2,58	aE	2,69	aE	3,20	aE	3,42	aE	5,33	aE	5,16	aE	5,94	aE	9,93	aE	26,11	aDE
Q1	5	1,12	aD	2,35	aD	1,86	aD	2,26	aD	2,93	aD	3,98	aD	3,29	aD	3,20	aD	14,13	aCD	11,44	aCD
Q2	6	1,01	aE	2,63	aE	2,06	aE	2,66	aE	2,75	aE	4,48	aE	3,79	aE	11,13	aDE	23,45	aDE	33,60	aDE
T	7	1,09	aA	1,92	aA	2,06	aA	2,06	aA	2,16	aA	2,61	aA	1,58	aA	1,89	aA	2,19	aA	5,32	aA
V1	8	1,29	aA	2,03	aA	2,32	aA	2,32	aA	2,73	aA	3,85	aA	2,34	aA	2,79	aA	8,03	aA	9,06	aA
V2	9	1,07	aE	2,03	aE	2,38	aE	2,72	aE	3,23	aE	4,15	aE	3,32	aE	3,46	aE	14,68	aDE	15,60	aDE
Tratamentos	11		12		13		14		15		16		17		18		19		20		
B1	1	22,53	cBCD	54,28	bcABC	77,05	bcdA	93,92	abcA	83,13	bcA	70,04	dAB	63,72	cdAB	73,15	abA	53,75	abABC	46,77	abABCD
B2	2	49,66	abcDEFG	54,28	bcCDE	103,68	abcAB	138,80	aA	146,63	aA	121,19	abcA	112,59	aAB	101,71	aABC	64,16	abBCD	52,19	abDEF
C1	3	33,34	bcBCDE	90,98	bA	64,88	cdAB	75,53	cdAB	87,99	bA	79,61	cdAB	67,49	bcdAB	51,66	bcABCD	52,63	abcABC	43,07	abABCDE
C2	4	79,91	aBC	137,07	aA	115,40	abAB	135,08	aA	156,35	aA	126,42	abAB	85,65	abcBC	82,31	abBC	59,33	abCD	46,02	abCDE
Q1	5	35,64	abcBCD	85,71	bA	78,59	abcdAB	75,95	cdAB	82,26	bcAB	81,60	bcdAB	77,83	abcdAB	48,13	bcABCD	59,51	abABC	46,68	abABCD
Q2	6	53,40	abcCD	89,42	bBC	123,03	aAB	128,61	abAB	123,66	abAB	139,41	aA	112,17	abAB	99,08	aABC	88,45	aBC	58,21	aCD
T	7	8,65	cA	9,56	cA	16,99	eA	8,89	eA	11,01	dA	10,44	eA	15,26	eA	11,74	cA	8,49	cA	7,50	bA
V1	8	34,20	bcA	46,49	bcA	42,19	deA	46,62	deA	40,86	cdA	41,55	deA	35,22	deA	41,57	bcA	21,78	bcA	33,31	abA
V2	9	67,94	abBC	139,31	aA	98,82	abcAB	87,07	bcdBC	85,18	bcBC	66,34	dbc	60,32	cdBCD	60,48	abBCD	48,67	abcCDE	44,12	abCDE

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.

Tabela XXIV. Quadro de análise com para NO_3^- nos tratamentos microbiológicos B1 e B2.

Causas de variação	GL	SQ	QM	F	
Tratamentos de vinhaça (B1 e B2) (V)	1	9103,204	9103,204	12,8564	*
Resíduo-a	4	2832,281	708,0703		
Parcelas	5	11935,49			
Tempo (20 semanas) (T)	19	207289,6	10909,98	32,8522	**
Interação V x T	19	12000,43	631,6016	1,9019	*
Resíduo-b	76	25239,07	332,093		
Total	119	256464,6			

** significativo ao nível de 1% de probabilidade ($p < .01$)

* significativo ao nível de 5% de probabilidade ($.01 \leq p < .05$)

ns não significativo ($p \geq .05$)

Tabela XXV. Quadro de análise com para NO_3^- nos tratamentos microbiológicos C1 e C2.

Causas de variação	GL	SQ	QM	F	
Tratamentos de vinhaça (C1 e C2) (V)	1	12013,05	12013,05	19,2992	*
Resíduo-a	4	2489,852	622,4631		
Parcelas	5	14502,9			
Tempo (20 semanas) (T)	19	224681,9	11825,36	56,0052	**
Interação V x T	19	16170,59	851,0839	4,0308	**
Resíduo-b	76	16047,22	211,1476		
Total	119	271402,6			

** significativo ao nível de 1% de probabilidade ($p < .01$)

* significativo ao nível de 5% de probabilidade ($.01 \leq p < .05$)

ns não significativo ($p \geq .05$)

Tabela XXVI. Quadro de análise com para NO_3^- nos tratamentos microbiológicos Q1 e Q2.

Causas de variação	GL	SQ	QM	F	
Tratamentos de vinhaça (Q1 e Q2) (V)	1	11097,39	11097,39	4,5949	ns
Resíduo-a	4	9660,515	2415,129		
Parcelas	5	20757,9			
Tempo (20 semanas) (T)	19	205230,5	10801,61	17,286	**
Interação V x T	19	13890,26	731,0662	1,1699	ns
Resíduo-b	76	47490,7	624,8776		
Total	119	287369,4			

** significativo ao nível de 1% de probabilidade ($p < .01$)

* significativo ao nível de 5% de probabilidade ($.01 \leq p < .05$)

ns não significativo ($p \geq .05$)

Tabela XXVII. Quadro de análise com para NO_3^- nos tratamentos microbiológicos V1 e V2.

Causas de variação	GL	SQ	QM	F	
Tratamentos de vinhaça (V1 e V2) (V)	1	11427,48	11427,48	38,7949	**
Resíduo-a	4	1178,247	294,5619		
Parcelas	5	12605,73			
Tempo (20 semanas) (T)	19	99422,23	5232,749	35,3219	**
Interação V x T	19	17211,42	905,8644	6,1147	**
Resíduo-b	76	11259	148,1447		
Total	119	140498,4			

** significativo ao nível de 1% de probabilidade ($p < .01$)

* significativo ao nível de 5% de probabilidade ($.01 \leq p < .05$)

ns não significativo ($p \geq .05$)

Tabela XXVIII. Diferenças na concentração de NO_3^- entre as doses de vinhaça dos tratamentos B1 e B2 no lixiviado em relação ao tempo.

Doses	Semanas de monitoramento																			
	1		2		3		4		5		6		7		8		9		10	
B1	1,24	aD	2,32	aD	2,03	aD	2,32	aD	2,30	aD	3,17	aD	2,33	aD	3,53	aD	3,06	aD	9,73	aCD
B2	1,21	aE	2,29	aE	2,35	aE	2,72	aE	3,42	aE	4,24	aE	2,61	aE	9,38	aE	14,87	aDE	30,77	aDE
Doses	11		12		13		14		15		16		17		18		19		20	
	B1	22,53	aBCD	54,28	aABCD	77,05	aAB	93,92	bA	83,13	bA	70,04	bAB	63,72	bABC	73,15	aAB	53,75	aABCD	46,77
B2	49,66	aCDE	54,28	aCDE	103,68	aABC	138,80	aA	146,63	aA	121,19	aA	112,59	aAB	101,71	aABC	64,16	aBCD	52,19	aCDE

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas.

Tabela XXIX. Diferenças na concentração de NO_3^- entre as doses de vinhaça dos tratamentos C1 e C2 no lixiviado em relação ao tempo.

Doses	Semanas de monitoramento																			
	1		2		3		4		5		6		7		8		9		10	
C1	1,01	aE	2,52	aE	2,15	aE	2,72	aE	2,83	aE	5,33	aE	4,46	aE	3,46	aE	4,23	aE	13,07	aDE
C2	1,27	aG	2,58	aFG	2,69	aFG	3,20	aFG	3,42	aFG	5,33	aFG	5,16	aFG	5,94	aFG	9,93	aFG	26,11	aEFG
Doses	11		12		13		14		15		16		17		18		19		20	
	C1	33,34	bCDE	90,98	bA	64,88	bABC	75,53	bABC	87,99	bA	79,61	bAB	67,49	aABC	51,66	bABCD	52,63	aABCD	43,07
C2	79,91	aCD	137,07	aA	115,40	aABC	135,08	aA	156,35	aA	126,42	aAB	85,65	aBCD	82,31	aCD	59,33	aDE	46,02	aDEF

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas.

Tabela XXX. Diferenças na concentração de NO_3^- entre as doses de vinhaça dos tratamentos Q1 e Q2 no lixiviado em relação ao tempo.

Doses	Semanas de monitoramento																			
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
Q1	1,44	aD	2,18	aCD	2,03	aCD	2,52	aCD	3,25	aCD	3,62	aCD	3,29	aCD	13,46	aABCD	7,73	aBCD	18,99	aABCD
Q2	1,29	aE	2,77	aE	2,26	aE	2,66	aE	3,28	aE	4,48	aE	4,13	aE	13,18	aDE	25,88	aCDE	40,22	aBCDE
Q1	83,62	aA	53,84	aABCD	83,53	bA	76,72	bABC	80,26	bAB	71,54	bABCD	72,16	aABCD	54,08	aABCD	53,44	aABCD	30,67	aABCD
Q2	82,63	aABCD	71,46	aABCDE	135,98	aA	132,83	aA	129,46	aA	134,22	aA	107,26	aAB	93,56	aABC	73,28	aABCDE	42,19	aBCDE

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas.

Tabela XXXI. Diferenças na concentração de NO_3^- entre as doses de vinhaça dos tratamentos V1 e V2 no lixiviado em relação ao tempo.

Doses	Semanas de monitoramento																			
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
V1	1,29	aC	2,03	aC	2,32	aC	2,32	aC	2,73	aC	3,85	aC	2,34	aC	2,79	aC	8,03	aBC	9,06	aBC
V2	1,07	aF	2,03	aF	2,38	aF	2,72	aF	3,23	aF	4,15	aF	3,32	aF	3,46	aF	14,68	aEF	15,60	aEF
V1	34,20	bABC	46,49	bA	42,19	bAB	46,62	bA	40,86	bAB	41,55	bAB	35,22	bABC	41,57	aAB	21,78	bABC	33,31	aABC
V2	67,94	aBCD	139,31	aA	98,82	aB	87,07	aBC	85,18	aBC	66,34	aBCD	60,32	aCD	60,48	aCD	48,67	aDE	44,12	aDE

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas.

Tabela XXXII. Quadro de Análise com Interação Dupla para K⁺ no lixiviado (tratamentos X tempo).

Causas de Variação	GL	SQ	QM	F	
Tratamentos de vinhaça (V)	8	3866,551	483,3188	4,0603	**
Resíduo-a	18	2142,646	119,0359		
Parcelas	26	6009,197			
Tempos (10 medições) (T)	9	1324,249	147,1388	9,7648	**
Interação V x T	72	1984,228	27,55872	1,8289	**
Resíduo-b	162	2441,061	15,06828		
Total	269	11758,73			

** significativo ao nível de 1% de probabilidade ($p < .01$)

* significativo ao nível de 5% de probabilidade ($.01 \leq p < .05$)

ns não significativo ($p \geq .05$)

Tabela XXXIII. Médias de K⁺ na solução do solo do extrator superior pela interação dupla (Tratamentos x tempos).

Tratamentos	Dias de monitoramento																			
	15		30		45		60		75		90		105		120		135		150	
B1	10,77	aA	7,07	abA	6,07	bA	6,47	bA	5,23	bA	4,80	bA	4,17	bA	4,03	aA	3,43	aA	3,03	aA
B2	11,37	aCDE	8,73	abE	16,33	abBCDE	27,30	aA	22,77	aAB	20,63	aABC	19,70	aABCD	9,83	aDE	8,73	aE	13,00	aBCDE
C1	13,17	aA	8,03	abAB	7,03	abAB	6,07	bAB	4,67	bAB	3,60	bAB	3,10	bAB	3,53	aAB	3,00	aB	2,43	aB
C2	16,97	aABC	18,40	aAB	19,47	aA	12,90	bABCD	10,10	abABCD	3,60	bD	7,23	abCD	8,73	aBCD	10,00	aABCD	10,40	aABCD
Q1	7,00	aA	6,03	abA	6,33	abA	6,07	bA	4,97	bA	4,63	bA	3,97	bA	4,33	aA	3,47	aA	3,23	aA
Q2	10,70	aAB	11,60	abAB	13,47	abAB	14,40	abA	13,13	abAB	5,67	bAB	3,60	bB	3,77	aB	3,83	aB	3,97	aB
T	5,10	aA	4,37	bA	3,97	bA	4,10	bA	3,40	bA	2,43	bA	1,90	bA	2,53	aA	2,00	aA	2,17	aA
V1	7,23	aA	6,60	abA	6,30	abA	5,53	bA	5,43	bA	3,33	bA	4,87	bA	2,93	aA	3,03	aA	5,33	aA
V2	12,20	aA	11,33	abA	8,90	abA	6,73	bA	4,27	bA	3,57	bA	3,60	bA	4,83	aA	3,50	aA	4,03	aA

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.

Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas.

Tabela XXXIV48. Médias de K⁺ na solução do solo do extrator inferior em cada um dos tratamentos nos 5 meses de monitoramento quinzenal.

Tratamentos	Dias de monitoramento														
	15	30	45	60	75	90	105	120	135	150					
T	7	1,57 aA	1,2 aA	0,93 aA	1,53 aA	1,4 aA	1,37 aA	1 aA	0,93 aA	0,9 aA	0,73 aA				
V1	8	1,63 aA	1,4 aA	1,47 aA	1,5 aA	1,47 aA	1,3 aA	1,1 aA	0,87 aA	0,77 aA	0,73 aA				
V2	9	1,97 aA	2,1 aA	2,47 aA	2,67 aA	2,2 aA	1,9 aA	1,8 aA	1,4 aA	1,17 aA	0,93 aA				
Q1	5	1,93 aA	1,37 aA	1,5 aA	1,83 aA	1,4 aA	1,53 aA	1,53 aA	1,4 aA	1,3 aA	0,83 aA				
Q2	6	1,97 aA	2,67 aA	2,97 aA	2,93 aA	3,77 aA	2,97 aA	2,93 aA	1,63 aA	1,5 aA	1,27 aA				
B1	1	1,77 aA	1,37 aA	1,53 aA	1,6 aA	1,6 aA	1,53 aA	1,43 aA	1,37 aA	1,2 aA	1,1 aA				
B2	2	2,97 aA	3,33 aA	3,17 aA	2,6 aA	3,5 aA	2,93 aA	2,83 aA	2,07 aA	1,3 aA	1,3 aA				
C1	3	1,87 aA	1,8 aA	2,03 aA	1,6 aA	1,57 aA	1,37 aA	1,2 aA	0,97 aA	0,87 aA	0,77 aA				
C2	4	2,87 aA	3 aA	3,5 aA	2,53 aA	2,3 aA	2,47 aA	2,23 aA	2,3 aA	1,4 aA	1,13 aA				

T – Testemunha; V1 – Tratamento com vinhaça in natura na dose calculada pela norma P4.231; V2 – Vinhaça Tratamento com vinhaça in natura na dose calculada pela norma P4.231 multiplicada por 2; C1 – Vinhaça concentrada na dose calculada pela norma P4.231; C2 – Vinhaça concentrada na dose calculada pela norma P4.231 multiplicada por 2. Q1 – Vinhaça tratada quimicamente a na dose calculada pela norma P4.231; Q2 – Vinhaça tratada quimicamente na dose calculada pela norma P4.231 multiplicada por 2. B1 – Vinhaça tratada microbiologicamente na dose calculada pela norma P4.231; B2 – Vinhaça tratada microbiologicamente na dose calculada pela norma P4.231 multiplicada por 2. As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas.

Tabela XXXV49. Médias de K⁺ (mg. L⁻¹) na solução do solo lixiviada pela interação dupla (tratamentos x tempos).

Tratamentos		Semanas de monitoramento											
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10		
T	7	1,4 aA	1,17 bA	0,77 cA	0,67 cA	0,77 dA	0,7 dA	1 dA	0,8 cA	0,7 bA	0,47 aA		
V1	8	1,17 aABC	1,47 abABC	1,57 bcABC	1,7 bAB	1,73 bcA	1,4 cdABC	1,1 dABC	0,83 cABC	0,9 abABC	0,7 aBC		
V2	9	1,03 aBC	1,77 abABC	1,5 bcABC	1,57 bABC	1,9 bcAB	2,07 bcA	1,73 cdABC	1,87 bAB	1,2 abABC	0,8 aC		
Q1	5	1,17 aAB	1,37 abAB	1,43 bcAB	1,53 bcAB	1,47 cdAB	1,77 bcA	1,77 cdA	1,27 bcAB	0,73 abB	0,8 aAB		
Q2	6	1,37 aC	1,67 abABC	1,57 bcBC	1,77 bABC	1,8 bcABC	2,63 bA	2,5 bcAB	1,6 bcBC	1,27 abC	0,9 aC		
B1	1	1,2 aAB	1,27 abAB	1,53 bcAB	1,63 bAB	1,63 cdAB	1,47 cdAB	1,7 cdA	1,27 bcAB	0,73 abAB	0,67 aB		
B2	2	0,9 aCDE	1,63 abBCD	1,83 abBCD	1,7 bBCD	1,8 bcBCD	2,63 bAB	3,07 abA	1,9 bBC	1 abCDE	0,6 aE		
C1	3	1,53 aCDEF	1,53 abCDEF	1,97 abBCDE	1,9 abBCDE	2,6 abB	3,67 aA	2,5 bcBC	2,13 abBCD	1,17 abDEF	0,87 aF		
C2	4	1,37 aDE	2,07 aBCD	2,47 aBC	2,7 aAB	3 aAB	3,67 aA	3,63 aA	2,97 aAB	1,6 aCDE	0,93 aE		
		11	12	13	14	15	16	17	18	19	20		
T	7	0,8 aA	1 aA	1,13 aA	1,13 aA	1,2 aA	1 aA	1,03 aA	0,93 bA	0,73 bA	0,67 bA		
V1	8	0,83 aABC	1 aABC	1,1 aABC	1,1 aABC	1 aABC	0,97 aABC	0,97 aABC	0,83 bABC	0,73 bABC	0,57 bC		
V2	9	0,9 aBC	1,13 aABC	1,23 aABC	1,23 aABC	1,17 aABC	1,03 aBC	1,07 aABC	0,97 bBC	0,9 bBC	0,77 bC		
Q1	5	0,97 aAB	1,17 aAB	1,13 aAB	1,17 aAB	1,07 aAB	0,9 aAB	1 aAB	0,97 bAB	0,8 bAB	0,77 bAB		
Q2	6	0,9 aC	1,07 aC	1,17 aC	1,13 aC	1,23 aC	1,17 aC	1,34 aC	1,1 abC	1,23 abC	1,33 abC		
B1	1	0,93 aAB	1,03 aAB	1,2 aAB	1,2 aAB	1,13 aAB	0,97 aAB	1 aAB	0,93 bAB	0,9 bAB	0,67 bB		
B2	2	0,87 aDE	1,03 aCDE	1,1 aCDE	1,17 aCDE	1,27 aCDE	1,17 aCDE	1,53 aCDE	1,9 aBC	1,9 aBC	1,77 aBCD		
C1	3	0,97 aEF	1,2 aDEF	1,37 aDEF	1,37 aDEF	1,37 aDEF	1,13 aDEF	1,27 aDEF	1,2 abDEF	0,8 bF	0,8 bF		
C2	4	0,93 aE	1,1 aDE	1,17 aDE	0,8 aE	1,03 aE	0,93 aE	1,03 aE	1 bE	0,9 bE	0,9 abE		

T – Testemunha; V1 – Tratamento com vinhaça in natura na dose calculada pela norma P4.231; V2 – Vinhaça Tratamento com vinhaça in natura na dose calculada pela norma P4.231 multiplicada por 2; C1 – Vinhaça concentrada na dose calculada pela norma P4.231; C2 – Vinhaça concentrada na dose calculada pela norma P4.231 multiplicada por 2. Q1 – Vinhaça tratada quimicamente a na dose calculada pela norma P4.231; Q2 – Vinhaça tratada quimicamente na dose calculada pela norma P4.231 multiplicada por 2. B1 – Vinhaça tratada microbiologicamente na dose calculada pela norma P4.231; B2 – Vinhaça tratada microbiologicamente na dose calculada pela norma P4.231 multiplicada por 2. As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas.

Tabela XXXVI. Quadro de análise com para K⁺ nos tratamentos microbiológicos V1 e V2.

Causas de variação	GL	SQ	QM	F	
Tratamentos de vinhaça (V1 e V2) (V)	1	22,94017	22,94017	3,2253	ns
Resíduo-a	4	28,45067	7,11267		
Parcelas	5	51,39083			
Tempo (20 semanas) (T)	9	292,7335	32,52594	16,2218	**
Interação V x T	9	72,77483	8,08609	4,0328	**
Resíduo-b	36	72,18267	2,00507		
Total	59	489,0818			

** significativo ao nível de 1% de probabilidade ($p < .01$)

* significativo ao nível de 5% de probabilidade ($.01 \leq p < .05$)

ns não significativo ($p \geq .05$)

Tabela XXXVII. Quadro de análise com para K⁺ nos tratamentos microbiológicos C1 e C2.

Causas de variação	GL	SQ	QM	F	
Tratamentos de vinhaça (C1 e C2) (V)	1	598,5042	598,5042	3,6698	ns
Resíduo-a	4	652,3507	163,0877		
Parcelas	5	1250,855			
Tempo (20 semanas) (T)	9	834,3535	92,70594	3,8871	**
Interação V x T	9	165,4508	18,38343	0,7708	ns
Resíduo-b	36	858,5827	23,84952		
Total	59	3109,242			

** significativo ao nível de 1% de probabilidade ($p < .01$)

* significativo ao nível de 5% de probabilidade ($.01 \leq p < .05$)

ns não significativo ($p \geq .05$)

Tabela XXXVIII. Quadro de análise com para K^+ nos tratamentos microbiológicos Q1 e Q2.

Causas de variação	GL	SQ	QM	F	
Tratamentos de vinhaça (Q1 e Q2) (V)	1	174,4215	174,4215	127,9845	**
Resíduo-a	4	5,45133	1,36283		
Parcelas	5	179,8728			
Tempo (20 semanas) (T)	9	445,1608	49,46231	8,981	**
Interação V x T	9	176,4235	19,60261	3,5593	**
Resíduo-b	36	198,2687	5,50746		
Total	59	999,7258			

** significativo ao nível de 1% de probabilidade ($p < .01$)

* significativo ao nível de 5% de probabilidade ($.01 \leq p < .05$)

ns não significativo ($p \geq .05$)

Tabela XXXIX. Quadro de análise com para K^+ nos tratamentos microbiológicos B1 e B2.

Causas de variação	GL	SQ	QM	F	
Tratamentos de vinhaça (B1 e B2) (V)	1	1601,667	1601,667	4,4108	ns
Resíduo-a	4	1452,511	363,1277		
Parcelas	5	3054,177			
Tempo (20 semanas) (T)	9	633,784	70,42044	1,9738	ns
Interação V x T	9	652,88	72,54222	2,0332	ns
Resíduo-b	36	1284,416	35,67822		
Total	59	5625,257			

** significativo ao nível de 1% de probabilidade ($p < .01$)

* significativo ao nível de 5% de probabilidade ($.01 \leq p < .05$)

ns não significativo ($p \geq .05$)

Tabela XL. Médias de K⁺ nos tratamentos V1 e V2 nas dez medições realizadas.

Doses	Dias de monitoramento													
	15	30	45	60	75	90	105	120	135	150				
V1	7,23 bA	6,60 bAB	6,30 aAB	5,53 aAB	5,43 aAB	3,33 aB	4,87 aAB	2,93 aB	3,03 aB	5,33 aAB				
V2	12,20 aA	11,33 aA	8,90 aAB	6,07 aA	4,67 aA	3,60 aA	3,60 aC	4,83 aC	3,50 aC	4,03 aC				

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.
Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas.

Tabela XLI. Médias de K⁺ nos tratamentos C1 e C2 nas dez medições realizadas.

Doses	Dias de monitoramento													
	15	30	45	60	75	90	105	120	135	150				
C1	13,17 aA	8,03 aA	7,03 bA	6,07 aA	4,67 aA	3,60 aA	3,10 aA	3,53 aA	3,00 aA	2,43 aA				
C2	16,97 aAB	18,40 aA	19,47 aA	12,90 aAB	10,10 aAB	3,60 aB	7,23 aAB	8,73 aAB	10,00 aAB	10,40 aAB				

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.
Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas.

Tabela XLII. Médias de K⁺ nos tratamentos Q1 e Q2 nas dez medições realizadas.

Doses	Dias de monitoramento									
	15	30	45	60	75	90	105	120	135	150
Q1	7,00 aA	6,03 bA	6,33 bA	6,07 aA	4,67 aA	3,60 aA	3,97 aA	4,33 aA	3,47 aA	3,23 aA
Q2	10,70 aAB	11,60 aAB	13,47 aA	12,90 aAB	10,10 aAB	3,60 aB	3,60 aC	3,77 aC	3,83 aC	3,97 aC

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.
Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas.

Tabela XLIII50. Médias de K⁺ nos tratamentos B1 e B2 nas dez medições realizadas.

Doses	Dias de monitoramento									
	15	30	45	60	75	90	105	120	135	150
B1	10,77 aA	7,07 aA	6,07 aA	6,47 bA	5,23 bA	4,80 bA	4,17 bA	4,03 aA	3,43 aA	3,03 aA
B2	11,37 aAB	8,73 aB	16,33 aAB	27,30 aA	22,77 aAB	20,63 aAB	19,70 aAB	9,83 aB	8,73 aB	13,00 aAB

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.
Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas.

Tabela XLIV. Quadro de análise com interação dupla para K⁺ no extrator inferior (tratamentos x tempo).

Causas de Variação	GL	SQ	QM	F	
Tratamentos de vinhaça (V)	8	76,27867	9,53483	2,4251	ns
Resíduo-a	18	70,77133	3,93174		
Parcelas	26	147,05			
Tempos (10 medições) (T)	9	45,56078	5,06231	16,1557	**
Interação V x T	72	25,05022	0,34792	1,1103	ns
Resíduo-b	162	50,762	0,31335		
Total	269	268,423			

** significativo ao nível de 1% de probabilidade ($p < .01$)

* significativo ao nível de 5% de probabilidade ($.01 \leq p < .05$)

ns não significativo ($p \geq .05$)

Tabela XLV. Quadro de Análise com interação dupla para K⁺ no lixiviado (tratamentos X tempo).

Causas de Variação	GL	SQ	QM	F	
Tratamentos de vinhaça (V)	8	33,44	4,18	20,99	**
Resíduo-a	18	3,59	0,20		
Parcelas	26	37,03			
Tempos (10 semanas) (T)	9	88,22	4,64	39,14	**
Interação V x T	72	60,08	0,40	3,33	**
Resíduo-b	162	40,57	0,12		
Total	269	225,89			

** significativo ao nível de 1% de probabilidade ($p < .01$)

* significativo ao nível de 5% de probabilidade ($.01 \leq p < .05$)

ns não significativo ($p \geq .05$)

Tabela XLVI. Quadro de análise com para K⁺ nos tratamentos microbiológicos V1 e V2 na solução do solo lixiviada.

Causas de variação	GL	SQ	QM	F	
Tratamentos de vinhaça (V1 e V2) (V)	1	1,30208	1,30208	6,9754	ns
Resíduo-a	4	0,74667	0,18667		
Parcelas	5	2,04875			
Tempo (20 semanas) (T)	19	13,0696	0,68787	12,0457	**
Interação V x T	19	2,23292	0,11752	2,058	*
Resíduo-b	76	4,34	0,05711		
Total	119	21,6913			

** significativo ao nível de 1% de probabilidade ($p < .01$)

* significativo ao nível de 5% de probabilidade ($.01 \leq p < .05$)

ns não significativo ($p \geq .05$)

Tabela XLVII. Quadro de análise com para K⁺ nos tratamentos microbiológicos C1 e C2 na solução do solo lixiviada.

Causas de variação	GL	SQ	QM	F	
Tratamentos de vinhaça (C1 e C2) (V)	1	0,61633	0,61633	2,2084	ns
Resíduo-a	4	1,11633	0,27908		
Parcelas	5	1,73267			
Tempo (20 semanas) (T)	19	79,6003	4,18949	26,2917	**
Interação V x T	19	5,64033	0,29686	1,863	*
Resíduo-b	76	12,1103	0,15935		
Total	119	99,0837			

** significativo ao nível de 1% de probabilidade ($p < .01$)

* significativo ao nível de 5% de probabilidade ($.01 \leq p < .05$)

ns não significativo ($p \geq .05$)

Tabela XLVIII. Quadro de análise com para K⁺ nos tratamentos microbiológicos B1 e B2 na solução do solo lixiviada.

Causas de variação	GL	SQ	QM	F	
Tratamentos de vinhaça (B1 e B2) (V)	1	4,44675	4,44675	19,6831	*
Resíduo-a	4	0,90367	0,22592		
Parcelas	5	5,35042			
Tempo (20 semanas) (T)	19	19,8596	1,04524	7,7102	**
Interação V x T	19	6,88492	0,36236	2,673	**
Resíduo-b	76	10,303	0,13557		
Total	119	42,3979			

** significativo ao nível de 1% de probabilidade ($p < .01$)

* significativo ao nível de 5% de probabilidade ($.01 \leq p < .05$)

ns não significativo ($p \geq .05$)

Tabela XLIX. Quadro de análise com para K⁺ nos tratamentos microbiológicos Q1 e Q2 na solução do solo lixiviada.

Causas de variação	GL	SQ	QM	F	
Tratamentos de vinhaça (Q1 e Q2) (V)	1	2,3548	2,3548	12,2869	*
Resíduo-a	4	0,7666	0,19165		
Parcelas	5	3,1214			
Tempo (20 semanas) (T)	19	14,5003	0,76317	4,6694	**
Interação V x T	19	2,67955	0,14103	0,8629	ns
Resíduo-b	76	12,4215	0,16344		
Total	119	32,7227			

** significativo ao nível de 1% de probabilidade ($p < .01$)

* significativo ao nível de 5% de probabilidade ($.01 \leq p < .05$)

ns não significativo ($p \geq .05$)

Tabela L. Diferenças na concentração de K^+ entre as doses de vinhaça dos tratamentos V1 e V2 na solução do solo lixiviada em relação ao tempo.

Doses	Semanas de monitoramento																			
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
V1	1,17	aABCDEF	1,47	aABCD	1,57	aABC	1,70	aAB	1,73	aA	1,40	bABCDE	1,10	bABCDEF	0,83	bDEF	0,90	aCDEF	0,70	aEF
V2	1,03	aEFGH	1,77	aABCD	1,50	aABCDEF	1,57	aABCDEF	1,90	aAB	2,07	aA	1,73	aABCDE	1,87	aABC	1,20	aBCDEFGH	0,80	aGH
V1	0,83	aDEF	1,00	aBCDEF	1,10	aABCDEF	1,10	aABCDEF	1,00	aBCDEF	0,97	aCDEF	0,97	aCDEF	0,83	aDEF	0,73	aEF	0,57	aF
V2	0,90	aFGH	1,13	aDEFGH	1,23	aBCDEFGH	1,23	aBCDEFGH	1,17	aCDEFGH	1,03	aEFGH	1,07	aDEFGH	0,97	aFGH	0,90	aFGH	0,77	aH

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas.

Tabela LI. Diferenças na concentração de K^+ entre as doses de vinhaça dos tratamentos C1 e C2 na solução do solo lixiviada em relação ao tempo.

Doses	Semanas de monitoramento																			
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11,00	12,00	13,00	14,00	15,00	16,00	17,00	18,00	19,00	20,00
C1	1,53	aBCDE	1,53	aBCDE	1,97	aBCDE	1,90	bBCDE	2,60	aAB	3,67	aA	2,50	bABC	2,13	bBCD	1,17	aDE	0,87	aE
C2	1,37	aEFG	2,07	aCDEF	2,47	aBCDE	2,70	aABCD	3,00	aABC	3,67	aA	3,63	aAB	2,97	aABC	1,60	aDEFG	0,93	aFG
C1	0,97	aDE	1,20	aDE	1,37	aCDE	1,37	aCDE	1,37	aCDE	1,13	aDE	1,27	aDE	1,20	aDE	0,80	aE	0,80	aE
C2	0,93	aFG	1,10	aFG	1,17	aFG	0,80	aG	1,03	aFG	0,93	aFG	1,03	aFG	1,00	aFG	0,90	aFG	0,90	aFG

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas.

Tabela LII. Diferenças na concentração de K^+ entre as doses de vinhaça dos tratamentos Q1 e Q2 na solução do solo lixiviada em relação ao tempo.

Doses	Semanas de monitoramento																			
	1		2		3		4		5		6		7		8		9		10	
Q1	1,23	aA	1,37	aA	1,43	aA	1,53	aA	1,57	bA	1,73	bA	1,77	aA	0,97	aA	0,77	aA	0,87	aA
Q2	1,40	aBC	1,73	aABC	1,70	aABC	1,80	aABC	2,40	aAB	2,63	aA	1,57	aABC	1,57	aABC	1,30	aBC	0,80	aC
	11,00		12,00		13,00		14,00		15,00		16,00		17,00		18,00		19,00		20,00	
Q1	1,03	aA	1,17	aA	1,10	aA	1,17	aA	1,00	aA	0,93	aA	1,00	aA	0,90	aA	0,80	aA	0,93	aA
Q2	0,93	aC	1,10	aC	1,17	aC	1,17	aC	1,20	aBC	1,23	aBC	1,44	aABC	1,00	aC	1,23	aBC	1,50	aABC

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas.

Tabela LIII. Diferenças na concentração de K^+ entre as doses de vinhaça dos tratamentos B1 e B2 na solução do solo lixiviada em relação ao tempo.

Doses	Semanas de monitoramento																			
	1		2		3		4		5		6		7		8		9		10	
B1	1,20	aAB	1,27	abAB	1,53	bcAB	1,63	bAB	1,63	cdAB	1,47	cdAB	1,70	cdA	1,27	bcAB	0,73	abAB	0,67	aB
B2	0,90	aCDE	1,63	abBCD	1,83	abBCD	1,70	bBCD	1,80	bcBCD	2,63	bAB	3,07	abA	1,90	bBC	1,00	abCDE	0,60	aE
	11		12		13		14		15		16		17		18		19		20	
B1	0,93	aAB	1,03	aAB	1,20	aAB	1,20	aAB	1,13	aAB	0,97	aAB	1,00	aAB	0,93	bAB	0,90	bAB	0,67	bB
B2	0,87	aDE	1,03	aCDE	1,10	aCDE	1,17	aCDE	1,27	aCDE	1,17	aCDE	1,53	aCDE	1,90	aBC	1,90	aBC	1,77	aBCD

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas.

Tabela LIV. Variação da umidade volumétrica do solo ($\text{m}^3 \text{m}^{-3}$) das colunas de percolação, medida por sondas TDR, durante 20 semanas de monitoramento.

Tempo (Semanas de monitoramento)	Umidade volumétrica ($\text{m}^3 \text{m}^{-3}$)
1	0,4722 defg
2	0,4685 fg
3	0,4706 defg
4	0,4702 defg
5	0,4710 defg
6	0,4760 bcdefg
7	0,4740 cdefg
8	0,4682 fg
9	0,4668 g
10	0,4699 defg
11	0,4689 efg
12	0,4720 defg
13	0,4730 defg
14	0,4748 cdefg
15	0,4767 bcdefg
16	0,4776 abcdef
17	0,4789 abcde
18	0,4791 abcd
19	0,4835 abc
20	0,4874 a
21	0,4850 ab

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas.

Tabela LV. Médias de umidade volumétrica ($\text{m}^3 \text{m}^{-3}$) do solo pela interação dupla (tratamentos x tempo).

Tratamentos		Semanas de monitoramento													
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
B1	1	0,4854	aA	0,4770	aA	0,4765	aA	0,4791	aA	0,4796	aA	0,4827	aA	0,4791	aA
B2	2	0,4779	aAB	0,4680	aB	0,4695	aB	0,4690	aB	0,4715	aB	0,4725	aB	0,4700	aB
C1	3	0,4780	aA	0,4680	aA	0,4812	aA	0,4755	aA	0,4765	aA	0,4858	aA	0,4822	aA
C2	4	0,4674	aA	0,4714	aA	0,4755	aA	0,4765	aA	0,4740	aA	0,4860	aA	0,4755	aA
Q1	5	0,4712	aAB	0,4636	aAB	0,4671	aAB	0,4657	aAB	0,4709	aAB	0,4691	aAB	0,4689	aAB
Q2	6	0,4630	aDE	0,4581	aDE	0,4659	aDE	0,4588	aDE	0,4650	aDE	0,4714	aCDE	0,4734	aBCDE
T	7	0,4643	aA	0,4697	aA	0,4646	aA	0,4638	aA	0,4621	aA	0,4666	aA	0,4636	aA
V1	8	0,4674	aA	0,4644	aA	0,4679	aA	0,4734	aA	0,4694	aA	0,4694	aA	0,4740	aA
V2	9	0,4755	aA	0,4760	aA	0,4669	aA	0,4699	aA	0,4699	aA	0,4805	aA	0,4790	aA
Tratamentos		8	9	10	11	12	13	14							
B1	1	0,4750	aA	0,4761	aA	0,4736	aA	0,4781	aA	0,4822	aA	0,4842	aA	0,4822	aA
B2	2	0,4711	aB	0,4661	aB	0,4660	aB	0,4655	aB	0,4685	aB	0,4720	aB	0,4694	aB
C1	3	0,4822	aA	0,4726	aA	0,4761	aA	0,4775	aA	0,4776	aA	0,4770	aA	0,4667	aA
C2	4	0,4699	aA	0,4695	aA	0,4714	aA	0,4720	aA	0,4766	aA	0,4750	aA	0,4765	aA
Q1	5	0,4614	aAB	0,4590	aAB	0,4635	aAB	0,4477	aB	0,4637	aAB	0,4641	aAB	0,4686	aAB
Q2	6	0,4562	aE	0,4569	aE	0,4605	aDE	0,4792	aABCDE	0,4730	aBCDE	0,4744	aBCDE	0,4997	aABC
T	7	0,4577	aA	0,4671	aA	0,4702	aA	0,4603	aA	0,4594	aA	0,4609	aA	0,4613	aA
V1	8	0,4694	aA	0,4679	aA	0,4765	aA	0,4709	aA	0,4735	aA	0,4704	aA	0,4725	aA
V2	9	0,4704	aA	0,4660	aA	0,4716	aA	0,4685	aA	0,4730	aA	0,4787	aA	0,4762	aA
Tratamentos		15	16	17	18	19	20	21							
B1	1	0,4884	aA	0,4843	aA	0,4858	aA	0,4900	aA	0,4821	aA	0,4943	aA	0,4895	aA
B2	2	0,4756	aAB	0,4818	aAB	0,4767	aAB	0,4751	aAB	0,4722	aB	0,5036	aA	0,4767	aAB
C1	3	0,4812	aA	0,4739	aA	0,4858	aA	0,4770	aA	0,4837	aA	0,4837	aA	0,4827	aA
C2	4	0,4796	aA	0,4827	aA	0,4802	aA	0,4796	aA	0,4929	aA	0,4848	aA	0,4870	aA
Q1	5	0,4674	aAB	0,4855	aA	0,4706	aAB	0,4663	aAB	0,4827	aA	0,4712	aAB	0,4747	aAB
Q2	6	0,4832	aABCDE	0,4630	aDE	0,4851	aABCDE	0,4882	aABCD	0,4974	aABC	0,5026	aAB	0,5091	aA
T	7	0,4633	aA	0,4777	aA	0,4679	aA	0,4777	aA	0,4751	aA	0,4818	aA	0,4809	aA
V1	8	0,4761	aA	0,4772	aA	0,4796	aA	0,4776	aA	0,4760	aA	0,4848	aA	0,4833	aA
V2	9	0,4757	aA	0,4722	aA	0,4786	aA	0,4803	aA	0,4895	aA	0,4792	aA	0,4814	aA

T – Testemunha; V1 – Tratamento com vinhaça in natura na dose calculada pela norma P4.231; V2 – Vinhaça Tratamento com vinhaça in natura na dose calculada pela norma P4.231 multiplicada por 2; C1 – Vinhaça concentrada na dose calculada pela norma P4.231; C2 – Vinhaça concentrada na dose calculada pela norma P4.231 multiplicada por 2. Q1 – Vinhaça tratada quimicamente a na dose calculada pela norma P4.231; Q2 – Vinhaça tratada quimicamente na dose calculada pela norma P4.231 multiplicada por 2. B1 – Vinhaça tratada microbiologicamente na dose calculada pela norma P4.231; B2 – Vinhaça tratada microbiologicamente na dose calculada pela norma P4.231 multiplicada por 2. As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas.

Tabela LVI. Médias de CEs para a interação dupla (tratamentos x tempo) para todos os tratamentos ao longo das 21 semanas de monitoramento.

Tratamentos		Semanas de monitoramento													
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
B1	1	0,0217	aJ	0,0226	aIJ	0,0233	aIJ	0,0254	aHIJ	0,0258	aHIJ	0,0229	aIJ	0,0252	aHIJ
B2	2	0,0187	aJ	0,0198	aJ	0,0234	aIJ	0,0232	aIJ	0,0241	aIJ	0,0266	aHIJ	0,0291	aHIJ
C1	3	0,0192	aI	0,0198	aHI	0,0225	aGHI	0,0239	aGHI	0,0248	aFGHI	0,0266	aEFGHI	0,0270	aEFGHI
C2	4	0,0219	aI	0,0228	aHI	0,0239	aHI	0,0255	aHI	0,0262	aGHI	0,0288	aGHI	0,0298	aFGHI
Q1	5	0,0159	aL	0,0164	aJL	0,0174	aJL	0,0208	aJL	0,0218	aHIJL	0,0225	aGHIJL	0,0238	aGHIJL
Q2	6	0,0219	aL	0,0224	aL	0,0241	aJL	0,0259	aJL	0,0249	aJL	0,0273	aJL	0,0293	aHIJL
T	7	0,0160	aG	0,0201	aFG	0,0199	aFG	0,0216	aEFG	0,0212	aEFG	0,0182	aFG	0,0193	aFG
V1	8	0,0187	aF	0,0193	aF	0,0205	aEF	0,0225	aEF	0,0233	aEF	0,0238	aEF	0,0246	aEF
V2	9	0,0194	aI	0,0207	aI	0,0223	aHI	0,0246	aGHI	0,0253	aGHI	0,0259	aGHI	0,0261	aGHI
Tratamentos		8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21
B1	1	0,0331	aFGHIJ	0,0289	aGHIJ	0,0341	abEFGHI	0,0367	abDEFHGH	0,0479	abcABCD	0,0520	abcABC	0,0581	bcA
B2	2	0,0282	aHIJ	0,0346	aGHI	0,0378	aFGH	0,0437	aEFG	0,0564	aCD	0,0611	aABC	0,0729	aA
C1	3	0,0309	aEFGHI	0,0307	aEFGHI	0,0324	abDEFG	0,0382	abBCDE	0,0484	abcAB	0,0524	abcA	0,0560	cA
C2	4	0,0300	aFGHI	0,0312	aFGHI	0,0375	aDEFG	0,0408	abDEF	0,0542	aABC	0,0584	abAB	0,0649	abcA
Q1	5	0,0238	aGHIJL	0,0246	aGHIJL	0,0258	abFGHIJL	0,0329	abDEFHGH	0,0366	cCDEF	0,0437	cABCD	0,0519	cdA
Q2	6	0,0334	aGHIJL	0,0344	aFGHIJ	0,0360	abFGHI	0,0417	aEFG	0,0559	aBCD	0,0612	aABC	0,0709	abA
T	7	0,0226	aEFG	0,0230	aEFG	0,0231	bEFG	0,0275	bcDEFG	0,0385	bcABC	0,0439	cA	0,0413	dAB
V1	8	0,0279	aDEF	0,0292	aCDEF	0,0299	abCDEF	0,0373	abBCD	0,0468	abcAB	0,0456	bcAB	0,0516	cdA
V2	9	0,0293	aEFGHI	0,0308	aEFGHI	0,0341	abDEFHGH	0,0409	abCDE	0,0511	abABC	0,0543	abcAB	0,0571	bcA
Tratamentos		15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28
B1	1	0,0571	bcAB	0,0457	cBCDE	0,0425	cdeCDEF	0,0415	abcdCDE	0,0383	abcdDEF	0,0342	abEFGHI	0,0326	aFGHIJ
B2	2	0,0720	aAB	0,0609	abBC	0,0551	abcCDE	0,0470	abcDEF	0,0426	abcFG	0,0413	aFG	0,0321	aGHI
C1	3	0,0548	bcA	0,0487	bcAB	0,0472	bcdABC	0,0397	abcdBCD	0,0360	abcdCDEF	0,0316	abDEFGH	0,0294	aEFGHI
C2	4	0,0652	abA	0,0601	abAB	0,0577	abAB	0,0488	abBCD	0,0434	abCDE	0,0379	abDEFG	0,0342	aEFGH
Q1	5	0,0473	cABC	0,0500	bcAB	0,0395	deBCDE	0,0339	cdDEFG	0,0312	bcdEFGHI	0,0282	abEFGHIJ	0,0267	aFGHIJL
Q2	6	0,0719	aA	0,0660	aAB	0,0635	aABC	0,0528	aCDE	0,0462	aDEF	0,0405	aFGH	0,0368	aFGHI
T	7	0,0323	dABCDE	0,0367	cABCD	0,0295	eBCDEF	0,0289	dCDEF	0,0271	dCDEFG	0,0249	bDEFG	0,0240	aEFG
V1	8	0,0491	cAB	0,0399	cABC	0,0387	deBCD	0,0317	dCDE	0,0288	cdCDEF	0,0253	bEF	0,0236	aEF
V2	9	0,0549	bcAB	0,0430	cBCD	0,0452	bcdBCD	0,0383	bcdDEF	0,0349	abcdDEF	0,0311	abEFGHI	0,0289	aFGHI

T – Testemunha; V1 – Tratamento com vinhaça in natura na dose calculada pela norma P4.231; V2 – Vinhaça Tratamento com vinhaça in natura na dose calculada pela norma P4.231 multiplicada por 2; C1 – Vinhaça concentrada na dose calculada pela norma P4.231; C2 – Vinhaça concentrada na dose calculada pela norma P4.231 multiplicada por 2. Q1 – Vinhaça tratada quimicamente a na dose calculada pela norma P4.231; Q2 – Vinhaça tratada quimicamente na dose calculada pela norma P4.231 multiplicada por 2. B1 – Vinhaça tratada microbiologicamente na dose calculada pela norma P4.231; B2 – Vinhaça tratada microbiologicamente na dose calculada pela norma P4.231 multiplicada por 2. As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Colunas – letras minúsculas; Linhas – letras maiúsculas.

Tabela LVII. Quadro de análise com interação dupla para umidade do solo ($m^3 m^{-3}$) pelas sondas de TDR (tratamentos B1 e B2 x tempo).

Causas de Variação	GL	SQ	QM	F	
Doses de vinhaça (D)	1	0,00073	0,00073	26,2959	**
Resíduo-a	4	0,00011	0,00003		
Parcelas	5	0,00084			
Tempos (10 semanas) (T)	20	0,02399	0,0012	66,7623	**
Interação D x T	20	0,00116	0,00006	3,228	**
Resíduo-b	80	0,00144	0,00002		
Total	125	0,02742			

** significativo ao nível de 1% de probabilidade ($p < .01$)

* significativo ao nível de 5% de probabilidade ($.01 \leq p < .05$)

ns não significativo ($p \geq .05$)

Tabela LVIII. Quadro de análise com interação dupla para umidade do solo ($m^3 m^{-3}$) pelas sondas de TDR (tratamentos C1 e C2 x tempo).

Causas de Variação	GL	SQ	QM	F	
Doses de vinhaça (D)	1	0,00076	0,00076	2,2776	ns
Resíduo-a	4	0,00133	0,00033		
Parcelas	5	0,00209			
Tempos (10 semanas) (T)	20	0,02094	0,00105	108,6886	**
Interação D x T	20	0,0004	0,00002	2,0586	*
Resíduo-b	80	0,00077	0,00001		
Total	125	0,0242			

** significativo ao nível de 1% de probabilidade ($p < .01$)

* significativo ao nível de 5% de probabilidade ($.01 \leq p < .05$)

ns não significativo ($p \geq .05$)

Tabela LIX51. Quadro de análise com interação dupla para umidade do solo ($m^3 m^{-3}$) pelas sondas de TDR (tratamentos Q1 e Q2 x tempo).

Causas de Variação	GL	SQ	QM	F	
Doses de vinhaça (D)	1	0,00454	0,00454	12,1178	*
Resíduo-a	4	0,0015	0,00038		
Parcelas	5	0,00604			
Tempos (10 semanas) (T)	20	0,02307	0,00115	44,3302	**
Interação D x T	20	0,00128	0,00006	2,4658	**
Resíduo-b	80	0,00208	0,00003		
Total	125	0,03248			

** significativo ao nível de 1% de probabilidade ($p < .01$)

* significativo ao nível de 5% de probabilidade ($.01 \leq p < .05$)

ns não significativo ($p \geq .05$)

Tabela LX. Quadro de análise com interação dupla para umidade do solo ($m^3 m^{-3}$) pelas sondas de TDR (tratamentos V1 e V2 x tempo).

Causas de Variação	GL	SQ	QM	F	
Doses de vinhaça (D)	1	0,00046	0,00046	0,8806	ns
Resíduo-a	4	0,0021	0,00052		
Parcelas	5	0,00256			
Tempos (10 semanas) (T)	20	0,01462	0,00073	50,3725	**
Interação D x T	20	0,00015	0,00001	0,5302	ns
Resíduo-b	80	0,00116	0,00001		
Total	125	0,01849			

** significativo ao nível de 1% de probabilidade ($p < .01$)

* significativo ao nível de 5% de probabilidade ($.01 \leq p < .05$)

ns não significativo ($p \geq .05$)

Tabela LXI. Resultado das médias de CEs entre as doses nos tratamentos C1 e C2

Tempo (semanas)	Tratamento C			
	Dose1		Dose 2	
1	0,0192	aI	0,0219	aI
2	0,0198	aI	0,0228	aHI
3	0,0225	aHI	0,0239	aHI
4	0,0239	aGHI	0,0255	aGHI
5	0,0248	aGHI	0,0262	aGHI
6	0,0266	aGHI	0,0288	aFGHI
7	0,027	aFGHI	0,0298	aFGHI
8	0,0309	aDEFGH	0,03	aFGHI
9	0,0307	aDEFGH	0,0312	aFGH
10	0,0324	aDEFG	0,0375	aEF
11	0,0382	aCDE	0,0408	aDE
12	0,0484	aAB	0,0542	aBC
13	0,0524	aA	0,0584	aAB
14	0,056	aA	0,0649	aA
15	0,0548	bA	0,0652	aA
16	0,0487	bAB	0,0601	aAB
17	0,0472	bABC	0,0577	aABC
18	0,0397	aBCD	0,0488	aCD
19	0,036	aDEF	0,0434	aDE
20	0,0316	aDEFGH	0,0379	aEF
21	0,0294	aEFGH	0,0342	aEFG

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Linhas – letras minúsculas; Colunas – letras maiúsculas.

Tabela LXII. Resultado das médias de CEs entre as doses nos tratamentos Q1 e Q2

Tempo (semanas)	Tratamento Q			
	Dose 1		Dose 2	
1	0,0159	aG	0,0219	aJ
2	0,0164	aG	0,0224	aJ
3	0,0174	aG	0,0241	aJ
4	0,0208	aFG	0,0259	aIJ
5	0,0218	aEFG	0,0249	aJ
6	0,0225	aEFG	0,0273	aHIJ
7	0,0238	aEFG	0,0293	aHIJ
8	0,0238	aEFG	0,0334	aGHIJ
9	0,0246	aDEFG	0,0344	aGHIJ
10	0,0258	aDEFG	0,036	aGHIJ
11	0,0329	aBCDEF	0,0417	aEFGH
12	0,0366	bABCDE	0,0559	aBCDE
13	0,0437	bABC	0,0612	aABCD
14	0,0519	bA	0,0709	aAB
15	0,0473	bAB	0,0719	aA
16	0,0500	bA	0,0660	aABC
17	0,0395	bABCD	0,0635	aABC
18	0,0339	bBCDEF	0,0528	aCDEF
19	0,0312	bCDEFG	0,0462	aDEFG
20	0,0282	bDEFG	0,0405	aFGHI
21	0,0267	aDEFG	0,0368	aGHIJ

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Linhas – letras minúsculas; Colunas – letras maiúsculas.

Tabela LXIII. Resultado das médias de CEs entre as doses nos tratamentos B1 e B2

Tempo (semanas)	Tratamentos Microbiológicos			
	Dose 1		Dose 2	
1	0,0217	aI	0,0187	aL
2	0,0226	aI	0,0198	aJL
3	0,0233	aI	0,0234	aIJL
4	0,0254	aHI	0,0232	aIJL
5	0,0258	aGHI	0,0241	aIJL
6	0,0229	aI	0,0266	aHIJL
7	0,0252	aHI	0,0291	aGHIJL
8	0,0331	aDEFGHI	0,0282	aHIJL
9	0,0289	aFGHI	0,0346	aEFGHI
10	0,0341	aDEFGHI	0,0378	aEFGH
11	0,0367	bCDEFGH	0,0437	aCDEF
12	0,0479	bABC	0,0564	aBC
13	0,0520	bAB	0,0611	aAB
14	0,0581	bA	0,0729	aA
15	0,0571	bA	0,0720	aA
16	0,0457	bABCD	0,0609	aAB
17	0,0425	bBCDE	0,0551	aBCD
18	0,0415	aBCDEF	0,047	aCDE
19	0,0383	aCDEFG	0,0426	aDEF
20	0,0342	bDEFGHI	0,0413	aEFG
21	0,0326	aEFGHI	0,0321	aFGHIJ

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Linhas – letras minúsculas; Colunas – letras maiúsculas.

Tabela LXIV. Resultado das médias de CEs entre as doses nos tratamentos V1 e V2.

Tempo (semanas)	Tratamentos V			
	Dose1		Dose 2	
1	0,0187	aG	0,0194	aJ
2	0,0193	aG	0,0207	aIJ
3	0,0205	aFG	0,0223	aIJ
4	0,0225	aFG	0,0246	aHIJ
5	0,0233	aFG	0,0253	aHIJ
6	0,0238	aFG	0,0259	aHIJ
7	0,0246	aFG	0,0261	aHIJ
8	0,0279	aEFG	0,0293	aGHIJ
9	0,0292	aDEFG	0,0308	aFGHIJ
10	0,0299	aDEFG	0,0341	aEFGH
11	0,0373	aCDE	0,0409	aDEF
12	0,0468	aABC	0,0511	aABCD
13	0,0456	aABC	0,0543	aABC
14	0,0516	aA	0,0571	aA
15	0,0491	aAB	0,0549	aAB
16	0,0399	aBCD	0,043	aCDE
17	0,0387	aBCDE	0,0452	aBCDE
18	0,0317	aDEF	0,0383	aEFG
19	0,0288	aDEFG	0,0349	aEFGH
20	0,0253	aFG	0,0311	aFGHI
21	0,0236	aFG	0,0289	aGHIJ

As médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Linhas – letras minúsculas; Colunas – letras maiúsculas.