

**UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA “JÚLIO DE MESQUITA FILHO”
INSTITUTO DE GEOCIÊNCIAS E CIÊNCIAS EXATAS
CÂMPUS DE RIO CLARO**

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM GEOCIÊNCIAS E MEIO AMBIENTE

THELMA MARIA FERREIRA

**AVALIAÇÃO DA MOBILIDADE DE ÍONS E METAIS DA VINHAÇA ATRAVÉS DE
ENSAIOS DE COLUNAS EM SOLO DA FORMAÇÃO RIO CLARO**

Rio Claro, SP

2018

**UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA “JÚLIO DE MESQUITA FILHO”
INSTITUTO DE GEOCIÊNCIAS E CIÊNCIAS EXATAS
CÂMPUS DE RIO CLARO**

THELMA MARIA FERREIRA

**AVALIAÇÃO DA MOBILIDADE DE ÍONS E METAIS DA VINHAÇA ATRAVÉS DE
ENSAIOS DE COLUNAS EM SOLO DA FORMAÇÃO RIO CLARO**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Instituto de Geociências e Ciências Exatas do Câmpus de Rio Claro, da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Geociências e Meio Ambiente

Orientador: Prof. Dr. Chang Hung Kiang

Rio Claro - SP

2018

F383a Ferreira, Thelma Maria
Avaliação da mobilidade de íons e metais da vinhaça através de
ensaios de colunas em solo da Formação Rio Claro / Thelma Maria
Ferreira. -- Rio Claro, 2018
153 f. : il., tabs., fotos

Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual Paulista (Unesp),
Instituto de Geociências e Ciências Exatas, Rio Claro
Orientador: Chang Hung Kiang

1. Cana-de-Açúcar. 2. Norma Técnica P4.231. 3. Ensaio de
Coluna. 4. Contaminação de solo e água subterrânea. 5.
Hidrogeologia de Contaminantes. I. Título.

Sistema de geração automática de fichas catalográficas da Unesp. Biblioteca do Instituto de
Geociências e Ciências Exatas, Rio Claro. Dados fornecidos pelo autor(a).

Essa ficha não pode ser modificada.

THELMA MARIA FERREIRA

**AVALIAÇÃO DA MOBILIDADE DE ÍONS E METAIS DA VINHAÇA ATRAVÉS DE
ENSAIOS DE COLUNAS EM SOLO DA FORMAÇÃO RIO CLARO**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Instituto de Geociências e Ciências Exatas do Câmpus de Rio Claro, da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Geociências e Meio Ambiente

Comissão Examinadora

Prof. Dr. Chang Hung Kiang – Orientador

Dr. Miguel Angel Alfaro Soto

Dra. Sílvia Maria Ferreira Salvador

Rio Claro, SP - 04 de setembro de 2018

*Com grande alegria **dedico** a Deus, aos meus pais e a todos que me apoiaram desde o início desta longa jornada.*

AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço a Deus por ter me guiado e me dado sabedoria e perseverança para superar as dificuldades.

Agradeço, em especial, ao meu pai Alfredo Rudeney Ferreira e a minha mãe Marlene Silva Ferreira por sempre me guiarem no caminho do bem e por acreditarem nos meus sonhos.

Ao meu esposo Tabajara, por toda paciência, incentivo e amor.

Ao professor Chang Hung Kiang pela orientação e principalmente pela oportunidade e confiança na realização desta pesquisa.

Ao Miguel Angel Alfaro Soto por toda amizade dedicada e pelos valiosos conselhos e orientações.

Ao professor Everton de Oliveira por todas as oportunidades geradas e, principalmente, pelo incentivo no caminho do conhecimento e aperfeiçoamento profissional.

O presente trabalho foi realizado com apoio (bolsa de estudo) da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 33004137036P9".

Deixo aqui registrados meus sinceros agradecimentos a todos que fazem parte do Laboratório de Estudos de Bacias (LEBAC), do Laboratório de Remediação de Áreas Impactadas por Hidrocarbonetos (LRAIH) e do Laboratório de Hidrogeologia e Hidroquímica, pertencentes à Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho" - UNESP - Rio Claro.

Aos meus queridos amigos e companheiros de estudo e/ou trabalho: Bruna, Cristiane, Eduardo, Elias, Eliana, Emílio, Felipe, Gabriela, Hernan, Izete, Joseli, Juliana, José Carlos (Cal), Lélia, Luciana, Magali, Marcia, Patrícia, Roger e Silvia. A vocês minha gratidão pela amizade, pelos conselhos e pelas tantas ajudas que recebi.

Às minhas amigas Luciana e Ingrid e aos meus amigos de graduação (Jarbas, Juliana e Mariane), que mesmo distantes, me ajudaram a iniciar esta jornada.

Imensamente feliz e grata a todos que, de perto ou de longe, me apoiaram e confiaram em meu potencial.

Com perseverança até o sonho mais distante se alcança.

Thelma Maria Ferreira

RESUMO

No processo industrial da produção sucroalcooleira um dos efluentes gerados é a vinhaça, que se destaca pelo grande volume com que é produzida e pelo alto potencial fertilizante, característica que possibilita seu aproveitamento em atividades agrícolas, no entanto, a vinhaça também possui alto poder poluente. Neste contexto, o uso da vinhaça na fertilização de cana-de-açúcar, embora seja uma prática aceita, deve ser realizado de forma controlada, sendo regulamentado no Estado de São Paulo pela Companhia Ambiental do Estado de São Paulo – CETESB através da Norma Técnica P4.231. Devido a composição da vinhaça ser muito variável não há como estabelecer doses fixas, assim, atualmente as dosagens de aplicação no solo são calculadas em função das necessidades da planta em relação ao potássio, sendo consideradas a capacidade de troca catiônica do solo e as concentrações de potássio no solo e na vinhaça. Todavia, além da oscilação composicional da vinhaça, seus efeitos sobre cada tipo de solo também são muito diversos, podendo modificar parâmetros hidráulicos do solo e, conseqüentemente, alterar a velocidade de percolação da água e dos contaminantes presentes na solução. Diante desta problemática, para avaliar o uso da dosagem calculada pela Norma P4.231 da CETESB, foram realizados ensaios laboratoriais de percolação a carga constante, em colunas com amostras de solo arenoso da Formação Rio Claro previamente infiltradas com as doses de 0 (testemunho), 55 (equivalente a dose máxima permitida pela CETESB), 80, 400 e 800 m³/ha. A aplicação destas doses permitiu a avaliação de seus efeitos nos parâmetros hidráulicos do solo estudado e a possível geração de diferentes graus de contaminação nos efluentes percolados, implicando um potencial risco para a água subterrânea e superficial. Os resultados obtidos indicam que com a aplicação das doses de 55 e 80 m³/ha houve um aumento na capacidade de retenção do solo, fator este positivo tanto para o aspecto fertilidade do solo quanto ao ambiental. Entretanto, com a aplicação de doses elevadas como as de 400 e 800 m³/ha observa-se uma queda progressiva na capacidade de retenção do solo, que implica em perdas por lixiviação e conseqüente aumento nas concentrações de sólidos totais dissolvidos, cloreto, fluoreto, acetato, carbono orgânico total, alumínio, ferro, manganês e zinco, que em algumas amostras apresentaram concentrações superiores aos valores de referência ambiental e de potabilidade adotados podendo, portanto, gerar riscos à qualidade do solo e da água subterrânea tornando-a imprópria para consumo humano. Quanto à condutividade hidráulica saturada, os valores obtidos para a coluna com 55 m³/ha foram muito similares aos obtidos na coluna sem aplicação de vinhaça, indicando que para o solo estudado esta dosagem não trouxe nenhuma alteração significativa, porém, com o aumento das dosagens houve redução gradual destes valores. Com base nos resultados obtidos para a configuração dos testes laboratoriais realizados, pode-se afirmar que, a aplicação de vinhaça na dose máxima estabelecida pela norma P4.231 CETESB (2015) não apresentou riscos à qualidade do solo estudado e da água subterrânea.

Palavras-chave: Cana-de-Açúcar. Norma Técnica P4.231. Ensaios de Coluna. Contaminação de solo e água subterrânea. Hidrogeologia de Contaminantes.

ABSTRACT

In the industrial production process of sugar and alcohol, one of the effluents generated is vinasse, which stands out for the large volume produced and for the high fertilizing potential, allowing its use in agricultural activities, however, the vinasse also has high pollution power. In this context, the use of vinasse in the fertilization of sugarcane, although it is an accepted practice, must be carried out in a controlled manner, being regulated in the State of São Paulo by the Companhia Ambiental do Estado de São Paulo (CETESB) through Technical Standard P4. 231. Due to the composition of the vinasse being very variable, it is not possible to establish fixed doses, so, currently the dosages of application in the soil are calculated according to the needs of the plant in relation to potassium ion, considering the cation exchange capacity of the soil and the concentrations of potassium in soil and vinasse. In addition to the compositional oscillation of vinasse, its effects on each type of soil is also very diverse, being able to modify hydraulic parameters of the soil and, consequently, to change the rate of percolation of the water and the contaminants present in the solution. In order to evaluate the use of the dosage calculated by CETESB Standard P4.231, constant load percolation tests were carried out in columns with samples of a sandy soil from the Rio Claro Formation previously infiltrated with the doses of 0 (control), 55 (equivalent to the maximum dose allowed by CETESB), 80, 400 and 800 m³/ha. The application of these doses allowed the evaluation of its effects on the hydraulic parameters of the studied soil and the possible generation of different degrees of contamination in the percolated effluents implying a potential risk for groundwater and surface water. The results indicated that for the doses of 55 and 80 m³/ha there was an increase in the retention capacity of soil, which is positive about the aspect of soil fertility as well as the environmental aspect. However the application of high doses such as 400 and 800 m³/ha, there is a progressive decrease in the soil retention capacity, which implies losses due to leaching and consequent increase in the concentrations of total dissolved solids, chloride, fluoride, acetate, total organic carbon, aluminum, iron, manganese and zinc, which in some samples presented concentrations higher than the values of potability and environmental reference adopted, what could generate risks to soil and groundwater quality. Regarding the saturated hydraulic conductivity, the values obtained for the column with 55 m³/ha dosage were very similar to those obtained in the control column, indicating that this dosage did not bring any significant change, but with the increase of the dosages there was gradual reduction in those values. Based on the results obtained for the configuration of the laboratory tests carried out, it can be stated that the application of vinasse at the maximum dose established by standard P4.231 CETESB (2015) did not present risks to the quality of the studied soil and groundwater.

Keywords:. Sugar Cane. Technical Standard P4. 231. Column Tests. Soil and Groundwater Contamination. Hydrogeology of Contaminants.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Localização do ponto de coleta das amostras de solo	27
Figura 2 - Equipamento de Percolação em Colunas de Solo.	37
Figura 3 - Desenho esquemático da Coluna de Percolação e das suas partes.....	39
Figura 4 - Desenho esquemático com as doses de vinhaça aplicadas em cada coluna (C), apresentadas em função da dosagem máxima permitida pela norma P4.231 da CETESB (2015) e seu valor correspondente em m ³ /ha.	44
Figura 5 – Equipamento de percolação em colunas de solo – colunas sendo saturadas	47
Figura 6 – Curva de distribuição granulométrica - Amostra RC-1	56
Figura 7 – Curva de distribuição granulométrica - Amostra RC-2	56
Figura 8 – Curva de distribuição granulométrica - Amostra RC-3	57
Figura 9 - Difratoograma de Raios X da fração fina da amostra de solo - Amostra Ensaio 1 (C1 e C2)	58
Figura 10 - Difratoograma de Raios X da fração fina da amostra de solo - Amostra Ensaio 1 (C3 e C4)	58
Figura 11 - Difratoograma de Raios X da fração fina da amostra de solo - Amostra Ensaio 2 (C5 e C6)	59
Figura 12 - Difratoograma de Raios X da fração fina da amostra de solo - Amostra Ensaio 2 (C7 e C8)	59
Figura 13 - Difratoograma de Raios X da fração fina da amostra de solo - Amostra Ensaio 3 (C1 e C2)	60
Figura 14 - Difratoograma de Raios X da fração fina da amostra de solo - Amostra Ensaio 3 (C3 e C4)	60
Figura 15 - Curvas de variação dos valores médios da Condutividade Hidráulica a 20 °C <i>versus</i> nº de vazios percolados (T) para as 5 doses de vinhaça - valores obtidos no Primeiro (T ₀) e no Segundo (T ₃₁) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.....	63
Figura 16 - Valores médios da Condutividade Hidráulica a 20 °C <i>versus</i> doses de vinhaça - valores obtidos no Primeiro (T ₀) e no Segundo (T ₃₁) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.....	64
Figura 17 - Valores de Potencial Hidrogeniônico no solo <i>versus</i> doses de vinhaça - solo natural (sem ensaiar) e amostras coletadas após os dois volumes percolados (T ₀ e T ₃₁).....	71
Figura 18 - Curvas de variação dos valores médios de Potencial Hidrogeniônico <i>versus</i> nº de vazios percolados (T) para as 5 doses de vinhaça - valores obtidos no Primeiro (T ₀) e no Segundo (T ₃₁) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.	78

Figura 19 - Valores médios do pH do percolado das 5 doses ensaiadas - coletadas no Primeiro volume Percolado (T_0) e no Segundo Volume Percolado (T_{31}) dos Ensaios 1 a 3.....	78
Figura 20 - Curvas de variação dos valores médios de Potencial de Óxido-Redução <i>versus</i> nº de vazios percolados (T) para as 5 doses de vinhaça - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.	79
Figura 21 - Valores médios do Eh(mV) do percolado das 5 doses ensaiadas - coletadas no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.....	79
Figura 22 - Curvas de variação dos valores médios de Condutividade Elétrica <i>versus</i> nº de vazios percolados (T) para as 5 doses de vinhaça - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.	80
Figura 23 - Valores médios da CE ($\mu\text{S}/\text{cm}$) do percolado das 5 doses ensaiadas - coletadas no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.....	81
Figura 24 - Valores médios da concentração de STD (mg/L) <i>versus</i> doses de vinhaça - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.....	82
Figura 25 - Valores médios da massa equivalente de STD (mg) na Vinhaça influente (dose de vinhaça aplicada) de cada coluna e nos seus efluentes do Primeiro (T_0) e do Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.	83
Figura 26 - Valores médios da concentração de K (mg/L) <i>versus</i> doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.....	85
Figura 27 - Valores médios da massa equivalente de K (mg) na Vinhaça influente (dose de vinhaça aplicada) de cada coluna e nos seus efluentes do Primeiro (T_0) e do Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.	85
Figura 28 - Valores médios da concentração de Na (mg/L) <i>versus</i> doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.....	86
Figura 29 - Valores médios da massa equivalente de Na (mg) na Vinhaça influente (dose de vinhaça aplicada) de cada coluna e nos seus efluentes do Primeiro (T_0) e do Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.	87
Figura 30 - Valores médios da concentração de Ca (mg/L) <i>versus</i> doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.....	88
Figura 31 - Valores médios da massa equivalente de Ca (mg) na Vinhaça influente (dose de vinhaça aplicada) de cada coluna e nos seus efluentes do Primeiro (T_0) e do Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.	88
Figura 32 - Valores médios da concentração de Mg (mg/L) <i>versus</i> doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.....	89

Figura 33 - Valores médios da massa equivalente de Mg (mg) na Vinhaça influente (dose de vinhaça aplicada) de cada coluna e nos seus efluentes do Primeiro (T_0) e do Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.	89
Figura 34 - Valores médios da concentração de Cloreto (mg/L) <i>versus</i> doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.	91
Figura 35 - Valores médios da massa equivalente de Cloreto (mg) na Vinhaça influente (dose de vinhaça aplicada) de cada coluna e nos seus efluentes do Primeiro (T_0) e do Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.	91
Figura 36 - Valores médios da concentração de Sulfato (mg/L) <i>versus</i> doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.	92
Figura 37 - Valores médios da massa equivalente de Sulfato (mg) na Vinhaça influente (dose de vinhaça aplicada) de cada coluna e nos seus efluentes do Primeiro (T_0) e do Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.	92
Figura 38 - Valores médios da concentração de Fluoreto (mg/L) <i>versus</i> doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.	94
Figura 39 - Valores médios da concentração de Acetato (mg/L) <i>versus</i> doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.	95
Figura 40 - Valores médios da massa equivalente de Acetato (mg) na Vinhaça influente (dose de vinhaça aplicada) de cada coluna e nos seus efluentes do Primeiro (T_0) e do Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.	95
Figura 41 - Valores médios da concentração de Nitrito (mg/L) <i>versus</i> doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.	96
Figura 42 - Valores médios da concentração de Nitrato (mg/L) <i>versus</i> doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.	97
Figura 43 - Valores médios da concentração de Amônio (mg/L) <i>versus</i> doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.	97
Figura 44 - Valores médios da concentração de TOC (mg/L) <i>versus</i> doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.	98
Figura 45 - Valores médios da massa equivalente de TOC (mg) na Vinhaça influente (dose de vinhaça aplicada) de cada coluna e nos seus efluentes do Primeiro (T_0) e do Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.	99
Figura 46 - Valores médios da concentração de Estrôncio (mg/L) <i>versus</i> doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.	101

Figura 47 - Valores médios da massa equivalente de Estrôncio (mg) na Vinhaça influente (dose de vinhaça aplicada) de cada coluna e nos seus efluentes do Primeiro (T_0) e do Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.	102
Figura 48 - Valores médios da concentração de Alumínio (mg/L) <i>versus</i> doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.	103
Figura 49 - Valores médios da massa equivalente de Alumínio (mg) na Vinhaça influente (dose de vinhaça aplicada) de cada coluna e nos seus efluentes do Primeiro (T_0) e do Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.	103
Figura 50 - Valores médios da concentração de Bário (mg/L) <i>versus</i> doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.	104
Figura 51 - Valores médios da massa equivalente de Bário (mg) na Vinhaça influente (dose de vinhaça aplicada) de cada coluna e nos seus efluentes do Primeiro (T_0) e do Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.	105
Figura 52 - Valores médios da concentração de Manganês (mg/L) <i>versus</i> doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.	106
Figura 53 - Valores médios da massa equivalente de Manganês (mg) na Vinhaça influente (dose de vinhaça aplicada) de cada coluna e nos seus efluentes do Primeiro (T_0) e do Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.	106
Figura 54 - Valores médios da concentração de Zinco (mg/L) <i>versus</i> doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.	107
Figura 55 - Valores médios da massa equivalente de Zinco (mg) na Vinhaça influente (dose de vinhaça aplicada) de cada coluna e nos seus efluentes do Primeiro (T_0) e do Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.	107
Figura 56 - Valores médios da concentração de Ferro (mg/L) <i>versus</i> doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.	108
Figura 57 - Valores médios da massa equivalente de Ferro (mg) na Vinhaça influente (dose de vinhaça aplicada) de cada coluna e nos seus efluentes do Primeiro (T_0) e do Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.	108
Figura 58 - Valores médios da concentração de Sílica (mg/L) <i>versus</i> doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.	110
Figura 59 - Valores médios da massa equivalente de Sílica (mg) na Vinhaça influente (dose de vinhaça aplicada) de cada coluna e nos seus efluentes do Primeiro (T_0) e do Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.	110

LISTA DE FOTOS

Foto 1 - Tubulação de distribuição de água.	38
Foto 2 - Células de percolação C1 a C4.	39
Foto 3 - Placa crivada: (a) lado liso e (b) lado com sulcos.	40
Foto 4 - Conforme indicado na foto, <i>cap's</i> superior (a) e (d) e inferior (b) e (c).	40
Foto 5 - <i>Cap</i> com placa crivada, anel de vedação e filtro de papel.	40
Foto 6 - Coluna instalada no suporte.	41
Foto 7 - Extensores utilizados na compactação.	45
Foto 8 - Compactador Estático.	45
Foto 9 - Aplicação de Vinhaça <i>in natura</i>	45
Foto 10 - Colunas nos dessecadores.	45
Foto 11 - Sistema completo com as 4 colunas sendo saturadas.	46
Foto 12 - Foto em detalhe da saturação das colunas 7 e 8.	46
Foto 13 - Primeira etapa de percolação em andamento (Tempo Inicial) - percolação da coluna C2.	48
Foto 14 - Primeira etapa de percolação encerrada - colunas em período de incubação (mangueiras presas com presilhas metálicas).	48
Foto 15 - Coleta de amostras durante o ensaio - Tubos graduados do tipo Falcon.	49
Foto 16 - Amostras de Efluente Percolado (Vinhaça Efluente) e de Vinhaça <i>in natura</i> (Vinhaça influente) para análises químicas.	49

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Ensaaios e análises realizadas para a caracterização do solo estudado.	31
Tabela 2 – Parâmetros analisados no solo e suas respectivas metodologias de análise (informadas no laudo da ESALQ).	33
Tabela 3 – Parâmetros analisados na Vinhaça <i>in natura</i> e suas respectivas metodologias de análise (informadas no laudo da ESALQ).	35
Tabela 4 – Dosagens de vinhaça aplicadas em cada coluna (C), calculadas em função da dosagem máxima permitida pela norma P4.231 da CETESB (2015).	43
Tabela 5 – Amostras coletadas durante os ensaios de percolação.....	50
Tabela 6 – Parâmetros analisados nas amostras de Vinhaça <i>in natura</i> e de efluente percolado, coletadas nos Ensaios 1 a 3, e suas respectivas metodologias de análise (conforme informado no laudo analítico).	52
Tabela 7 – Índices Físicos da amostra de solo da Formação Rio Claro.	54
Tabela 8 – Parâmetros de compactação da amostra de solo da Formação Rio Claro nos 12 corpos de prova submetidos aos Ensaios de Percolação.	55
Tabela 9 – Resultados das análises granulométricas das amostras de solo da Formação Rio Claro	56
Tabela 10 – Resultados da análise química do solo da Formação Rio Claro.	57
Tabela 11 – Conteúdo mineralógico identificado nas amostras dos corpos de prova ensaiados	61
Tabela 12 – Resultados da análise química da amostra de Vinhaça <i>in natura</i>	61
Tabela 13 – Valores médios da Condutividade Hidráulica a 20°C do solo saturado.	63
Tabela 14 – Concentração (mg/L) dos parâmetros analisados na Vinhaça <i>in natura</i> - Valores médios obtidos com as três análises (Ensaios 1 a 3).	67
Tabela 15 – Resultados da análise química do solo sem ensaiar (solo natural) e das amostras de solo retiradas das colunas após as duas etapas de percolação (T_0 e T_{31}).	68
Tabela 16 – Concentração (mg/L) dos parâmetros analisados (íons, STD e TOC) na Vinhaça <i>in natura</i> e no Efluente Percolado (Vinhaça Efluente) - Valores médios obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.	73
Tabela 17 – Concentração (mg/L) dos parâmetros analisados (metais e sílica) na Vinhaça <i>in natura</i> e no Efluente Percolado (Vinhaça Efluente) - Valores médios obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.	74
Tabela 18 – Massa específica equivalente (mg) dos íons, STD e TOC nas doses de vinhaça aplicadas (Vinhaça influente) e no Efluente Percolado (Vinhaça Efluente) - Valores médios	

obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos
Ensaio 1 a 3..... 75

Tabela 19 – Massa específica equivalente (mg) dos metais e da sílica nas doses de vinhaça
aplicadas (Vinhaça influente) e no Efluente Percolado (Vinhaça Efluente) - Valores médios
obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos
Ensaio 1 a 3..... 76

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	17
2 OBJETIVOS	19
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	20
3.1 Vinhaça de cana-de-açúcar - Considerações Gerais	20
3.2 Vinhaça de cana-de-açúcar - Características Gerais	20
3.3 Utilização da vinhaça de cana-de-açúcar na fertilização de solos	21
3.4 Legislação para a aplicação de vinhaça no solo agrícola no Estado de São Paulo	25
4 LOCALIZAÇÃO E DESCRIÇÃO DO SOLO ESTUDADO	27
5 MATERIAL E MÉTODOS.....	29
5.1 Coleta e Preparo das Amostras de Solo	29
5.2 Ensaio de Caracterização da Amostra de Solo	30
5.2.1 Caracterização Física do Solo.....	31
5.2.1.1 Índices Físicos.....	31
5.2.1.2 Granulometria.....	32
5.2.2 Caracterização Físico-Química do Solo	32
5.2.3 Caracterização Mineralógica da Fração Fina do Solo	34
5.3 Aquisição e Caracterização Química da Vinhaça.....	34
6 ENSAIO DE PERCOLAÇÃO EM COLUNAS DE SOLO	36
6.1 Equipamento de Percolação	37
6.2 Procedimentos do Ensaio	41
6.2.1 Cálculo das Dosagens de Aplicação de Vinhaça	42
6.2.2 Preparo das Colunas.....	44
6.2.3 Saturação das colunas.....	46
6.2.4 Percolação de água deionizada	47
6.3 Cálculo da Condutividade Hidráulica Saturada.....	50
6.4 Análise Química Quantitativa.....	51

6.5 Tratamento dos Dados.....	52
7 RESULTADOS DA CARACTERIZAÇÃO DO SOLO E DA VINHAÇA.....	54
7.1 Caracterização da Amostra de Solo da Formação Rio Claro	54
7.1.1 Caracterização Física do Solo.....	54
7.1.2 Caracterização Físico-Química do Solo	57
7.1.3 Caracterização Mineralógica da Fração Fina do Solo.....	57
7.2 Caracterização Química da Vinhaça.....	61
8 ENSAIOS DE COLUNA - RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	62
8.1 Avaliação da Condutividade Hidráulica Saturada do solo da Formação Rio Claro com diferentes doses de vinhaça.....	62
8.2 Avaliação da mobilidade de íons e metais da vinhaça no solo da Formação Rio Claro com as diferentes doses aplicadas	65
8.2.1 Caracterização da composição da Vinhaça <i>in natura</i>	65
8.2.2 Avaliação da composição do solo da Formação Rio Claro antes e após os ensaios.....	68
8.2.3 Avaliação do Efluente Percolado (Vinhaça Efluente)	71
8.2.3.1 <i>Potencial Hidrogeniônico (pH) e Potencial de Óxido-redução (Eh)</i>	77
8.2.3.2 <i>Condutividade Elétrica (CE) e Sólidos Totais Dissolvidos (STD)</i>	80
8.2.3.3 <i>Íons analisados</i>	84
8.2.3.4 <i>Carbono Orgânico Total (TOC)</i>	98
8.2.3.5 <i>Metais</i>	100
8.2.3.6 <i>Sílica (SiO₂)</i>	109
9 CONCLUSÃO	111
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	113
APÊNDICE A - Parâmetros físico-químicos e hidráulicos das colunas ensaiadas - Ensaios 1 a 3	116
ANEXO A - Resultados analíticos da caracterização do solo e da vinhaça.....	130
ANEXO B - Resultados analíticos das amostras de vinhaça (vinhaça influente) e dos efluentes percolados (vinhaça efluente) - Ensaios 1 a 3.....	136

1 INTRODUÇÃO

O Brasil é o maior produtor mundial de cana-de-açúcar sendo estimada para a safra 2018/19 uma produção de 625,96 milhões de toneladas a serem colhidas em uma área de 8,61 milhões de hectares (COMPANHIA NACIONAL DE ABASTECIMENTO, 2018).

Diretamente relacionada à produção de cana-de-açúcar está a geração de vinhaça, que é um dos efluentes da produção sucroalcooleira, destacando-se pelo grande volume produzido e por possuir alto poder poluente, bem como, alto valor fertilizante. Além disso, embora a composição da vinhaça seja caracterizada por alta carga orgânica e presença significativa dos cátions potássio, cálcio e magnésio a sua composição é muito variável, de modo que seus efeitos no solo também variam, podendo alterar inclusive seus parâmetros hidráulicos (RIBEIRO; NOVAIS; BAHIA FILHO, 1983) e, conseqüentemente, alterar a velocidade de percolação da água e dos contaminantes presentes na solução.

Neste contexto, o uso da vinhaça na fertilização de cana-de-açúcar, embora seja uma prática aceita, deve ser realizado de forma controlada, sendo regulamentado no Estado de São Paulo pela Norma Técnica P4.231 da Companhia Ambiental do Estado de São Paulo – CETESB (2015). Segundo a referida norma, as dosagens de aplicação da vinhaça deverão ser calculadas em função das necessidades da planta em relação ao potássio, considerando características do solo e, também, as concentrações de potássio no solo e na vinhaça.

Nesse cenário, no Brasil têm sido publicados muitos trabalhos avaliando a aplicação de diferentes dosagens de vinhaça em diferentes tipos de solo, sendo realizados diretamente em áreas de cultivo de cana-de-açúcar (GLOEDEN et al., 1991) ou em condições de laboratório (LOBATO, LIBARDI; CAMARGO, 1998 e BRITO; ROLIM, 2005). Nesta linha de pesquisa, visando avaliar a problemática da utilização da vinhaça, Hassuda, Rebouças e Cunha (1990) desenvolveram um trabalho em uma área-piloto do aquífero Bauru com o qual concluíram que a aplicação de vinhaça na fertilização da área gerou impactos na qualidade da água subterrânea que apresentou concentrações de alumínio, cloreto, ferro, nitrogênio amoniacal, magnésio, manganês e matéria orgânica superiores aos padrões de potabilidade estando, desta forma, inadequada para o consumo humano.

Diante desta problemática, para avaliar o uso da dosagem calculada pela Norma P4.231 da CETESB, foram realizados, em laboratório, ensaios de percolação em colunas de solo com amostras da Formação Rio Claro previamente infiltradas com diferentes doses de vinhaça, permitindo assim, a avaliação do efeito de cada dosagem nos parâmetros hidráulicos do solo, bem como, na possível geração de diferentes graus de contaminação do percolado implicando um potencial risco para a água subterrânea e superficial. Desta forma, com o desenvolvimento da presente pesquisa, pretende-se contribuir no estabelecimento de critérios para a avaliação de dosagens máximas permitidas visando à proteção de águas superficiais e subterrâneas e com isso contribuir no entendimento e no gerenciamento do uso e da aplicação da vinhaça nos solos.

2 OBJETIVOS

O objetivo da pesquisa é avaliar o potencial contaminante da vinhaça, quando aplicada na fertilização do solo residual da Formação Rio Claro, a partir de ensaios laboratoriais de percolação em colunas de solo submetidas a diferentes dosagens de vinhaça (dose máxima permitida pela norma P4.231 da CETESB - 2015 e em doses superiores a esta), bem como, a diferentes períodos de incubação. Assim, visa-se, por meio de Ensaio de Percolação em Coluna de Solo, caracterizar uma eventual modificação na condutividade hidráulica e avaliar a mobilidade dos íons e metais mais presentes após as amostras de solo serem submetidas a diferentes dosagens de vinhaça, bem como, a diferentes períodos de incubação.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Vinhaça de cana-de-açúcar - Considerações Gerais

O escoamento da vinhaça, devido ao alto potencial poluente e por se tratar de um resíduo industrial produzido em larga escala, se torna um problema ambiental. Historicamente, uma das primeiras iniciativas legais de controle quanto aos abusos das usinas que lançavam a vinhaça diretamente nas águas remonta de 1938, no entanto, o primeiro decreto estadual foi expedido apenas em 1946, quando foi criada a Comissão Permanente de Proteção aos Cursos D'água (FREIRE; CORTEZ, 2000).

Em novembro de 1975, com o objetivo de estimular a produção do álcool, houve a criação do Programa Nacional do Álcool ou *Proálcool*, desde então, a produção do álcool passou a ser feita em grande escala resultando, também, na geração de vinhaça em grande escala. Neste cenário, atualmente, o Brasil é o maior produtor mundial de cana-de-açúcar e estima-se que para a safra de 2018/19 o agronegócio sucroalcooleiro deverá atingir a produção de 35,48 milhões de toneladas de açúcar e 28,16 bilhões de litros de etanol (COMPANHIA NACIONAL DE ABASTECIMENTO, 2018).

3.2 Vinhaça de cana-de-açúcar - Características Gerais

A composição da vinhaça de cana-de-açúcar é caracterizada por alta carga orgânica e potássio, além da presença significativa de cálcio, fósforo, sódio, magnésio, enxofre e sulfato, no entanto, sua composição química é muito variável, sendo extremamente variável até mesmo durante o período da safra. Além das heterogeneidades constatadas durante o próprio período da safra, dentre os fatores que influenciam na composição da vinhaça, destaca-se a natureza, a composição, e os equipamentos / sistema de preparo do mosto. Para Bittencourt et al. (1978) os teores de determinados elementos na vinhaça são mais dependentes dos processos de fabricação do que das concentrações do caldo original.

Segundo Rodela e Ferrari (1977) a vinhaça se comporta como um ácido fraco, pois sua matéria orgânica é constituída em grande parte por ácidos orgânicos e, dentre seus macronutrientes, o potássio e enxofre são o cátion e o ânion, respectivamente, predominantes. Já os constituintes N, P, S, Ca, Mg e K

predominam na forma mineral, ou seja, não estão ligados à matéria orgânica (BITTENCOURT et al., 1978).

A vinhaça sai dos destiladores à alta temperatura (aproximadamente 107°C), libera gases fétidos, apresenta elevada Demanda Bioquímica de Oxigênio (DBO), é rica em matéria orgânica coloidal e, embora não seja o único resíduo líquido resultante da produção de açúcar e álcool, é o mais importante, destacando-se por seu alto volume gerado (produzida a uma razão de aproximadamente 13 litros por litro de álcool destilado), alto poder poluente e alto valor fertilizante (FREIRE; CORTEZ, 2000).

3.3 Utilização da vinhaça de cana-de-açúcar na fertilização de solos

Segundo Almeida (1955) a vinhaça, dada sua ação altamente redutora e elevado grau de acidez é muito nociva se despejada diretamente em mananciais, trazendo graves consequências ambientais, dizimando a fauna, microflora e microfauna, afetando também as plantas aquáticas e flutuantes. Além da poluição de cursos d'água, é altamente insalubre, produzindo mau cheiro e aumento de pernilongos, trazendo problemas de saúde pública e de ordem social.

Em contrapartida, a vinhaça possui alto potencial fertilizante, possibilitando seu aproveitamento em atividades agrícolas, no entanto, desde os primórdios de seu aproveitamento (por volta de 1940) sempre existiram divergências técnicas quanto aos aspectos ambientais da utilização deste resíduo. Quanto às suas características, visando à aplicação em solos, Almeida (1955) classifica a vinhaça como um resíduo rico em matéria orgânica coloidal e elementos minerais; contribui para elevar o pH dos solos podendo até mesmo alcalinizá-los; aumenta a microflora dos solos contribuindo para a nitrificação e, conseqüentemente, para o aumento da fertilidade; propicia à cana-de-açúcar condições mais favoráveis ao seu ciclo vegetativo; auxilia o aparecimento de ervas mais diversificadas que são indicativas de solos mais produtivos; aumenta o poder de embebição para a água e a retenção de minerais; e, também, diminui a erosão auxiliando na conservação dos solos.

Neste contexto, visando diminuir os riscos de poluição gerados pela descarga descontrolada de vinhaça em mananciais, bem como a recuperação econômica de seus subprodutos, algumas das alternativas já cogitadas para seu tratamento foram: Aplicação da vinhaça em lavouras, substituindo fertilizantes convencionais;

Evaporação, para a recuperação dos nutrientes, resultando em um produto que pode ser utilizado como fertilizante ou complemento de ração para animais; Fermentação aeróbica da vinhaça (utilizando levedos, bactérias ou fungos) visando à produção de um concentrado com elevado teor proteico que pode ser utilizado como ração animal; e Fermentação anaeróbica (utilizando bactérias) visando à produção de biogás (metano), que pode ser utilizado na destilaria ou em processos anexos (CAMHI, 1979). Dentre estas alternativas, o elevado potencial fertilizante da vinhaça aliado a fatores como o grande volume com que é gerada, sua resistência aos tratamentos, bem como o elevado custo destes possíveis tratamentos, tornou a aplicação da vinhaça no solo a saída mais economicamente viável para o escoamento deste resíduo.

Assim, visando o aproveitamento da vinhaça em atividades agrícolas, no ano de 1955 já existiam técnicas prescritas pelo Instituto Zimotécnico, para a sua utilização racional como fertilizante ou como agente de correção de solos. Na evolução do conhecimento sobre o assunto, Glória (1975), apresenta que o valor fertilizante da vinhaça está relacionado não somente a sua riqueza mineral, mas também a sua grande quantidade de matéria orgânica e enfatiza que a heterogeneidade de composição nas vinhaças produzidas faz com que o equivalente nos fertilizantes minerais usuais (NPK) seja extremamente variável, exigindo estudos de sua composição antes de sua aplicação.

Rodella e Ferrari (1977), assim como Glória (1975), ressaltam a dificuldade em estabelecer doses fixas, dadas às extremas variações composicionais da vinhaça. Face ao exposto, Glória (1975), considera que a aplicação racional da vinhaça está vinculada a análises químicas da composição do resíduo, estudo das condições do solo e da cultura que será aplicada, formas de distribuição e aplicação, além da viabilidade econômica.

Objetivando definir a taxa agronômica de irrigação com vinhaça de modo a preservar a qualidade da água subterrânea, Gloeden et al. (1991) desenvolveram um projeto de pesquisa em uma plantação de cana-de-açúcar localizada na área de recarga do aquífero de Botucatu. A área foi dividida em lotes com aplicação de taxas de 150 e 300 m³/hectare de vinhaça e, para possibilitar a amostragem e determinar a dinâmica dos constituintes da vinhaça através das zonas insaturada e saturada, foram instalados poços de monitoramentos, multiníveis, tensiômetros e lisímetros de sucção. Com os resultados obtidos os autores concluíram que em solos e

sedimentos permeáveis o potássio não oferece risco, entretanto, o carbono orgânico, o cloreto e o nitrogênio (amoniacoal e orgânico) são elementos que geram risco à qualidade da água subterrânea e ressaltam que alguns elementos, como o nitrogênio, que embora predominantemente orgânico na vinhaça, pode através de processos de nitrificação atingir níveis tóxicos de nitrato.

Nessa linha de pesquisa, para avaliar a utilização da vinhaça e consequente infiltração de seus constituintes, Hassuda, Reboucas e Cunha (1990) desenvolveram um trabalho pioneiro de investigação ambiental e monitoramento de seus impactos nas zonas não saturada e saturada. O trabalho foi desenvolvido em uma área-piloto do aquífero Bauru, na qual foi desenvolvida investigação geofísica e posterior instalação de poços piezômetros. Para as análises qualitativas, foram coletadas amostras de vinhaça, sedimentos e água subterrânea (coletadas em poços cacimbas, que serviram como *background* da área, e dos piezômetros instalados). Através dos resultados concluiu-se que a infiltração da vinhaça na área estudada gerou impactos na qualidade da água subterrânea que apresentou concentrações de alumínio, cloreto, ferro, nitrogênio amoniacoal, magnésio, manganês, e matéria orgânica superiores aos padrões de potabilidade, estando, portanto, inadequada para o consumo humano.

No Brasil, muitos trabalhos de percolação de diferentes dosagens de vinhaça em diversos tipos de solo vêm sendo desenvolvidos em laboratório, em geral, visam avaliar as seguintes variáveis: comportamento dos íons potássio (K^+), sódio (Na^+), cálcio (Ca^{2+}) e magnésio (Mg^{2+}), variação dos valores de potencial hidrogeniônico (pH) e condutividade elétrica (CE); variação nas concentrações de sólidos totais dissolvidos (STD), demanda bioquímica e química de oxigênio (DBO e DQO); e os efeitos da vinhaça na condutividade hidráulica dos solos.

Lobato, Libardi e Camargo (1998) objetivando avaliar os efeitos da vinhaça na condutividade hidráulica sob condições saturadas e não saturadas desenvolveram experimentos laboratoriais em colunas preenchidas com amostras remoldadas de um Latossolo Roxo distrófico nas quais foram aplicadas diferentes doses de vinhaça (100, 200, 400, 800 e 1.000 m³/ha). Para tanto, a avaliação da condutividade hidráulica em solo saturado foi feita através da utilização de infiltrômetro de carga constante e a do solo não saturado foi realizada pelo método do perfil instantâneo. Concluiu-se que: com o aumento das doses de vinhaça houve decréscimo gradativo da condutividade hidráulica do solo saturado, sendo mais acentuado a partir 400

m³/ha; quanto à condutividade hidráulica do solo não saturado não foi observada diferença relevante entre os valores obtidos para o solo ensaiado com água e com vinhaça.

Brito e Rolim (2005) em testes com colunas com solo (20,0 cm de diâmetro e 110,0 cm de altura) avaliaram o comportamento da vinhaça quanto aos seus efeitos na qualidade da água lixiviada do solo arenoso (Espodossolo Cárbico) que recebeu diferentes doses de vinhaça (0, 500 e 1000 m³/ha) e foi lixiviado em diferentes períodos de incubação (0, 40 e 60 dias). Quanto aos elementos e parâmetros analisados no solo (K, Na, Ca, Mg e pH) e na água (K, Na, Ca, Mg e pH, SDT, CE, DQO, DBO), segundo os pesquisadores, o solo teve um acréscimo nas concentrações de alguns elementos químicos e atuou como um bom redutor das variáveis analisadas em comparação com as existentes na vinhaça aplicada, assim, os resultados obtidos foram considerados favoráveis à aplicação de vinhaça tanto para o aspecto da fertilidade quanto ao ambiental.

Miyamoto, Kameyama e Nakajima (2012) em ensaio de incubação em colunas (5,0 cm de diâmetro e 5,1 cm de altura) preenchidas com solo Andisol (classe textural areno argilosa) visaram avaliar os impactos da aplicação de vinhaça nas propriedades hidráulicas do respectivo solo. As colunas foram ensaiadas com água deionizada, vinhaça e, visando avaliar os efeitos da vinhaça no crescimento de microrganismos no solo, vinhaça esterilizada (com radiação gama). Os resultados obtidos indicaram que: a vinhaça não contém microrganismos, no entanto, sua composição contribui para a procriação de microrganismos no solo com vinhaça; no quarto dia, após a aplicação da vinhaça em vez de água deionizada, foi observada uma notável redução da condutividade hidráulica saturada, essa redução foi atribuída ao entupimento dos poros do solo gerado pela atividade biológica (*bioclogging*) e, principalmente, pelo entupimento físico, devido aos sólidos em suspensão.

Segundo Uyeda (2009), os íons potássio e sódio, por serem cátions monovalentes, geram a dispersão das partículas de argila causando entupimento dos poros do solo e consequente redução da permeabilidade. Ribeiro, Novais e Bahia Filho (1983) em ensaios laboratoriais com seis amostras diferentes de Latossolo (com ampla variação de argila) e vinhaça de duas procedências (uma de mosto e outra de melaço) avaliaram a ação da vinhaça na dispersão ou floculação da argila no solo. Através dos resultados obtidos, concluíram que a vinhaça atua

como floculante em solos de textura mais argilosa e dispersante em solos de textura média. Adicionalmente, fatores como, natureza da argila e as relações entre quantidade, tipo e proporções de cátions presentes, também influenciam na dispersão.

Basso, Alfaro Soto e Chang (2017) em ensaios laboratoriais de percolação de vinhaça em colunas (6,5 cm de diâmetro interno e 19,0 cm de altura) com solo arenoso da Formação Rio Claro, em condição saturada, avaliaram a capacidade de retenção e os parâmetros de transporte dos íons K^+ , Ca^{2+} e Mg^{2+} , que foram obtidos através de *Breakthrough Curves* (BTC). Durante a percolação, foram monitorados os valores de pH, CE, DBO e DQO do efluente percolado e a condutividade hidráulica. Os resultados obtidos indicaram que durante a percolação não houve redução dos valores de DBO e DQO devido ao curto período do teste, mas houve diminuição gradual dos valores de pH do percolado e da condutividade hidráulica. Baseado nos resultados do fator de retardamento (R) a ordem de adsorção foi $K^+ > Ca^{2+} > Mg^{2+}$, no entanto, os valores de R dos íons analisados foram semelhantes, sugerindo o domínio do transporte por advecção e dispersão.

De uma forma geral, até os dias atuais, a utilização da vinhaça como fertilizante, embora com ressalvas, vem sendo utilizada visto que esta ainda é a solução mais racional e economicamente viável para o uso deste resíduo.

3.4 Legislação para a aplicação de vinhaça no solo agrícola no Estado de São Paulo

A Companhia Ambiental do Estado de São Paulo (CETESB) é a agência ambiental do Governo do Estado de São Paulo responsável pelo controle, fiscalização, monitoramento e licenciamento das atividades consideradas potencialmente poluidoras e, também, atividades que impliquem no corte de vegetação e intervenções em áreas consideradas de preservação permanente e ambientalmente protegida. Neste contexto, devido ao potencial poluidor da vinhaça, seu uso na fertilização de solo agrícola em cultura de cana de açúcar, embora seja uma prática aceita, deve ser realizado de forma controlada, sendo regulamentado no Estado de São Paulo pela Norma Técnica P4.231 da CETESB.

No ano de 2005 a CETESB publicou a primeira edição da Norma Técnica P4.231: “Vinhaça – Critérios e procedimentos para aplicação no solo agrícola”, que

se encontra na segunda versão da terceira edição apresentada na Decisão de Diretoria nº 045/2015/C, de 12 de fevereiro de 2015.

A Norma P4.231 visa “estabelecer os critérios e procedimentos para o armazenamento, transporte e aplicação da vinhaça gerada pela atividade sucroalcooleira no processamento de cana-de-açúcar, no solo do Estado de São Paulo.” (COMPANHIA AMBIENTAL DO ESTADO DE SÃO PAULO, 2015). Desta forma, a norma apresenta as instruções, procedimentos e exigências para a realização das seguintes atividades: armazenamento, transporte e aplicação no solo; elaboração do Plano de aplicação de vinhaça (que deve ser entregue anualmente); caracterização da vinhaça a ser utilizada nas aplicações no solo; caracterização da qualidade ambiental do solo; caracterização da fertilidade química do solo; e a determinação da dose de aplicação de vinhaça com relação à necessidade da cultura.

A dose de aplicação de vinhaça corresponde ao volume máximo de vinhaça (em m³) permitido para ser aplicado (por hectares) de cana-de-açúcar. A equação apresentada na norma foi elaborada em função das necessidades da planta em relação ao potássio, considerando características do solo e, também, as concentrações de potássio no solo e na vinhaça, conforme apresentado a seguir:

$$\frac{\text{m}^3 \text{ de vinhaça}}{\text{ha}} = \frac{[(0,05 \times \text{CTC} - K_s) \times 3744 + 185]}{K_{vi}} \quad \text{Equação (1)}$$

Onde:

0,05 = 5% da CTC;

CTC = Capacidade de Troca Catiônica, expressa em cmolc dm⁻³;

K_s = concentração de potássio no solo à profundidade de 0 a 0,80 metros, expresso em cmolc dm⁻³;

3744 = constante para transformar os resultados da análise de fertilidade, expressos em cmolc dm⁻³ ou meq 100 cm⁻³, para kg de potássio em um volume de 01 (um) hectare por 0,80 metros de profundidade.

185 = massa, em kg, de K₂O extraído pela cultura por hectare, por corte.

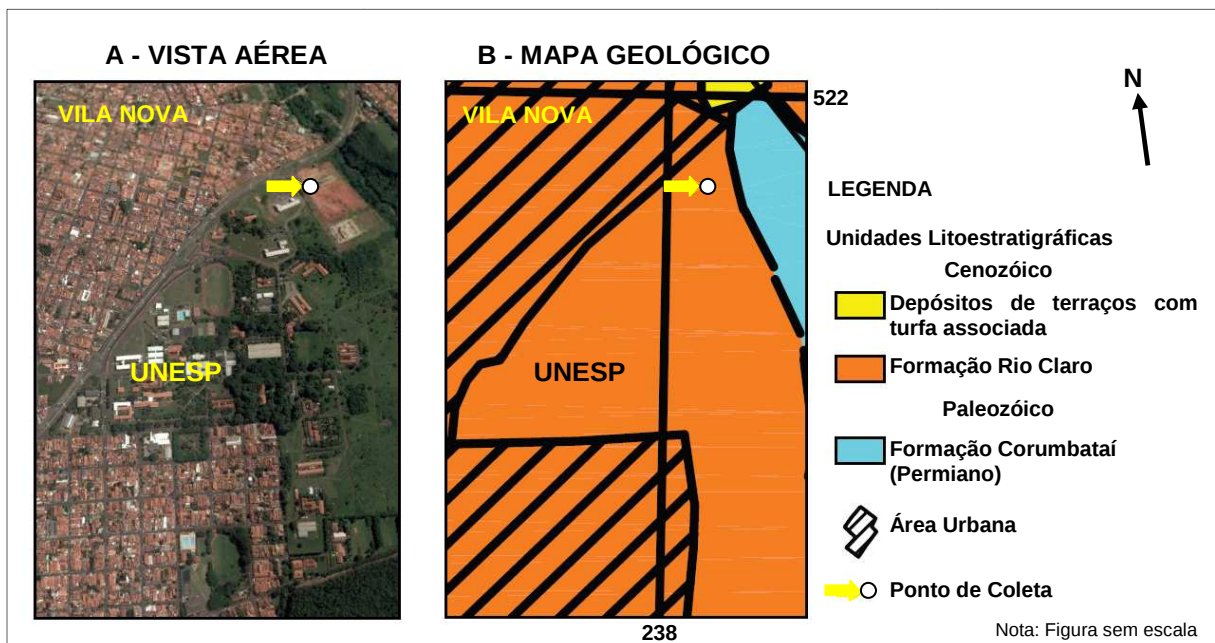
K_{vi} = concentração de potássio na vinhaça, expressa em kg de K₂O m⁻³.

4 LOCALIZAÇÃO E DESCRIÇÃO DO SOLO ESTUDADO

A amostra do solo estudado é proveniente da cobertura de material inconsolidado da Formação Rio Claro, que foi escolhida devido ser representativa de áreas onde ocorrem fertilização com vinhaça e, também, devido à sua importância hídrica visto que o Aquífero Rio Claro, que é constituído pelos sedimentos cenozóicos da Formação Rio Claro, é uma das fontes de abastecimento do município homônimo.

O município de Rio Claro é localizado na região Centro-leste do estado de São Paulo e dista 177 Km da capital, à qual é conectado pelo sistema Anhanguera-Bandeirantes e rodovia Washington Luiz. Dentro deste município, a seleção do local de coleta das amostras de solo subsuperficial (do tipo deformada e indeformada) foi feita buscando representatividade da Formação Rio Claro e, também, condições de mínima interferência de atividade antrópica, visto que a mesma é fortemente modificadora das condições naturais do meio. Assim sendo, a amostra foi coletada em um afloramento localizado dentro da área do novo Fórum Trabalhista do município, na elevação de 606 m e sob as coordenadas UTM 238.101m E e 7.521.752m S, zona 23K, conforme pode ser observado na Figura 1.

Figura 1 - Localização do ponto de coleta das amostras de solo



Fonte: A - Vista área Google Earth (em 02/10/2017) e B - Mapa Geológico alterado de Zaine (1994).

Oliva (2006) descreve que espessura da Formação Rio Claro varia consideravelmente de um local para outro (de 5 a 45 m), predominando valores entre 25 e 30 m. Os arenitos da Formação Rio Claro constituem um aquífero livre, raso, pouco espesso (aproximadamente 30 m) cujas características hidráulicas estão diretamente subordinadas às condições pluviométricas (águas pluviais) na zona de recarga. No Aquífero Rio Claro, conforme esperado para aquífero livre, na escala de detalhe a superfície do lençol freático (NA) acompanha aproximadamente a topografia local; na escala de município, a superfície do lençol freático está situada entre as cotas 566 m e 669 m e o fluxo das águas subterrâneas é orientado das cotas altas para as cotas baixas.

Conforme apresentado por Zaine (1994) os sedimentos da Formação Rio Claro são caracterizados por fraca litificação, predomínio de litotipos arenosos (esbranquiçados, amarelados e róseos, variando de areia fina a grossa), apresentam solo bastante desenvolvido (latossolo areno-argiloso com 8 a 12 m de espessura) e são comuns ocorrências de intercalações de lentes argilosas e níveis conglomeráticos. Topograficamente a unidade se posiciona entre as cotas de 670 e 580 m e, na área estudada, assenta-se em discordância sobre rochas mais antigas da Formação Corumbataí (siltitos e argilitos) com um contato marcado por um nível conglomerático.

Dos solos que recobrem a área do município de Rio Claro, Prado et al. (1981) em mapeamento pedológico na escala de 1:100.000, apresentam a existência de três tipos dominantes de solo, são eles: Podzólico Vermelho-Amarelo de textura média/ argilosa, Latossolo Vermelho-Amarelo (que corresponde ao solo de alteração da Formação Rio Claro) e Latossolo Roxo de textura argilosa a muito argilosa. Além destes, há também ocorrência pouco expressiva de solos litólicos (com espessura inferior a 30 cm) e solos hidromórficos (relacionados aos sedimentos aluvionares) de ocorrência restrita aos vales do Rio Corumbataí e Ribeirão Claro.

5 MATERIAL E MÉTODOS

A metodologia utilizada neste estudo compreendeu as seguintes etapas:

- a) Seleção do local de coleta da amostra de solo;
- b) Coleta, preparo e caracterização da amostra de solo;
- c) Coleta e caracterização da vinhaça utilizada;
- d) Adaptação da metodologia do Ensaio de Percolação em Coluna de Solo para as dimensões da presente pesquisa;
- e) Execução do ensaio de percolação em coluna de solo; e
- f) Interpretação dos dados coletados no ensaio.

5.1 Coleta e Preparo das Amostras de Solo

Para a presente pesquisa foram coletadas amostras de solo subsuperficiais do tipo indeformada e deformada de material inconsolidado da Formação Rio Claro. Durante a coleta, a fim de amenizar os efeitos de materiais indesejados como matéria orgânica e/ou resíduos da ação antrópica, as amostras foram extraídas desprezando-se a cobertura superficial (aproximadamente 30 cm). No total, foram coletadas três amostras indeformadas e 50 Kg de amostra deformada, essa quantidade foi coletada considerando a realização de todos os ensaios de caracterização, a confecção das colunas de percolação, bem como, os possíveis desperdícios devido à eventual necessidade de repetição de algum ensaio.

As amostras indeformadas foram coletadas visando um mínimo de perturbação, de modo a manter a estrutura do solo, a compactidade e a umidade natural de campo, para isso, a coleta foi realizada com amostradores cilíndricos de dimensões conhecidas (anéis volumétricos de Inox), e seguindo os seguintes procedimentos: escavação do local de coleta do material; posicionamento do amostrador sobre o material e cravação do mesmo com a utilização de batedor próprio do amostrador; remoção da amostra através de corte em cunha feito próximo à base do anel; retirada do excesso de material efetuando rasamento do topo e da base da amostra (até igualar com ambas as superfícies do anel); e acondicionamento da amostra visando sua proteção.

Quanto ao procedimento de acondicionamento da amostra, visando evitar a alteração na sua umidade natural através de perda de umidade e exposição a luz, imediatamente após a coleta, os anéis foram envoltos com filme plástico e papel alumínio, e imediatamente transportados para o laboratório dentro de caixa de isopor. No laboratório as amostras foram armazenadas na câmara úmida, com controle de umidade relativa e temperatura, até a realização dos ensaios. Cabe salientar que, o procedimento de impermeabilização da amostra com camada de parafina não foi utilizado devido a curta distância entre a localização do ponto de coleta da amostra e o laboratório.

As amostras do tipo deformada foram extraídas por escavação (manual com pá e enxada), desta forma, a estrutura do solo não foi preservada, alterando as condições de compactação. Durante a coleta o material foi embalado em sacos plásticos que foram fechados e levados ao laboratório onde, para a realização de ensaios de caracterização, as amostras foram secas ao ar (e à sombra), destorroadas, quarteadas, homogeneizadas, peneiradas (em malha #10) e novamente armazenadas em sacos plásticos.

5.2 Ensaio de Caracterização da Amostra de Solo

A caracterização do solo foi realizada através de ensaios laboratoriais que forneceram as informações necessárias para a execução do Ensaio de Percolação em Coluna de Solo. Conforme apresentado na Tabela 1, a caracterização foi feita para o conhecimento das propriedades físicas (permitindo a confecção dos corpos de prova com características desejadas), físico-químicas e mineralógicas do solo estudado, *background* do solo, que serviram de suporte para as análises de resultados de efluentes.

Tabela 1 – Ensaios e análises realizadas para a caracterização do solo estudado.

Caracterização	Amostra	Análises/ Ensaios	
Física	Deformada	Umidade natural (W_{nat})	
		Granulometria	
		Massa específica dos sólidos (ρ_s)	
	Indeformada	Massa específica seca (ρ_d)	
Físico-química	Deformada	Capacidade de troca catiônica (CTC)	P, S, K, Ca, Mg, Al, Na
		Soma de bases trocáveis (SB)	Acidez Potencial (H+Al)
		Saturação da CTC por bases (V)	NH ₄
		Saturação por Alumínio (m)	N _{total}
		Ponto de saturação total (PST)	NO ₃
		pH (CaCl ₂)	
		Matéria Orgânica	
Mineralógica	Deformada	Fração fina do solo (silte e argila)	

5.2.1 Caracterização Física do Solo

Todos os ensaios que resultaram na caracterização Física do solo estudado foram realizados no Laboratório de Remediação de Áreas Impactadas por Hidrocarbonetos (LRAIH) do Instituto de Geociências e Ciências Exatas (IGCE) da UNESP de Rio Claro.

5.2.1.1 Índices Físicos

Visando a obtenção dos índices físicos do solo da Formação Rio Claro, em laboratório foram determinados os três índices físicos básicos, a partir dos quais foi possível calcular os demais índices físicos da amostra estudada, são eles:

- **Umidade natural - W_{nat} (%)**

A umidade natural de campo foi determinada em amostra deformada no mesmo dia da sua coleta. A determinação foi realizada em laboratório em conformidade com a norma ABNT NBR 6457:2016 Versão corrigida:2016. Conforme exigência da referida norma, foram realizadas três determinações do teor de umidade por amostra a partir das quais se obteve o valor médio.

- **Massa Específica Seca - ρ_d (g/cm³)**

A massa específica do solo foi determinada com a amostra indeformada através do Método do Anel Volumétrico. Os procedimentos de determinação foram realizados em laboratório e em conformidade com o Manual de Métodos de Análise de Solo da Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária - EMBRAPA (2011). O valor deste parâmetro foi empregado para sua reprodução, porém, em amostras deformadas (compactação estática) para testes em colunas de solos.

- **Massa Específica dos Sólidos - ρ_s (g/cm³)**

A massa específica dos sólidos foi obtida em laboratório através do Método do Picnômetro que foi realizado em conformidade com a norma da ABNT NBR 6458:2016 Versão corrigida 2:2017.

De posse dos valores dos três índices básicos, foi possível calcular os demais índices físicos de interesse para a presente pesquisa, são eles: Índice de vazios (e); Porosidade (n); Grau de Saturação (S_r) e Umidade Volumétrica (θ).

5.2.1.2 Granulometria

A análise granulométrica foi realizada objetivando-se a determinação das dimensões das partículas do agregado tanto na fração grossa (Pedregulho e Areia), como na fração fina (Silte e Argila), bem como as suas respectivas porcentagens de ocorrência. Para isso foi realizado o ensaio de Granulometria Conjunta, que é feito com uma combinação de sedimentação (silte e argila) e peneiramento (areia e pedregulho). Todos os procedimentos e equipamentos utilizados no ensaio foram feitos em conformidade com a norma da ABNT NBR-7181:2016 Versão corrigida 2017 que estabelece o método para análise granulométrica de solos.

5.2.2 Caracterização Físico-Química do Solo

A caracterização físico-química foi realizada no Departamento de Ciência do Solo da Universidade de São Paulo - Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz" (ESALQ) localizada em Piracicaba - SP. A Tabela 2 apresenta os

parâmetros analisados e as respectivas metodologias de análises, conforme apresentado nos laudos técnicos emitidos pela ESALQ.

A caracterização físico-química do solo foi feita em duas etapas, são elas:

- Antes do início dos ensaios, visando, principalmente, a obtenção dos valores de potássio no solo e da capacidade de troca catiônica, que são dados fundamentais para o cálculo das dosagens de vinhaça utilizadas nos ensaios conforme Equação (1) apresentada no item 3.4 (Legislação para a aplicação de vinhaça no solo agrícola no Estado de São Paulo);
- Depois da execução dos ensaios, visando à comparação dos valores obtidos de modo que possa verificar possíveis alterações.

Tabela 2 – Parâmetros analisados no solo e suas respectivas metodologias de análise (informadas no laudo da ESALQ).

PARÂMETRO	UNIDADE	METODOLOGIA DE ANÁLISE
pH	-	pH em CaCl_2 0,01 mol.L ⁻¹ .
Matéria Orgânica	g.dm ⁻³	Método colorimétrico.
Fósforo (P)	mg.dm ⁻³	Método colorimétrico extraído com resina trocadora de íons.
Enxofre (S)		Determinação por turbidimetria e extração com fosfato de cálcio 0,01 mol.L ⁻¹ .
Potássio (K)		Extração com resina trocadora de íons e determinação em espectrofotômetro de emissão atômica.
Cálcio (Ca)	mmolc.dm ⁻³	Extração com resina trocadora de íons e determinação em espectrofotômetro de absorção atômica.
Magnésio (Mg)		Método colorimétrico extraído com cloreto de potássio 1 mol.L ⁻¹ .
Alumínio trocável (Al)		Extraído com tampão SMP (RAIJ et al., 2001).
Acidez Potencial (H+Al)		Extração com Mehlich 1 e determinação em fotômetro de chama.
Sódio (Na)		
Soma de bases trocáveis (SB)		
Capacidade de troca de cátions (CTC)		
Saturação da CTC por bases (V)		Cálculos feitos com base nas metodologias apresentadas em Raij et al., (2001).
Saturação por Alumínio (m)	%	
Ponto de saturação		
N total	mg.kg ⁻¹	Extraído pelo método de Kjeldahl (RAIJ et al., 2001).
N-NH ₄		Extraído pelo método de destilação a vapor (BREMNER, 1965).
N-NH ₃		

Salienta-se que, conforme exigência da Norma Técnica P4.231 (COMPANHIA AMBIENTAL DO ESTADO DE SÃO PAULO, 2015), as análises de potássio no solo e de Capacidade de Troca catiônica foram realizadas utilizando-se da metodologia de análise de solo do Instituto Agrônômico apresentadas em Raij et all. (2001).

5.2.3 Caracterização Mineralógica da Fração Fina do Solo

Na caracterização mineralógica, assim como na caracterização física, as amostras foram preparadas e analisadas no Laboratório de Remediação de Áreas Impactadas por Hidrocarbonetos (LRAIH) – UNESP – Rio Claro. A determinação da mineralogia da fração fina do solo foi realizada por meio de técnica de difração de raios X com a finalidade de identificar a composição dos argilominerais.

Os ensaios de difração de raios X foram realizados pelo Método do Pó e com a utilização de em um difratômetro Olympus - modelo TERRA XRD portátil. O difratograma obtido foi analisado, através da comparação dos ângulos dos picos de difração, utilizando o software denominado inXitu até encontrar as possíveis fases presentes no material.

5.3 Aquisição e Caracterização Química da Vinhaça

Para a realização dos ensaios foram obtidos cerca de 20 litros de vinhaça, fornecidos por uma usina de açúcar e álcool localizada na cidade de Araras (SP). A vinhaça foi armazenada em frasco de polipropileno escuro com cerca de 20 litros e desde a sua coleta foi mantida refrigerada em torno 2°C para evitar a proliferação de fungos.

Assim como as amostras de solo, a vinhaça utilizada para a realização dos ensaios foi previamente analisada no laboratório do Departamento de Ciência do Solo da ESALQ - USP. A Tabela 3 apresenta os parâmetros analisados e as respectivas metodologias de análises, conforme apresentado no laudo técnico emitido pela ESALQ.

Tabela 3 – Parâmetros analisados na Vinhaça *in natura* e suas respectivas metodologias de análise (informadas no laudo da ESALQ).

DETERMINAÇÕES	UNIDADE	METODOLOGIA DE ANÁLISE
pH		Leitura direta da amostra determinação potenciométrica.
Densidade	g/mL	Densidade (m/v).
Matéria orgânica (MO)	g/L	Perda por ignição.
Resíduo 110°C		
Resíduo Mineral Solúvel (RMS)		
Carbono Total	g/L	Perda por ignição (ALCARDE, 2009).
Resíduo Mineral Total (RMT)		
Resíduo Mineral Insolúvel (RMI)		
Nitrogênio total	g/L	Digestão sulfúrica - Kjeldahl (SILVA, 2009).
Fósforo (P_2O_5)	g/L	Determinado por espectrofotômetro solução de vanadomolibdica.
Enxofre (S)	g/L	Gravimétrico do sulfato de bário.
Cobre (Cu)		
Zinco (Zn)	mg/L	Espectrofotometria de absorção atômica extraído com solução Nítrico-Perclórica; (MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO, 2014).
Mangânes (Mn)		
Ferro (Fe)		
Cálcio (Ca)		
Magnésio (Mg)	g/L	
Potássio (K_2O)	g/L	Fotometria de Chama.
Sódio (Na)	mg/L	

6 ENSAIO DE PERCOLAÇÃO EM COLUNAS DE SOLO

O entendimento do transporte, do destino e das interações de potenciais contaminantes no meio subterrâneo se faz fundamental para a proteção e manutenção de sua qualidade, ou, para a remediação de áreas e recursos já impactados. Para Shackelford (1995) os ensaios de percolação em colunas de solo são ferramentas úteis para este entendimento, podendo ser utilizados para diversas aplicações geoambientais, tais como:

- a) Obtenção de parâmetros de transporte que governam a migração de contaminantes no meio poroso (dispersão hidrodinâmica, coeficiente de dispersão, fator de retardação etc);
- b) Avaliação dos efeitos das reações químicas e biológicas no destino e no transporte dos contaminantes no meio poroso; e
- c) Verificação e validação da aplicabilidade de teorias e modelos para predição da extensão da migração dos contaminantes no meio poroso.

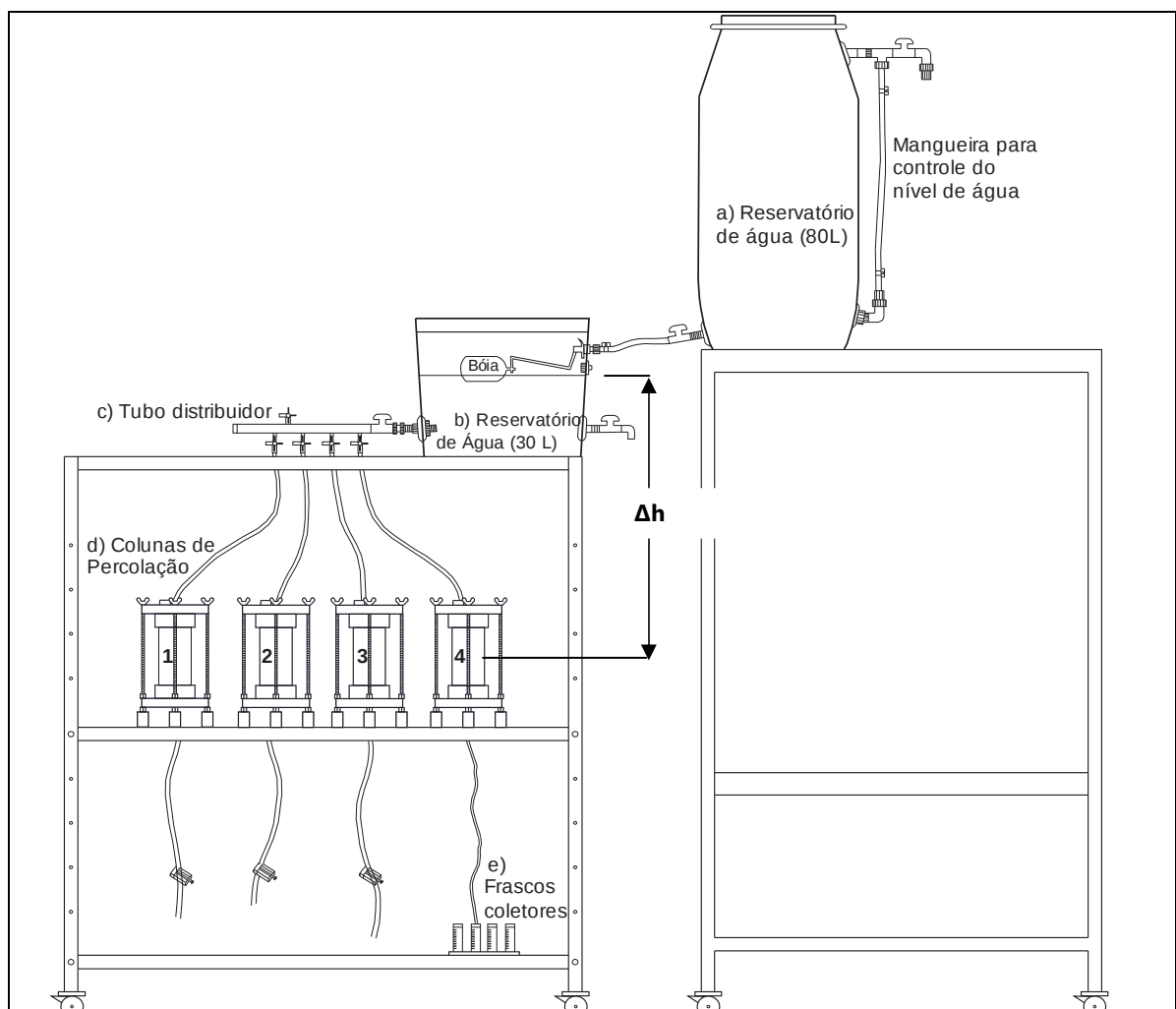
De uma forma geral, os ensaios de percolação em colunas de solo são testes laboratoriais realizados através da percolação de solventes e soluções miscíveis (que contenham constituintes químicos conhecidos e de interesse) através de uma coluna preenchida com amostra de solo em condições próximas das encontradas em campo. Esse ensaio é realizado visando estudar o fluxo do fluido (solvente e/ou solução) e suas interações com o meio em questão. Para isto, durante a realização do ensaio, as amostras do percolado são coletadas periodicamente, com controle de tempo e posterior envio ao laboratório para análise química. Além disto, nestes ensaios, a coleta de amostras com volume conhecido e tempo cronometrado, permite o cálculo da condutividade hidráulica em meio saturado.

Seguindo esta metodologia, na presente pesquisa, os Ensaios de Percolação em Colunas de Solo foram realizados sob condição atmosférica, carga constante e meio saturado. Cada ensaio foi executado em duas etapas: a primeira foi executada imediatamente após o completo preparo das quatro colunas (testemunho e três amostras previamente infiltradas com diferentes dosagens de vinhaça); e a segunda foi executada após um período de incubação de 31 dias contados a partir da data de realização da primeira etapa. Os ensaios foram feitos em triplicata e com a utilização do “branco” de ensaio, que corresponde à coluna denominada “Testemunho”, na qual foi percolada somente água deionizada.

6.1 Equipamento de Percolação

O equipamento utilizado para a percolação de contaminantes, construído por Basso, Soto e Chang (2017), foi adaptado para a realização do presente projeto de pesquisa. O projeto original foi mantido, havendo apenas a remoção dos reservatórios de vinhaça (e equipamentos anexos a eles), visto que o volume de vinhaça aplicado na presente pesquisa ser muito pequeno, de modo que a aplicação foi feita diretamente (com o uso de uma seringa) na coluna durante o seu preparo. Conforme pode ser observado na Figura 2, o equipamento permite o ensaio de quatro colunas ao mesmo tempo e consiste em um sistema de percolação composto pelas seguintes partes:

Figura 2 - Equipamento de Percolação em Colunas de Solo.



Fonte: Alterado de Basso, Alfaro Soto e Chang (2017, p.55).

- a) Reservatório para água deionizada (com capacidade de 80 L): feito de polietileno de alta densidade (PEAD), possui mangueira para visualização de nível e torneira de esfera em policloreto de polivinila (PVC) marrom utilizada para esgotar o reservatório ou para acoplar uma mangueira transparente de “1/2” que faz conexão com o reservatório menor de modo a conduzir água até este por meio de diferença de nível;
- b) Reservatório para água deionizada (com capacidade de 30 L): feito de polipropileno (PP) transparente, está conectado ao reservatório maior por uma mangueira transparente e à tubulação de distribuição de água. Este reservatório possui uma torneira de esfera em PVC marrom (para coleta de amostra e/ou esgotamento do reservatório) e bóia de nível (para manter o volume constante);
- c) Tubulação de distribuição de água: Conforme pode ser observado na Foto 1, a tubulação é composta por tubo de PVC transparente no qual foram instaladas quatro mini torneiras (Torneira 3 vias) que permitem o fluxo simultâneo ou a interrupção em qualquer uma das vias. Nestas mini torneiras foram conectadas mangueiras utilizadas para a distribuição de água nas quatro colunas possibilitando que as colunas sejam percoladas simultaneamente;

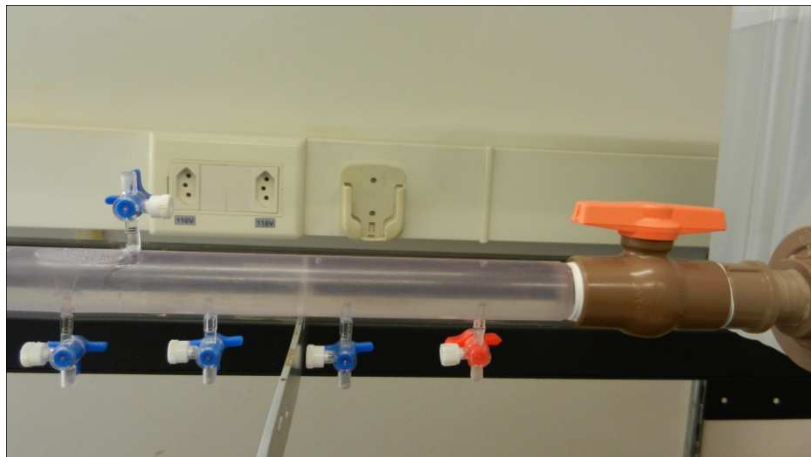
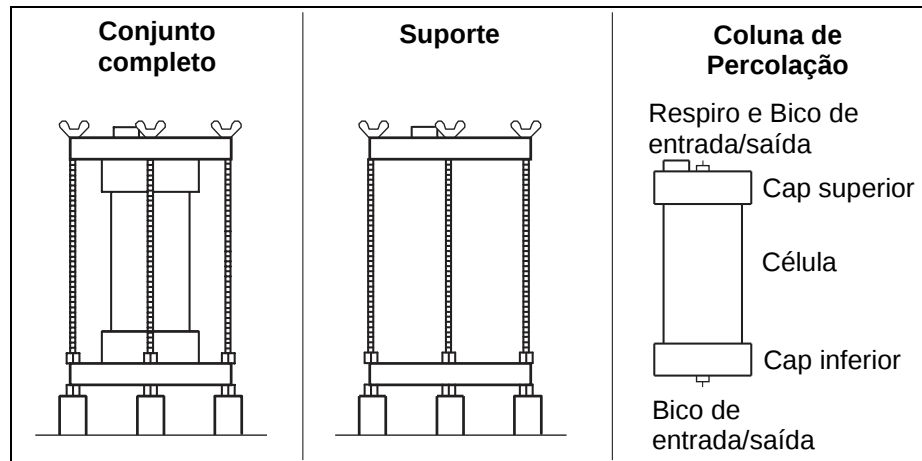


Foto 1 - Tubulação de distribuição de água.

- d) Colunas de percolação (serão detalhadas na sequência); e
- e) Frascos para coleta de efluentes: foram utilizados frascos graduados do tipo Falcon, feitos em plástico PP transparente, com capacidade de 50 mL, fundo cônico, estéreis e inertes à solução coletada. Os frascos coletores foram utilizados para a coleta do efluente percolado objetivando sua análise química quantitativa.

A Figura 3 apresenta um desenho esquemático da coluna de percolação, de seu suporte e das suas partes.

Figura 3 - Desenho esquemático da Coluna de Percolação e das suas partes.



Conforme pode ser observado na Figura 3, cada coluna é apoiada em um suporte e é composta pelo seguinte conjunto:

Célula de percolação (corpo de prova): Conforme pode ser visto na Foto 2, a célula de percolação é um cilindro de PVC marrom que é preenchido com o corpo de prova (solo compactado) a ser ensaiado. Cada célula tem aproximadamente as seguintes dimensões: altura de 19,00 cm, diâmetro interno de 6,60 cm e volume de 650 cm³. Para a presente pesquisa foram utilizados dois conjuntos de células que foram denominadas C1 a C4 e C5 a C8. Ressalta-se que em cada ensaio foi utilizado apenas um conjunto composto por quatro células.



Foto 2 - Células de percolação C1 a C4.

Placas crivadas: Cada placa crivada é composta por duas placas de PVC branco coladas, sendo um lado liso (Foto 3 a) e o outro, que fica em contato com a amostra, possui sulcos anelares e radiais (Foto 3 b) feitos para transportar o efluente em direção aos 25 furos situados nas intersecções dos sulcos. Cada célula utiliza-se de duas placas crivadas, sendo uma instalada no cap superior a outra no cap inferior.

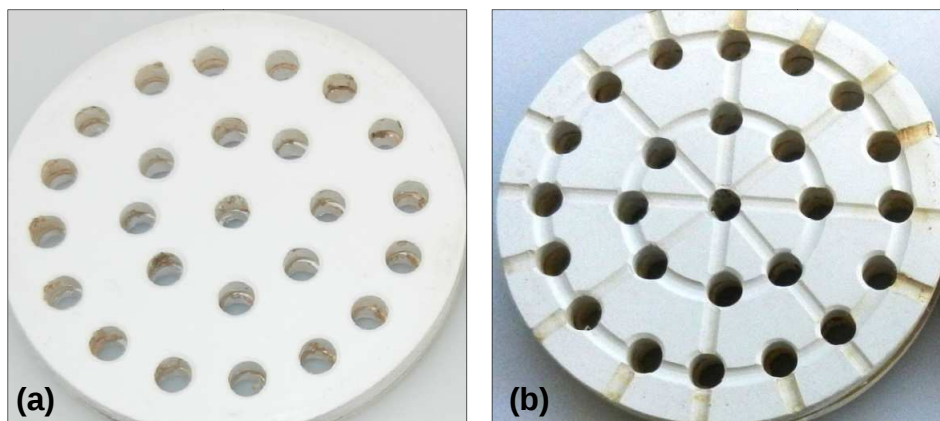


Foto 3 - Placa crivada: (a) lado liso e (b) lado com sulcos.

Caps superior e inferior: Cada célula é fechada com o uso de um *cap* superior (que possui bico de entrada ou saída e respiro - Foto 4 a e d) e de um *cap* inferior (que possui um bico de saída ou entrada - Foto 4 b e c). Conforme pode ser visto nas Fotos 4 e 5 para a vedação do corpo de prova, foram utilizados anéis de vedação (*oring's*) dentro dos caps (superior e inferior), no respiro e nos bicos de entrada e de saída. Adicionalmente, visando proteger as amostras de perdas de solo por erosão, mas sem causar interferência no fluxo da água pela amostra, foram utilizados filtros de papel no topo e na base de cada célula de percolação (Foto 5).

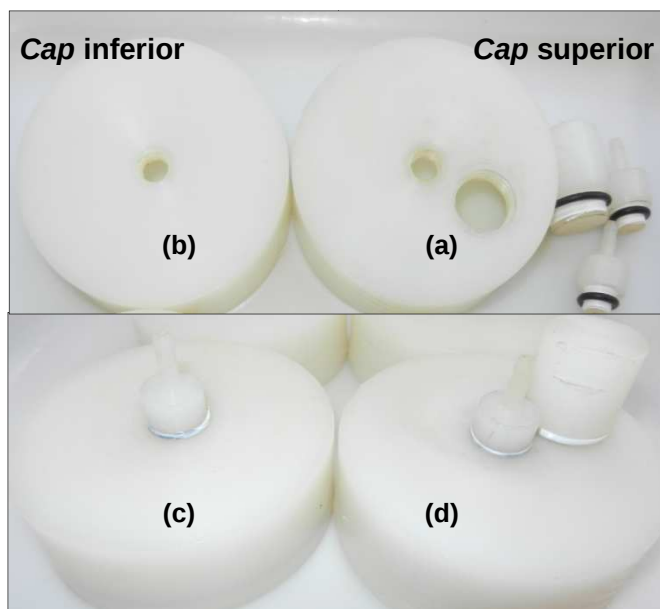


Foto 4 - Conforme indicado na foto, *cap's* superior (a) e (d) e inferior (b) e (c).



Foto 5 - *Cap* com placa crivada, anel de vedação e filtro de papel.

Suporte para as colunas: Conforme pode ser visto na Foto 6, o suporte é composto por duas placas de PVC branco (base e tampa), pés feitos em PVC branco rosqueados em 4 hastes metálicas. As hastes, além de darem estrutura para o suporte, foram utilizadas para tracionar a coluna entre a base e a tampa através do uso de porcas de orelhas.



Foto 6 - Coluna instalada no suporte.

Todos os materiais usados na confecção do equipamento, que entram em contato com a solução percolante, são feitos de materiais inertes ao contaminante aplicado (vinhaça *in natura*). Adicionalmente, para evitar a ocorrência de contaminação cruzada, todos os equipamentos (célula de percolação, reservatórios etc) que não são descartáveis, foram lavados com o uso de água deionizada e detergente sem fosfato. Após cada lavagem foram realizados repetidos enxágues com água deionizada em abundância.

Toda a água deionizada utilizada seja para a limpeza dos equipamentos, ou para o enchimento dos reservatórios (e consequente utilização para a saturação e percolação das colunas) foi monitorada constantemente através de medidas de Potencial Hidrogeniônico (pH), potencial de óxido-redução (Eh) e Condutividade Elétrica (CE). A água deionizada foi purificada no próprio laboratório pelo processo de osmose reversa/ inversa e foi produzida com condutividade elétrica inferior a 2 μ S.

6.2 Procedimentos do Ensaio

Os ensaios foram realizados sob condição atmosférica, carga constante e meio saturado. O procedimento do ensaio consiste na percolação de água deionizada correspondente a um volume de vazios (T) em colunas de solo compactadas, contaminadas com diferentes dosagens de vinhaça e saturadas com água deionizada. O procedimento de percolação foi realizado em duas etapas, a

primeira imediatamente após o completo preparo da coluna e a segunda após um período de 31 dias de incubação.

A sala foi mantida climatizada e sem ação direta da luz solar limitando significativamente a atividade biológica que poderia afetar o desempenho do teste, assim, durante todo o período de realização das etapas do ensaio, desde a preparação das colunas até a finalização da segunda percolação, a sala foi mantida em temperatura controlada em aproximadamente $20 (\pm 5) ^\circ\text{C}$ e, durante a execução da percolação, a temperatura foi monitorada sendo anotadas as suas alterações. O monitoramento da temperatura foi feito, visto que, a temperatura é um dos fatores que afetam a viscosidade dinâmica da água interferindo diretamente na condutividade hidráulica e na solubilidade dos íons, influenciando diretamente na concentração da solução percolada e nos mecanismos de retenção de íons.

Conforme descrito no item 6.1. (Equipamento de Percolação), durante todas as etapas do ensaio foram tomadas medidas de limpeza e descontaminação dos equipamentos não descartáveis visando um controle de qualidade e evitar a ocorrência de contaminação cruzada.

De uma forma geral, os procedimentos de execução do ensaio podem ser descritos em quatro etapas principais: Cálculo das Dosagens de Aplicação de Vinhaça; Preparo das Colunas; Saturação das Colunas; e Percolação e Coleta dos Efluentes. Estas etapas serão detalhadas nos itens a seguir.

6.2.1 Cálculo das Dosagens de Aplicação de Vinhaça

As dosagens utilizadas foram escolhidas de modo a fazer uma avaliação dos possíveis impactos gerados pela utilização de vinhaça na dose máxima permitida pela norma P4.231 da CETESB - 2015 e em doses superiores a esta, bem como, estabelecer um paralelo com os resultados obtidos por outros trabalhos já publicados (GLOEDEN et al., 1991; LOBATO, LIBARDI; CAMARGO, 1998; BRITO; ROLIM, 2005 e UYEDA, 2009) que também foram desenvolvidos com a aplicação de diferentes dosagens de vinhaça em m^3/ha . Assim, as dosagens aplicadas em cada coluna representam porcentagens da dosagem máxima ($\text{m}^3.\text{ha}^{-1}$) obtida segundo a Norma Técnica P4.231 da CETESB (2015), conforme Equação (1) apresentada no item 3.4 (Legislação para a aplicação de vinhaça no solo agrícola no Estado de São Paulo).

De posse dos resultados analíticos das amostras de vinhaça e de solo, utilizando-se os valores obtidos para a concentração de potássio na vinhaça (K_{vi}) e no solo (K_s), bem como do valor obtido para a capacidade de troca catiônica (CTC), foi possível a realização do cálculo das dosagens de vinhaça que foram aplicadas nas quatro colunas de cada ensaio. A Tabela 4 e a Figura 4 apresentam as colunas utilizadas e as suas respectivas doses de vinhaça aplicadas.

Tabela 4 – Dosagens de vinhaça aplicadas em cada coluna (C), calculadas em função da dosagem máxima permitida pela norma P4.231 da CETESB (2015).

Nome do Ensaio	Nome das Colunas	(%) da Dose máxima CETESB (2015)	Volume Aplicado (m^3/ha)	Volume Aplicado ⁽¹⁾ (mL)
Ensaio 1	C1	Coluna Testemunho - Sem aplicação de vinhaça		
	C2	145	80 ⁽²⁾	6,5
	C3	725	400	32,4
	C4	1450	800	65,2
Ensaio 2	C5	Coluna Testemunho - Sem aplicação de vinhaça		
	C6	100	55 ⁽³⁾	4,5
	C7	725	400	32,5
	C8	1450	800	64,9
Ensaio 3	C1	Coluna Testemunho - Sem aplicação de vinhaça		
	C2	100	55 ⁽³⁾	4,5
	C3	725	400	32,4
	C4	1450	800	65,2

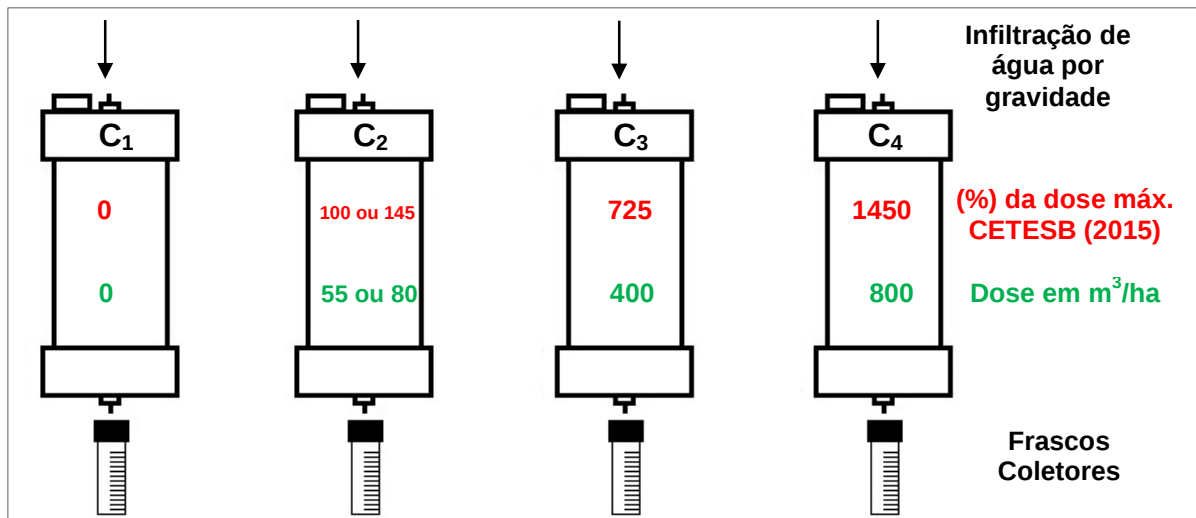
⁽¹⁾As doses de aplicação obtidas em m^3/ha foram convertidas para volumes em mL proporcionais aos tamanhos dos corpos de prova utilizados (colunas).

⁽²⁾Dosagem aplicada em um único ensaio; e ⁽³⁾Dosagem aplicada em dois ensaios (ensaiada em duplicata). As demais dosagens foram ensaiadas em triplicata.

Para a otimização da realização dos ensaios, foram utilizados dois jogos de colunas nomeadas de C1 a C4 e C5 a C8.

Os ensaios foram feitos em triplicata, no entanto, conforme apresentado na Tabela 4, as doses de 55 e 80 m^3/ha foram ensaiadas duas vezes e uma única vez, respectivamente.

Figura 4 - Desenho esquemático com as doses de vinhaça aplicadas em cada coluna (C), apresentadas em função da dosagem máxima permitida pela norma P4.231 da CETESB (2015) e seu valor correspondente em m^3/ha .



6.2.2 Preparo das Colunas

O preparo das colunas se iniciou com a compactação do solo na célula de percolação. Objetivando-se que os ensaios sejam realizados em condições mais próximas possíveis das naturais, definiu-se que os corpos de prova compactados teriam valores de umidade natural e de massa específica seca aparente (ρ_d) próximos aos valores de campo, determinados no dia da coleta e na amostra indeformada, respectivamente. Para atingir este objetivo o preparo da amostra de solo a ser compactada foi feito em conformidade com os procedimentos definidos na norma da ABNT NBR 7182:2016.

Os corpos de prova foram compactados dentro de cada célula de percolação em 5 camadas. O equipamento escolhido para a compactação foi um compactador estático de solos conforme Fotos 7 e 8. A escolha deste equipamento foi devido à sua facilidade de manuseio e devido ser uma compactação sem impacto, o que permite homogeneidade e minimiza a ocorrência de interferências na densidade do corpo de prova.

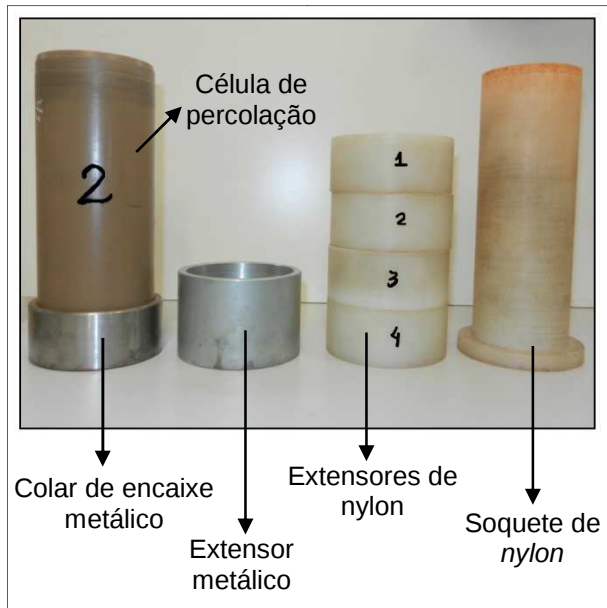


Foto 7 - Extensores utilizados na compactação.

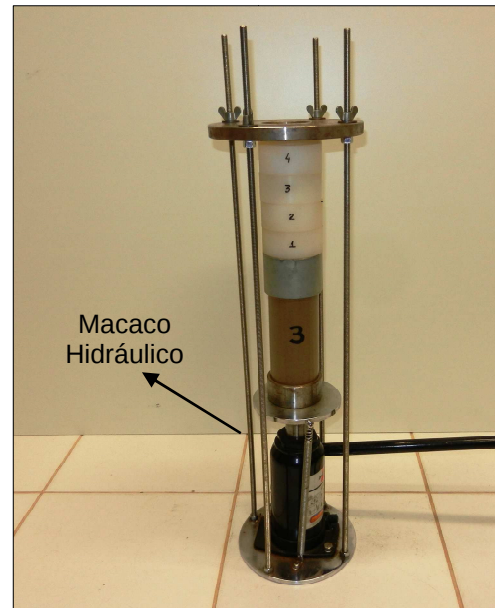


Foto 8 - Compactador Estático.

Após a compactação do solo, iniciou-se a montagem da coluna, com a instalação de *cap* inferior (com placa crivada, anel de vedação e papel filtro), veda rosca e silicone acético. A aplicação da vinhaça *in natura* (sem filtragem) foi realizada diretamente no topo de cada coluna com a utilização de seringa descartável (Foto 9), a escolha deste procedimento foi feita em função do volume de vinhaça calculado para a aplicação em cada coluna ser pequeno (<70 mL). Visando a homogeneização da vinhaça no corpo de prova, após a aplicação da mesma, cada coluna ficou um período de 24 horas no dessecador (sem nenhum agente de secagem), no qual foi aplicado vácuo com a pressão de 20 centibares no solo (Foto 10).



Foto 9 - Aplicação de Vinhaça *in natura*.



Foto 10 - Colunas nos dessecadores.

Após ser retirada do dessecador procedeu-se a finalização da montagem da coluna com a instalação de *cap* superior (com placa crivada, anel de vedação e papel filtro), veda rosca e silicone acético.

6.2.3 Saturação das colunas

A saturação de cada coluna foi realizada objetivando-se a saturação máxima do corpo de prova com a total expulsão do ar preso no solo, evitando, dessa forma, a presença de caminhos preferenciais e a obtenção do fluxo estacionário, *steady-state flow*, no qual a condutividade hidráulica se mantém constante. Para isso optou-se pela realização da saturação com sentido de fluxo ascendente que foi feito através da utilização de diferença de potencial gravitacional (h), conforme pode ser visto na Figura 5 e nas Fotos 11 e 12, induzindo o deslocamento da água deionizada em um fluxo ascendente dentro da coluna.

A saturação das colunas com água deionizada foi realizada durante um período de 48 horas.



Foto 11 - Sistema completo com as 4 colunas sendo saturadas.

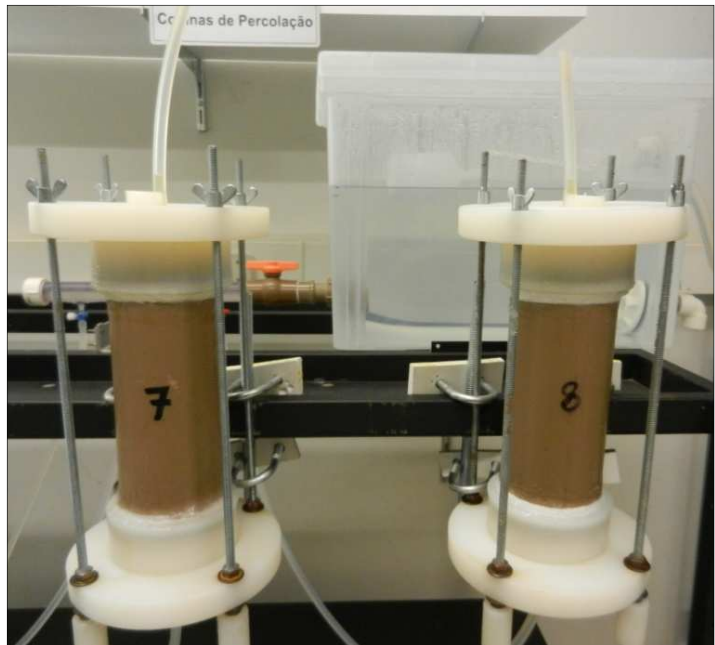
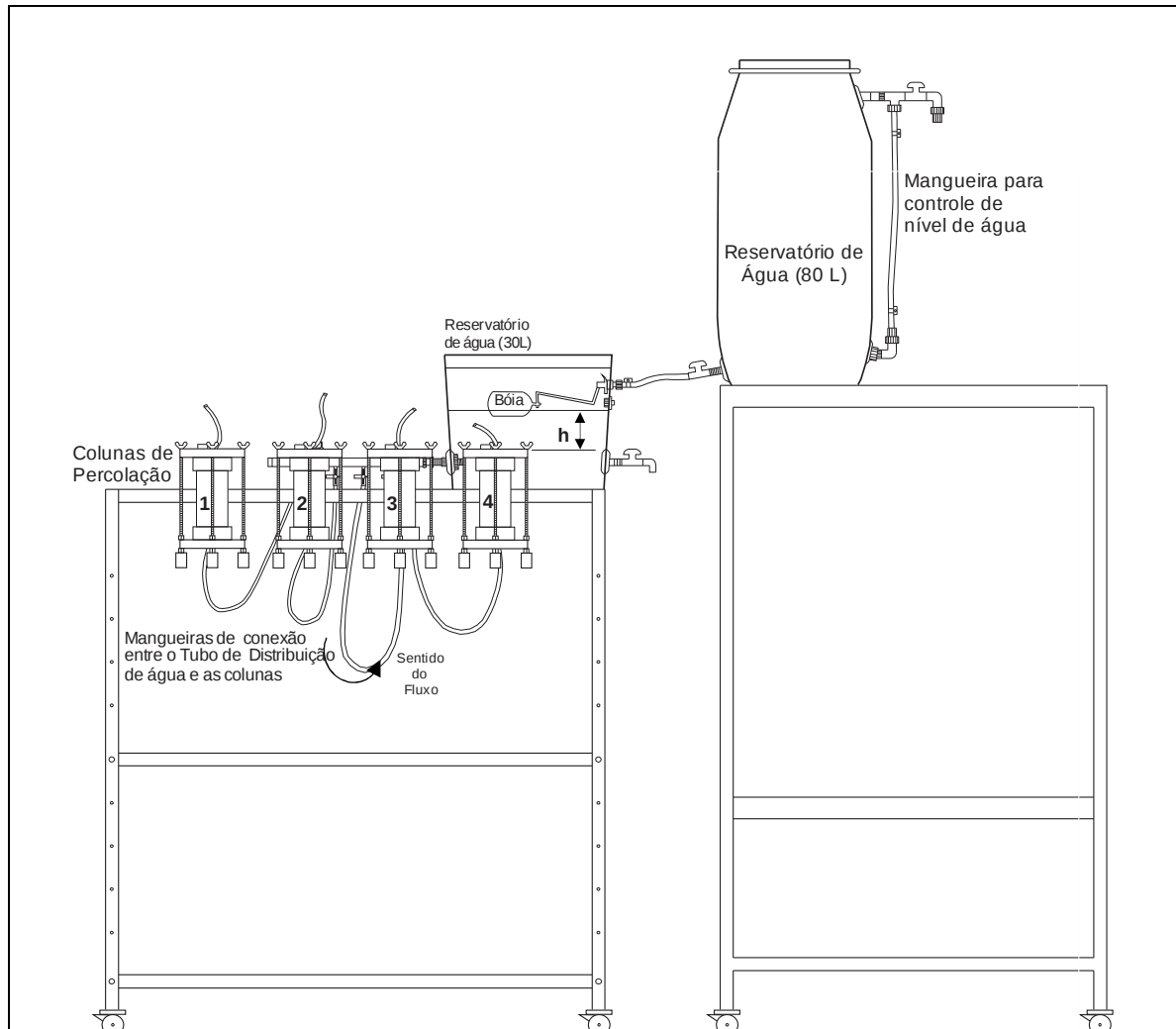


Foto 12 - Foto em detalhe da saturação das colunas 7 e 8.

Figura 5 – Equipamento de percolação em colunas de solo – colunas sendo saturadas



6.2.4 Percolação de água deionizada

A percolação de água deionizada foi realizada com fluxo descendente nas quatro colunas visando o cálculo da condutividade hidráulica, bem como a coleta de amostras para análises laboratoriais, assim, após o período de saturação, iniciou-se o ensaio de percolação em cada coluna como pode ser observado na Foto 13.

A percolação foi realizada em duas etapas executadas em datas diferentes, porém com o mesmo procedimento, assim, a Primeira Etapa (T_0) foi executada imediatamente após a saturação da coluna e a Segunda Etapa (T_{31}) foi executada após 31 dias, de modo que o corpo de prova tivesse 31 dias de incubação. Durante o período de incubação as colunas foram mantidas na mesma posição do ensaio de percolação e as mangueiras de saída foram presas com presilhas metálicas impedindo o fluxo, vide Foto 14.



Foto 13 - Primeira etapa de percolação em andamento (Tempo Inicial) - percolação da coluna C2.



Foto 14 - Primeira etapa de percolação encerrada - colunas em período de incubação (mangueiras presas com presilhas metálicas).

O procedimento de percolação consistiu na percolação de água deionizada em um volume correspondente a um volume de vazios (V_v) em cada etapa, desta forma na Etapa T_0 foi percolado o primeiro volume de vazios (V_{v1}) e na Etapa T_{31} foi percolado o segundo volume de vazios (V_{v2}).

Os ensaios foram realizados em triplicata (sendo denominados Ensaios 1 a 3) e cada ensaio foi feito com as quatro colunas, mas devido ao curto tempo de percolação para cada coluna (menos de uma hora) optou-se realizar a percolação em cada coluna individualmente, de modo a evitar erros na coleta dos dados, bem como o acúmulo de amostras para a leitura dos parâmetros físico-químicos (pH, Eh e CE).

Durante a percolação foram coletadas alíquotas de volume conhecido e com tempo cronometrado, sendo coletada uma média de 7 alíquotas de aproximadamente 45 mL por coluna. Estas alíquotas foram coletadas em tubos descartáveis e graduados do tipo Falcon, conforme pode ser observado na Foto 15.



Foto 15 - Coleta de amostras durante o ensaio - Tubos graduados do tipo Falcon.

Visando monitorar as modificações ocorridas na concentração iônica do efluente, em todas as alíquotas foram feitas medidas de pH, Eh e CE. Ao final do ensaio de cada coluna, todas as alíquotas foram unidas em um frasco de polipropileno de volume maior, homogeneizadas e posteriormente armazenadas nos frascos enviados para análises laboratoriais.

Cabe salientar que, além da análise do efluente percolado (vinhaça efluente), para cada ensaio foi coletada uma amostra da vinhaça *in natura* (vinhaça influente) utilizada no preparo de cada coluna, vide Foto 16.



Foto 16 - Amostras de Efluente Percolado (Vinhaça Efluente) e de Vinhaça *in natura* (Vinhaça influente) para análises químicas.

Visando a rastreabilidade das amostras, sua nomenclatura foi vinculada com os números do ensaio, da coluna e a da etapa do ensaio, desta forma as amostras foram denominadas como RCX-CX- V_{vx} , onde X corresponde aos referidos números e as demais letras correspondem a Rio Claro - Coluna - Volume de Vazios. A Tabela 5 apresenta todas as amostras coletadas durante a percolação.

Tabela 5 – Amostras coletadas durante os ensaios de percolação

Ensaio	Ensaio 1		Ensaio 2		Ensaio 3	
Etapa do ensaio	$T_0 - V_{v1}$	$T_{31} - V_{v2}$	$T_0 - V_{v1}$	$T_{31} - V_{v2}$	$T_0 - V_{v1}$	$T_{31} - V_{v2}$
Identificação da amostra	Vinhaça 1		Vinhaça 2		Vinhaça 3	
	RC1-C1- V_{v1}	RC1-C1- V_{v2}	RC2-C5- V_{v1}	RC2-C5- V_{v2}	RC3-C1- V_{v1}	RC3-C1- V_{v2}
	RC1-C2- V_{v1}	RC1-C2- V_{v2}	RC2-C6- V_{v1}	RC2-C6- V_{v2}	RC3-C2- V_{v1}	RC3-C2- V_{v2}
	RC1-C3- V_{v1}	RC1-C3- V_{v2}	RC2-C7- V_{v1}	RC2-C7- V_{v2}	RC3-C3- V_{v1}	RC3-C3- V_{v2}
	RC1-C4- V_{v1}	RC1-C4- V_{v2}	RC2-C8- V_{v1}	RC2-C8- V_{v2}	RC3-C4- V_{v1}	RC3-C4- V_{v2}
Total de amostras (por etapa)	5	4	5	4	5	4

V_{v1} = Primeiro Volume de Vazios Percolado

V_{v2} = Segundo Volume de Vazios Percolado

6.3 Cálculo da Condutividade Hidráulica Saturada

De posse dos resultados dos ensaios de percolação, os valores de condutividade hidráulica saturada foram calculados através do uso da equação de Darcy (Equação 2) que é válida para fluxos subterrâneos em todas as direções no espaço.

$$Q = -K \frac{\Delta h}{\Delta l} A = KiA \quad \text{Equação (2)}$$

Onde:

Q = Vazão [L/T];

K = Condutividade hidráulica [LT^{-1}];

Δh = Altura da coluna d'água [L];

Δl = Comprimento do conduto [L];

i = Gradiente hidráulico [-];

A = Área da sessão transversal [L^2].

O cálculo da condutividade hidráulica foi realizado considerando o gradiente hidráulico (i) imposto pela carga hidráulica correspondente à altura Δh (Figura 2) obtida entre a cota do nível de água no reservatório (de 30 L) até o centro da amostra (centro da coluna de percolação) e o comprimento da coluna.

Sabendo-se que a temperatura é um dos fatores que afetam a viscosidade dinâmica da água, interferindo diretamente na condutividade hidráulica, a correção do efeito da temperatura sobre a viscosidade foi feita com os valores obtidos para condutividade hidráulica (K) sendo referenciados a temperatura de 20 °C (K_{20}) com o uso da Equação (3):

$$K_{20} = \frac{\mu_T}{\mu_{20}} K_T \quad \text{Equação (3)}$$

Onde:

K_{20} = Condutividade Hidráulica a 20°C;

K_T = Condutividade Hidráulica a temperatura "T" mensurada em °C;

μ_T = Viscosidade da água a temperatura em "T" em °C;

μ_{20} = Viscosidade da água a 20 °C.

6.4 Análise Química Quantitativa

As análises químicas quantitativas das amostras coletadas durante a percolação, vinhaça *in natura* e efluente percolado (vinhaça efluente), foram efetuadas no Laboratório de Hidrogeologia e Hidroquímica da Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho" - UNESP - Rio Claro.

Conforme solicitação do laboratório, as alíquotas destinadas para a análise de carbono orgânico total foram armazenadas em frascos de vidro tipo *vial* e as alíquotas destinadas para as demais análises foram armazenadas em frascos de polipropileno. Todas as amostras foram armazenadas sob refrigeração de 4°C ± 2 desde a sua coleta até a entrada no laboratório.

A Tabela 6 apresenta a lista de parâmetros analisados e as respectivas metodologias de análises, conforme apresentado nos laudos técnicos emitidos pelo laboratório.

Tabela 6 – Parâmetros analisados nas amostras de Vinhaça *in natura* e de efluente percolado, coletadas nos Ensaios 1 a 3, e suas respectivas metodologias de análise (conforme informado no laudo analítico).

PARÂMETROS ANALISADOS			UNIDADE	METODOLOGIA DE ANÁLISE
Alumínio (Al)	Ferro (Fe)	Estanho (Sn)	mg/L	SMEWW 3120B, (2017).
Bário (Ba)	Magnésio (Mg)	Estrôncio (Sr)		
Berílio (Be)	Manganês (Mn)	Vanádio (V)		
Cálcio (Ca)	Molibdênio (Mo)	Zinco (Zn)		
Cádmio (Cd)	Níquel (Ni)	Potássio (K)		
Cobalto (Co)	Fósforo Total (P)	Sódio (Na)		
Cromo (Cr total)	Chumbo (Pb)			
Cobre (Cu)	Silício (Si)			
Acetato ($C_2H_3O_2^-$)	Fluoreto (F^-)	Potássio (K)		US EPA 300.0 (1993) e US EPA 300.1 (1997).
Amônio (NH_4)	Lítio (Li)	Sódio (Na)		
Brometo (Br^-)	Nitrito (NO_2^-)	Sulfato (SO_4^{2-})		
Cloreto (Cl^-)	Nitrato (NO_3^-)			
Condutividade			μS/cm	SMEWW 2510B, (2017).
Carbono Orgânico Total (COT)			mg/L (ppm)	Equipamento: Analisador de carbono orgânico total Marca: GE, modelo: Sievers Innovox equipado com amostrador automático (GE-Sievers InnovOx TOC Analyzer with autosampler). A Calibração foi realizada com cinco soluções de biftalato de potássio (potassium biphthalate $C_8H_5KO_4$) com os seguintes valores de concentração: 1; 2; 5; 10 e 20ppm.

SMEWW = Standard methods for the examination of water and wastewater.

US EPA = United States Environmental Protection Agency.

6.5 Tratamento dos Dados

O tratamento dos dados consistiu na avaliação dos resultados obtidos nos ensaios de coluna, juntamente com os dados de caracterização física, físico-química e mineralógica dos solos. A partir dos resultados obtidos nos três ensaios, foi realizado o cálculo da média dos parâmetros de interesse na presente pesquisa, tais como, condutividade hidráulica a 20 °C (média geométrica), parâmetros físico-químicos (média aritmética) e concentrações obtidas nas análises químicas quantitativas das amostras de vinhaça e dos percolados coletados (média aritmética). Os dados, complementados com informações técnicas obtidas a partir da revisão bibliográfica, foram avaliados conforme as seguintes etapas:

- a) Avaliação da eventual redução da condutividade hidráulica saturada em função do incremento da dosagem da vinhaça;
- b) Avaliação da concentração relativa dos íons e metais mais presentes na vinhaça em função do nº de volume de poros percolados na coluna de solo e do período de incubação;
- c) Avaliação da concentração relativa dos íons e metais mais presentes na vinhaça em função das diferentes doses aplicadas nas colunas;
- d) Avaliação da taxa de retenção do solo com relação aos íons e metais mais presentes na vinhaça, para as diferentes dosagens, após a percolação de dois volumes de vazios.

7 RESULTADOS DA CARACTERIZAÇÃO DO SOLO E DA VINHAÇA

Nos itens a seguir são apresentados os resultados obtidos nas caracterizações do solo (caracterização física, físico-química e mineralógica) e da vinhaça (caracterização química) realizadas através de ensaios laboratoriais que forneceram as informações necessárias para a execução dos Ensaios de Percolação em Coluna de Solo.

7.1 Caracterização da Amostra de Solo da Formação Rio Claro

7.1.1 Caracterização Física do Solo

A amostra do solo estudado, classificado por Prado et al. (1981) como Latossolo Vermelho-Amarelo (LVA), é proveniente da cobertura de material inconsolidado da Formação Rio Claro. Quanto aos Índices Físicos os valores obtidos para a massa específica dos sólidos (ρ_s), massa específica seca (ρ_d) e para umidade natural (W_{nat}) estão apresentados na Tabela 7 abaixo:

Tabela 7 – Índices Físicos da amostra de solo da Formação Rio Claro.

SOLO	ρ_s	ρ_d	W_{nat}
	g/cm ³		%
Formação Rio Claro	2,65	1,44	8,10

Salienta-se que os valores obtidos para a massa específica dos sólidos (ρ_s) foram de 2,650 g/cm³, 2,631 g/cm³ e 2,669 g/cm³. A partir destes resultados, obteve-se a média aritmética de 2,650 g/cm³ que foi utilizada em todos os cálculos necessários para o experimento. Assim, de posse dos resultados apresentados na Tabela 7 foi possível calcular os demais índices físicos que estão apresentados na Tabela 8 junto com os principais parâmetros de compactação para os 12 corpos de prova ensaiados.

Tabela 8 – Parâmetros de compactação da amostra de solo da Formação Rio Claro nos 12 corpos de prova submetidos aos Ensaios de Percolação.

Especificações		Medidas da célula de percolação								Índices Físicos							
		M _{coluna}	M _{coluna} + M _{solo}	M _{solo}	Volume de vazios	Altura da coluna	Área da base	Volume coluna	Diâmetro Coluna	ρ _s	ρ _d	W _{nat}	W _{real}	n	e	Sr	θ _{Volumétrica}
UNIDADE		g	g	g	cm ³	cm	cm ²	cm ³	cm	g/cm ³	g/cm ³	%	%	-	-	%	%
ENSAIO 1	C1	269,19	1273,99	1004,80	294,99	19,00	34,00	646,07	6,58	2,65	1,44	8,10	8,00	0,46	0,84	25,23	11,52
	C2	270,70	1278,48	1007,78	295,92	19,00	34,11	648,04	6,59	2,65	1,44	8,10	8,00	0,46	0,84	25,23	11,52
	C3	270,02	1279,54	1009,52	295,88	19,00	34,11	648,04	6,59	2,65	1,44	8,10	8,18	0,46	0,84	25,79	11,77
	C4	269,68	1285,14	1015,46	297,75	19,00	34,31	651,98	6,61	2,65	1,44	8,10	8,18	0,46	0,84	25,77	11,77
ENSAIO 2	C5	273,28	1282,55	1009,27	296,10	18,90	34,31	648,55	6,61	2,65	1,44	8,10	8,06	0,46	0,84	25,42	11,61
	C6	274,05	1283,22	1009,17	296,13	18,90	34,31	648,55	6,61	2,65	1,44	8,10	8,06	0,46	0,84	25,42	11,61
	C7	272,66	1284,92	1012,26	297,06	18,90	34,42	650,51	6,62	2,65	1,44	8,10	8,07	0,46	0,84	25,45	11,62
	C8	271,73	1281,06	1009,33	296,12	18,90	34,31	648,55	6,61	2,65	1,44	8,10	8,07	0,46	0,84	25,46	11,62
ENSAIO 3	C1	269,19	1274,02	1004,83	294,99	19,00	34,00	646,07	6,58	2,65	1,44	8,10	8,00	0,46	0,84	25,24	11,52
	C2	270,70	1278,51	1007,81	295,91	19,00	34,11	648,04	6,59	2,65	1,44	8,10	8,00	0,46	0,84	25,23	11,52
	C3	270,02	1278,19	1008,17	295,89	19,00	34,11	648,04	6,59	2,65	1,44	8,10	8,03	0,46	0,84	25,34	11,57
	C4	269,68	1283,77	1014,09	297,76	19,00	34,31	651,98	6,61	2,65	1,44	8,10	8,03	0,46	0,84	25,33	11,57

A Análise Granulométrica da amostra de solo da Formação Rio Claro foi feita em triplicata e seus resultados indicam classe textural de solo areno argiloso, conforme pode ser observado nos dados apresentados na Tabela 9 e nas Figuras 6, 7, 8.

Tabela 9 – Resultados das análises granulométricas das amostras de solo da Formação Rio Claro

Amostras	FRAÇÃO GRANULOMÉTRICA (%)					
	Argila	Silte	Areia Fina	Areia Média	Areia Grossa	Pedregulho Fino
	(<0,002 mm)	(0,002 a 0,06 mm)	(0,06 a 0,2 mm)	(0,2 a 0,6 mm)	(0,6 a 2 mm)	(2 a 4,8 mm)
RC-1	26,00	12,00	33,00	25,78	2,31	0,90
RC-2	23,00	11,00	45,00	17,87	2,66	0,47
RC-3	23,00	15,00	33,00	25,70	2,34	0,96
Média	24,00	12,67	37,00	23,12	2,44	0,78

Figura 6 – Curva de distribuição granulométrica - Amostra RC-1

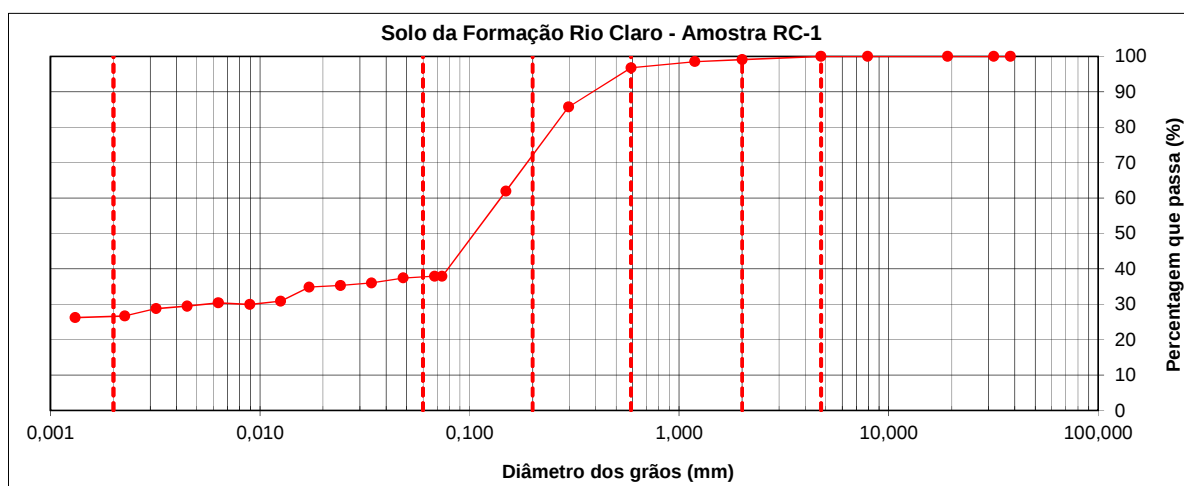


Figura 7 – Curva de distribuição granulométrica - Amostra RC-2

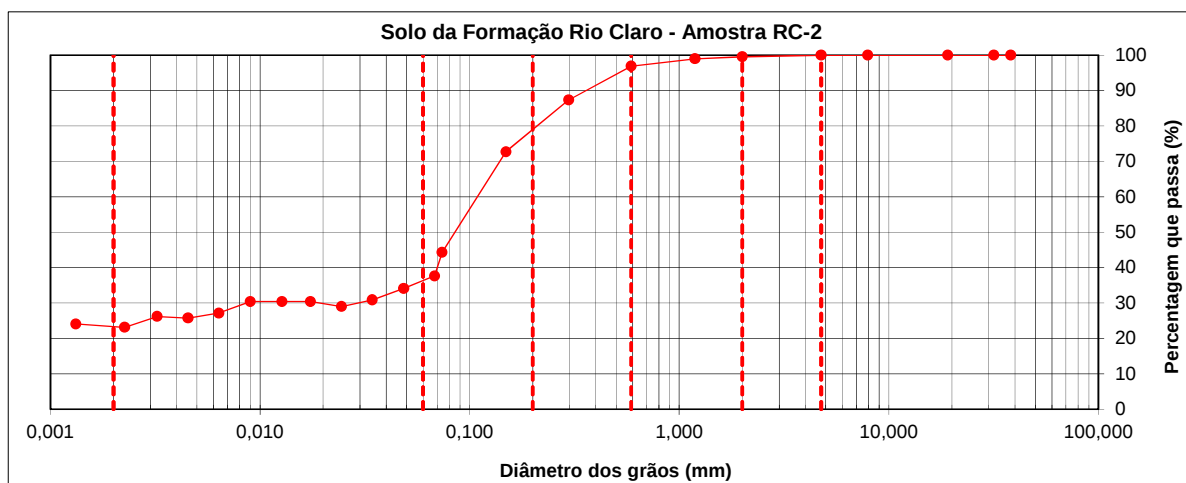
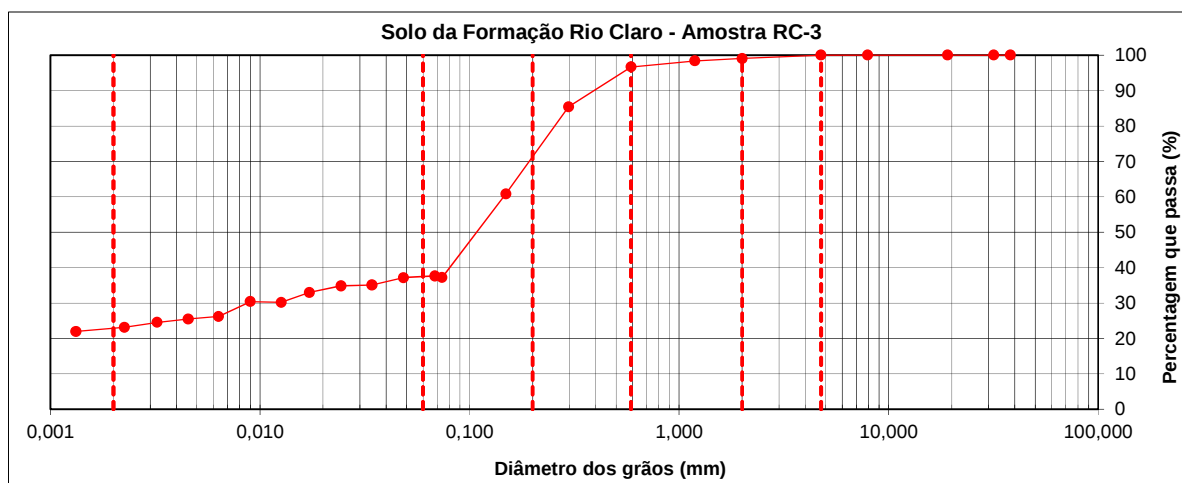


Figura 8 – Curva de distribuição granulométrica - Amostra RC-3



7.1.2 Caracterização Físico-Química do Solo

Os resultados da análise química da amostra de solo da Formação Rio Claro estão apresentados na Tabela 10 e no Anexo A.

Tabela 10 – Resultados da análise química do solo da Formação Rio Claro.

Parâmetro	pH	MO	P	S	K	Ca	Mg	Al	H+Al	Na	SB	CTC
Unidade	-	g.dm ⁻³	mg.dm ⁻³					mmolc.dm ⁻³				
Solo Rio Claro	5,0	<3,5	1	5	0,3	<3	<1,0	<1	16	<0,3	3,4	19,4

MO - Matéria Orgânica; H+Al - Acidez potencial; SB - Soma de bases trocáveis; e CTC: Capacidade de troca de cátions.

Tabela 10 - Continuação - Resultados da análise química do solo da Formação Rio Claro.

Parâmetro	V	m	PST	N _{total}	N-NH ₄	N-NO ₃
Unidade		%			mg.kg ⁻¹	
Solo Rio Claro	18	23	1	469	49	28

V - Saturação da CTC por bases; m - Saturação por Alumínio; e PST - Ponto de saturação total.

7.1.3 Caracterização Mineralógica da Fração Fina do Solo

Para a caracterização mineralógica, da fração fina do solo da Formação Rio Claro, foram confeccionados difratogramas de Intensidade de contagem *versus* 2θ (ângulo de reflexão). Nestes difratogramas foram identificados os picos predominantes correspondentes às possíveis fases minerais presentes, conforme pode ser observado nas Figuras 9 a 14.

Figura 9 - Difratoograma de Raios X da fração fina da amostra de solo - Amostra Ensaio 1 (C1 e C2)

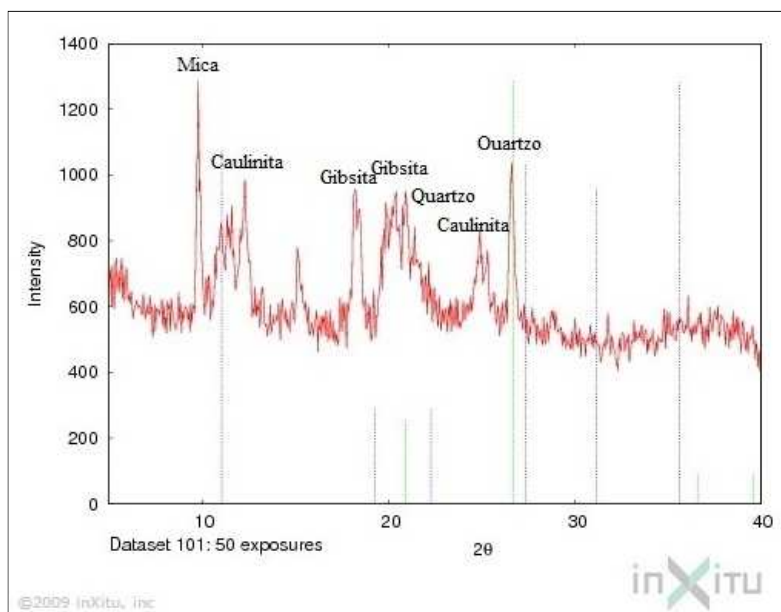


Figura 10 - Difratoograma de Raios X da fração fina da amostra de solo - Amostra Ensaio 1 (C3 e C4)

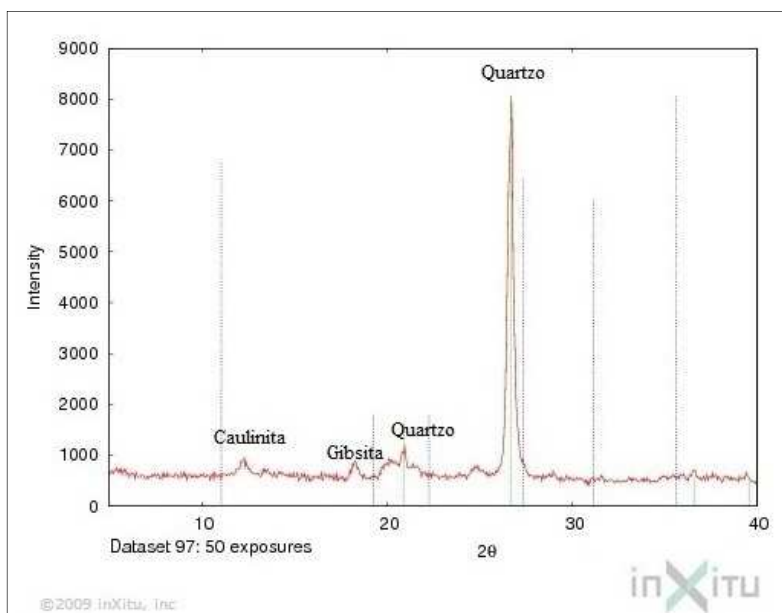


Figura 11 - Difratoograma de Raios X da fração fina da amostra de solo - Amostra Ensaio 2 (C5 e C6)

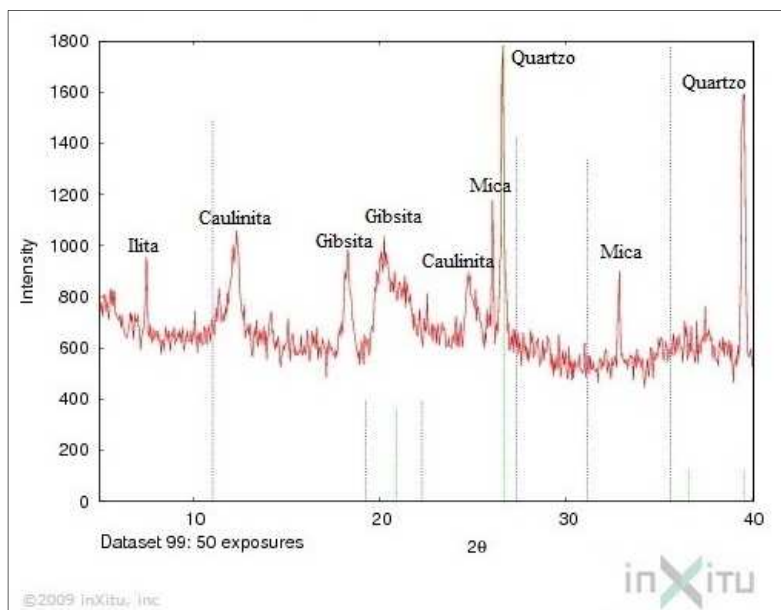


Figura 12 - Difratoograma de Raios X da fração fina da amostra de solo - Amostra Ensaio 2 (C7 e C8)

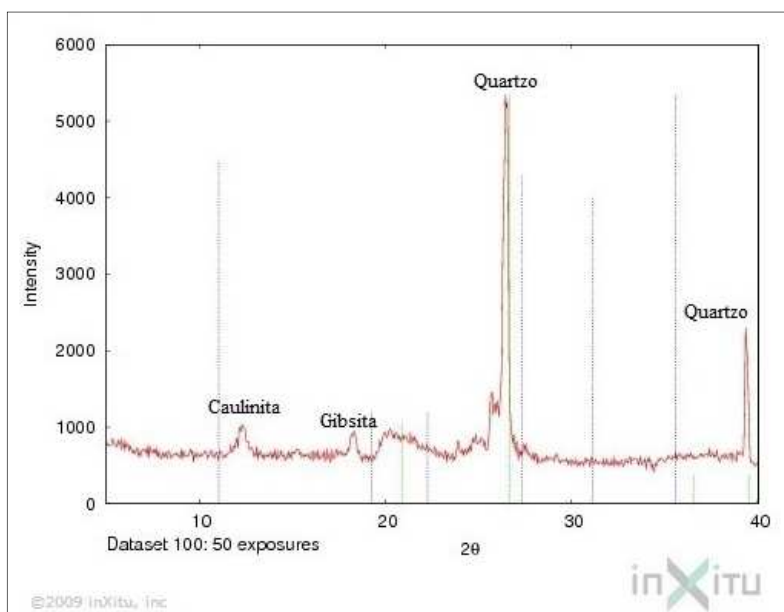


Figura 13 - Difratoograma de Raios X da fração fina da amostra de solo - Amostra Ensaio 3 (C1 e C2)

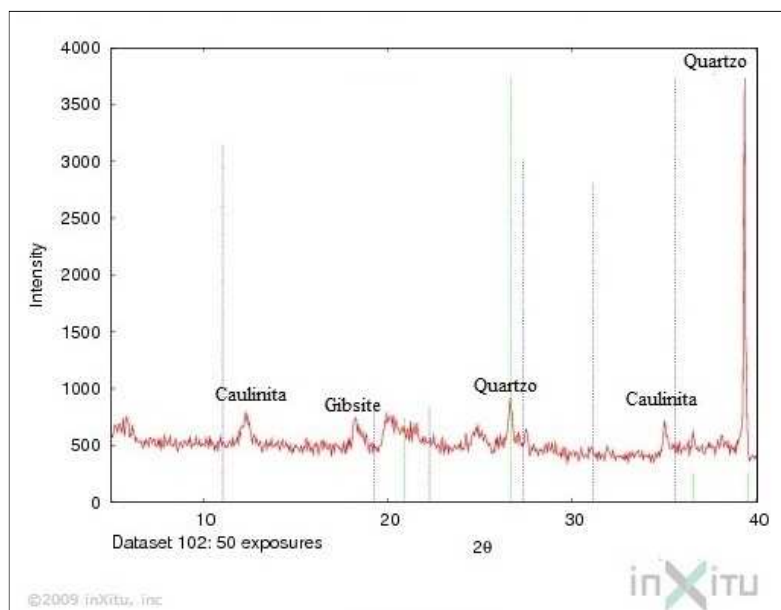
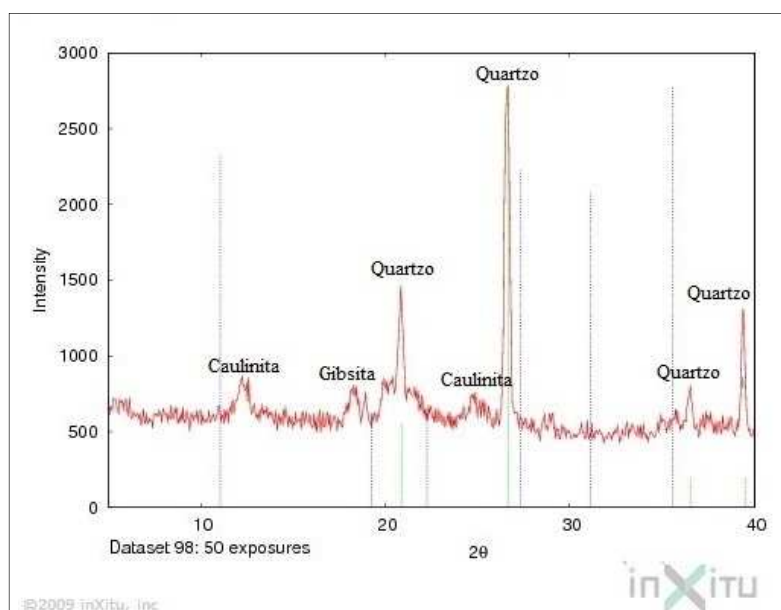


Figura 14 - Difratoograma de Raios X da fração fina da amostra de solo - Amostra Ensaio 3 (C3 e C4)



Conforme pode ser observado na Tabela 11, os resultados indicam a presença dos minerais caulinita, gibbsita e quartzo nas seis amostras analisadas, sendo os minerais mica e ilita identificados em apenas duas e uma das amostras, respectivamente. O resultado encontrado é concordante com o apresentado por Oliva (2006), que descreve que os sedimentos da Formação Rio Claro possuem arcabouço constituído basicamente por quartzo e caulinita (com ocorrências de ilita, esmectita e gibbsita restritas a algumas profundidades).

Tabela 11 – Conteúdo mineralógico identificado nas amostras dos corpos de prova ensaiados

ENSAIO	COLUNA	MINERALOGIA
Ensaio 1	C1 e C2	Caulinita, Gibbsita, Quartzo e Mica
	C3 e C4	Caulinita, Gibbsita e Quartzo
Ensaio 2	C5 e C6	Caulinita, Gibbsita, Quartzo, Mica e Ilita
	C7 e C8	Caulinita, Gibbsita e Quartzo
Ensaio 3	C1 e C2	Caulinita, Gibbsita e Quartzo
	C3 e C4	Caulinita, Gibbsita e Quartzo

7.2 Caracterização Química da Vinhaça

A Tabela 12 e o Anexo A apresentam os resultados obtidos na caracterização química da vinhaça *in natura* utilizada nos Ensaios 1, 2 e 3.

Tabela 12 – Resultados da análise química da amostra de Vinhaça *in natura*

Parâmetros	pH	Densidade	Resíduo 110	MO	RMS	Carbono Total	RMT	RMI	N _{total}
Unidade	-	g/mL	g/L						
Vinhaça	3,9	0,98	30,80	17,70	13,10	9,83	13,24	0,14	0,70

MO - Matéria orgânica; RMS - Resíduo mineral solúvel; RMT - Resíduo Mineral Total; e RMI - Resíduo Mineral Insolúvel

Tabela 12 - Continuação - Resultados da análise química da amostra de Vinhaça *in natura*

Parâmetros	Fósforo (P ₂ O ₅)	Potássio (K ₂ O)	Ca	Mg	S	Cu	Zn	Mn	Fe	Na
Unidade	g/L					mg/L				
Vinhaça	0,03	7,90	1,19	0,49	1,03	2,00	0,00	3,00	12,00	65,00

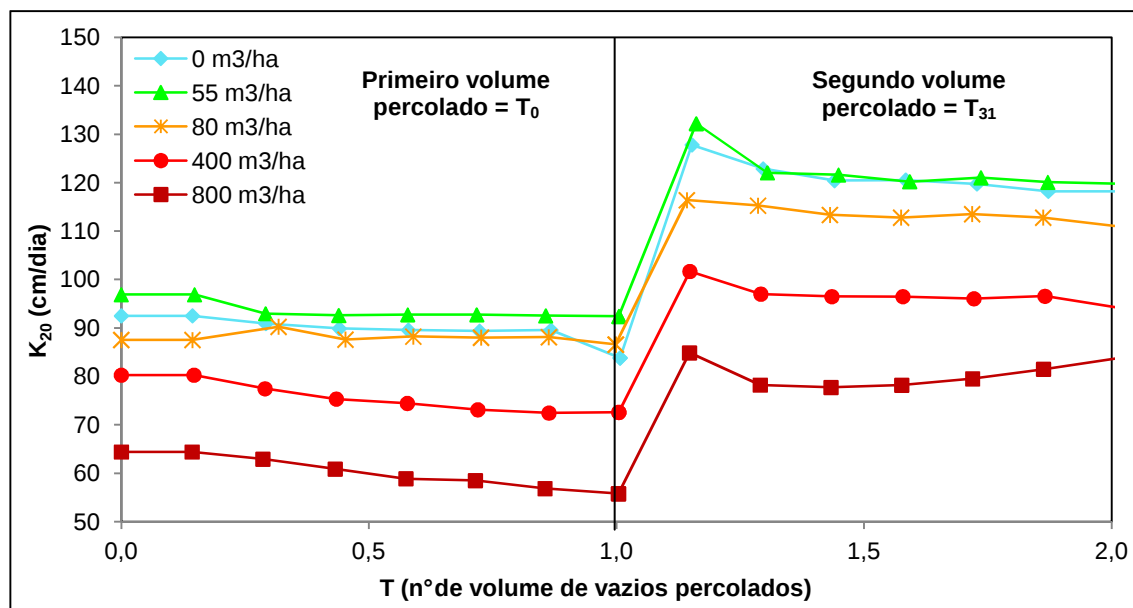
8 ENSAIOS DE COLUNA - RESULTADOS E DISCUSSÕES

Nos itens a seguir são apresentados os dados obtidos para a condutividade hidráulica, parâmetros físico-químicos (CE, pH e Eh) e resultados analíticos. Salienta-se que, com exceção dos dados da caracterização do solo e dos dados referentes à percolação na coluna com dose de 80 m³/ha, os resultados apresentados correspondem à média de cada parâmetro, que foi obtida através dos dados e resultados dos ensaios Ensaios 1 a 3 que estão apresentados no Apêndice A e nos Anexos A e B.

8.1 Avaliação da Condutividade Hidráulica Saturada do solo da Formação Rio Claro com diferentes doses de vinhaça

Conforme apresentado no item 6.3 (Cálculo da Condutividade Hidráulica Saturada), visando padronizar os resultados corrigindo o efeito da temperatura sobre a viscosidade, os valores obtidos para condutividade hidráulica saturada (K) foram referenciados a temperatura de 20°C (K₂₀). Na Figura 15 estão as curvas de variação da K₂₀ em função do volume de vazios percolados para cada dose de vinhaça aplicada, correspondentes aos valores médios (média geométrica) obtidos no Primeiro volume Percolado (T₀) e no Segundo Volume Percolado (T₃₁) dos Ensaios 1 a 3.

Figura 15 - Curvas de variação dos valores médios da Condutividade Hidráulica a 20 °C *versus* nº de vazios percolados (T) para as 5 doses de vinhaça - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.



A Tabela 13 apresenta os valores médios (média geométrica) de condutividade hidráulica a 20°C (K_{20}) obtidos para as diferentes doses de vinhaça aplicadas nas colunas ensaiadas em T_0 e T_{31} , estes dados também podem ser observados na Figura 16.

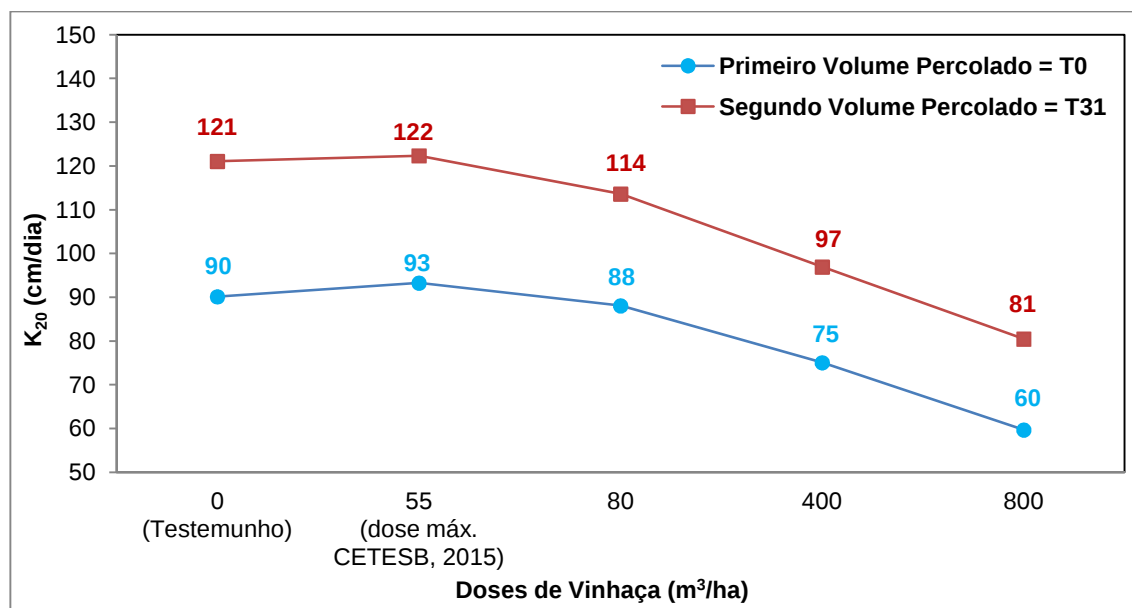
Tabela 13 – Valores médios da Condutividade Hidráulica a 20°C do solo saturado.

Dose de Vinhaça m³/ha	K_{20} (cm/dia)	
	Primeiro Volume Percolado = T_0	Segundo Volume Percolado = T_{31}
0 (Testemunho)	90,14	121,08
55⁽¹⁾	93,26	122,36
80⁽²⁾	88,06	113,59
400	75,06	96,91
800	59,69	80,51

⁽¹⁾Dose aplicada nos Ensaios 2 e 3.

⁽²⁾Dose aplicada no Ensaio 1.

Figura 16 - Valores médios da Condutividade Hidráulica a 20 °C *versus* doses de vinhaça - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.



Através da análise das Figuras 15 e 16 observa-se que tanto no primeiro como no segundo volume percolado os valores de condutividade hidráulica obtidos para as colunas Testemunho e 55 m³/ha (que equivale à dose máxima permitida pela norma P4.231 da CETESB - 2015) foram muito similares entre si, no entanto, com o incremento das doses aplicadas nota-se uma redução progressiva dos valores de condutividade hidráulica. Adicionalmente, observa-se que em todas as colunas ensaiadas, inclusive na coluna sem vinhaça, a condutividade hidráulica foi maior no segundo volume percolado; uma possível explicação para esse aumento é devido à diluição gerada pela lixiviação de íons e, também, pelo rearranjo das partículas com consequente redistribuição do tamanho de poros, efeitos estes causados pela percolação do primeiro volume de vazios.

Avaliando os valores de condutividade hidráulica obtidos em T_0 e T_{31} para as dosagens de 80, 400 e 800 m³/ha tem-se que estes valores foram, em média, cerca de 4, 18 e 33%, respectivamente, inferiores aos valores obtidos na coluna testemunho. Os decréscimos de condutividade hidráulica com o incremento das doses de vinhaça, já observados por outros autores (LOBATO; LIBARDI; CAMARGO, 1998), e o entupimento físico dos poros (MIYAMOTO; KAMEYAMA; NAKAJIMA, 2012), podem ser atribuídos em parte à atividade microbiana e acumulação de sólidos em suspensão na solução do solo, formando uma camada de alta impedância hidráulica.

Ribeiro, Novais e Bahia Filho, (1983) concluíram que em solo de textura média a vinhaça atua como dispersante, o que corrobora os resultados obtidos no solo arenoso da Formação Rio Claro utilizado na presente pesquisa. Fenômenos similares também foram encontrados em testes com solo da Formação Rio Claro por Basso, Alfaro Soto e Chang (2017), onde as amostras sofreram redução da condutividade hidráulica durante o período do experimento.

8.2 Avaliação da mobilidade de íons e metais da vinhaça no solo da Formação Rio Claro com as diferentes doses aplicadas

Sabendo-se que a composição da vinhaça de cana-de-açúcar é muito variável, para a avaliação da mobilidade dos seus íons e metais no solo da Formação Rio Claro, fertilizado com diferentes doses, foi fundamental o conhecimento da composição da vinhaça *in natura* utilizada. Assim, através das concentrações dos parâmetros analisados foi possível realizar o cálculo das respectivas massas específicas equivalentes presentes nas diferentes dosagens aplicadas e nos efluentes percolados e, desta forma, avaliar se o solo atuou como um bom redutor das variáveis analisadas em comparação com as existentes na vinhaça aplicada, ou, se predominou a lixiviação. Com este enfoque, a seguir, são apresentados os resultados da caracterização da vinhaça *in natura*, do solo ensaiado e do efluente percolado (vinhaça efluente) em cada coluna.

8.2.1 Caracterização da composição da Vinhaça *in natura*

Na Tabela 14 constam os valores médios (média aritmética) dos resultados analíticos obtidos para a vinhaça *in natura* que foi aplicada nos ensaios 1 a 3. Além dos resultados analíticos, constam também os Valores Máximos Permitidos (VPM) dos padrões de potabilidade estabelecidos pela Portaria de Consolidação Nº 5 (MINISTÉRIO DA SAÚDE, 2017) e os Valores de Intervenção para Águas Subterrâneas estabelecidos pela Decisão de Diretoria Nº 256/2016/E, (CETESB, 2016).

A análise da referida tabela indica que a vinhaça utilizada apresenta pH ácido, alta quantidade de sólidos totais dissolvidos e condutividade elétrica bastante elevada. Quanto à composição da vinhaça, constata-se que:

- a) Caracteriza-se por alto conteúdo de carbono orgânico total e de potássio;
- b) Possui quantidades significativas de outros elementos, tais como: cálcio, magnésio, cloreto, sulfato e acetato;
- c) Apresenta quantidades menores de: sódio, fósforo, alumínio, bário, cobalto, cromo, cobre, ferro, manganês, níquel, chumbo, silício, estanho, estrôncio, vanádio e zinco;
- d) As concentrações obtidas para STD , Cl^- , SO_4^{2-} , Al , Fe e Mn estão superiores aos VPM da "Tabela de Padrão Organoléptico de Potabilidade" do Ministério da Saúde (2017); e
- e) As concentrações obtidas para Ba e Pb estão superiores ao VI CETESB (2016) e ao VPM da "Tabela de Padrão de Potabilidade para Substâncias Químicas que Representam Risco à Saúde" do Ministério da Saúde (2017).

A vinhaça quando aplicada no solo, ao se infiltrar na sua zona não-saturada, passará a interagir com o meio ocorrendo importantes reações físico-químicas e biológicas, assim, nem todos seus constituintes chegarão ao aquífero nas condições e concentrações iniciais (HASSUDA; REBOUÇAS; CUNHA, 1990). Desta forma, apesar dos resultados de alguns dos elementos contidos na vinhaça apresentarem concentrações superiores aos VI (CETESB, 2016) e VPM (MINISTÉRIO DA SAÚDE, 2017), uma vez aplicada ao solo, possivelmente estas concentrações não chegarão ao lençol freático (DEMATTE, 2015) conforme será discutido nos itens a seguir.

Tabela 14 – Concentração (mg/L) dos parâmetros analisados na Vinhaça *in natura* - Valores médios obtidos com as três análises (Ensaio 1 a 3).

Parâmetro	VPM Potabilidade ⁽¹⁾⁽²⁾	VI CETESB 2016 ⁽³⁾	LQ (mg/L)	CONCENTRAÇÃO (mg/L)
CE ⁽⁴⁾	-	-	-	16206,333
pH ⁽⁵⁾	-	-	-	4,557
STD ⁽⁶⁾	1000 ⁽¹⁾	-	-	14213,333
TOC	-	-	-	10083,333
K ⁺	-	-	0,100	7430,000
Na ⁺	200 ⁽¹⁾	-	0,100	42,767
Ca ²⁺	-	-	0,003	899,333
Mg ²⁺	-	-	0,002	530,333
F ⁻	1,5 ⁽²⁾	-	0,010	<0,010
Cl ⁻	250 ⁽¹⁾	-	0,01	2678,333
SO ₄ ²⁻	250 ⁽¹⁾	-	0,020	1946,000
Acetato	-	-	0,100	578,667
Br ⁻	-	-	0,030	<0,030
P	-	-	0,005	19,533
NO ₂ ⁻	-	-	0,020	<0,020
NO ₃ ⁻	-	-	0,040	<0,040
NH ₄ ⁺	-	-	0,050	NA
N (NO ₂)	1 ⁽²⁾	-	0,006	<0,006
N (NO ₃)	10 ⁽²⁾	10,000	0,009	<0,009
N (NH ₄)	-	-	0,040	NA
Li	-	-	0,010	NA
Al	0,200 ⁽¹⁾	-	0,005	0,970
Ba	0,700 ⁽²⁾	0,700	0,001	1,837
Be	-	-	0,005	<0,005
Cd	0,005 ⁽²⁾	0,005	0,005	<0,005
Co	-	0,070	0,003	0,023
Cr	0,050 ⁽²⁾	0,050	0,003	0,034
Cu	2,000 ⁽²⁾	2,000	0,004	0,150
Fe	0,300 ⁽¹⁾	-	0,005	9,553
Mn	0,100 ⁽¹⁾	-	0,001	2,597
Mo	-	0,030	0,005	<0,005
Ni	0,070 ⁽²⁾	0,070	0,003	0,042
Pb	0,010 ⁽²⁾	0,010	0,005	0,053
Si	-	-	0,060	31,500
Sn	-	-	0,005	0,020
Sr	-	-	0,005	2,327
V	-	-	0,003	0,048
Zn	5,000 ⁽¹⁾	1,800	0,005	1,587

⁽¹⁾⁽²⁾ VMP = Valor Máximo Permitido estabelecido pela Portaria de Consolidação Nº 5 do MINISTÉRIO DA SAÚDE (2017), onde: ⁽¹⁾VMP - Tabela de padrão organoléptico de potabilidade; ⁽²⁾VMP - Tabela de padrão de potabilidade para substâncias químicas que representam risco à saúde.

⁽³⁾VI = Valor de Intervenção para águas subterrâneas estabelecido pela DECISÃO DE DIRETORIA Nº 256/2016/E da CETESB (2016).

⁽⁴⁾CE = Condutividade Elétrica (µS/cm). ⁽⁵⁾ph = Potencial Hidrogeniônico (-).

⁽⁶⁾Os resultados de sólidos totais dissolvidos (STD), na verdade, são correspondentes aos valores de sólidos parciais dissolvidos dado que não foram feitos todos os elementos, como exemplo, faltou a alcalinidade (HCO₃).

xx,xxx = Valor igual ou superior ao VI CETESB (2016) e/ou VPM Potabilidade (2017).

LQ = Limite de Quantificação; NA = Não analisado; e TOC = Carbono Orgânico Total.

8.2.2 Avaliação da composição do solo da Formação Rio Claro antes e após os ensaios

As análises químicas das amostras de solo da Formação Rio Claro estão apresentadas na Tabela 15 na qual constam os resultados da amostra de solo natural (sem ensaiar), anteriormente apresentados na Tabela 10, e os resultados das amostras de solo das colunas com as diferentes doses ensaiadas (retiradas após a finalização dos ensaios).

Tabela 15 – Resultados da análise química do solo sem ensaiar (solo natural) e das amostras de solo retiradas das colunas após as duas etapas de percolação (T_0 e T_{31}).

Solo da Formação Rio Claro												
Dados da amostra	Parâmetros											
Dose de Vinhaça m ³ /ha	pH	MO	P	S	K	Ca	Mg	Al	H+Al	Na	SB	CTC
	-	g.dm ⁻³	mg.dm ⁻³									
0 (Solo natural)	5,0	<3,5	1	5	0,3	<3	<1,0	<1	16	<0,3	3,4	19,4
0 (Testemunho)	4,7	4,0	<3	<6	<0,9	3	<0,8	<2	10	<0,3	3,4	13,4
55 ⁽¹⁾	4,7	4,0	<3	<6	<0,9	3	1,0	<2	10	<0,3	4,7	14,7
80	4,8	3,0	<3	<6	<0,9	2	<0,8	<2	10	<0,3	2,7	12,7
400	4,9	7,0	<3	9	2,7	5	1,0	<2	10	<0,3	8,8	18,8
800	5,2	6,0	<3	11	3,5	3	1,0	<2	10	<0,3	7,7	17,7

⁽¹⁾Equivalente à dose máxima permitida pela norma P4.231 da CETESB (2015).

MO - Matéria Orgânica; H+Al - Acidez potencial; SB - Soma de bases trocáveis; e CTC: Capacidade de troca de cátions.

Tabela 15 - Continuação - Resultados da análise química do solo sem ensaiar (solo natural) e das amostras de solo retiradas das colunas após as duas etapas de percolação (T_0 e T_{31}).

Solo da Formação Rio Claro						
Dados da amostra	Parâmetros					
Dose de Vinhaça m ³ /ha	V	m	PST	N _{total}	N-NH ₄	N-NO ₃
		%			mg.kg ⁻¹	
0 (Solo natural)	18	23	1	469	49	28
0 (Testemunho)	25	0	2	266	119	39
55 ⁽¹⁾	32	0	1	238	168	63
80	21	0	2	343	158	46
400	47	0	1	322	140	46
800	44	0	1	343	154	53

⁽¹⁾Equivalente à dose máxima permitida pela norma P4.231 (CETESB, 2015).

V - Saturação da CTC por bases; m - Saturação por Alumínio; e PST - Ponto de saturação total.

Conforme resultados apresentados nas Tabelas 11 e 15 o solo arenoso da Formação Rio Claro (amostra denominada "Solo natural") apresenta mineralogia caulínica, com presença de gibbsita e quartzo; caracteriza-se por ser um solo distrófico, ácido, com reduzido teor de matéria orgânica, média CTC e baixas

concentrações de bases trocáveis e alumínio; estas baixas concentrações indicam que a maior parte das cargas elétricas da CTC está ocupada pelo íon H^+ .

Na Tabela 15, comparando o resultado da CTC obtido na amostra de solo natural (sem ensaiar) com os obtidos nas amostras ensaiadas, tem-se que: houve queda nos valores da CTC de todas as amostras coletadas após os ensaios, sendo mais acentuada para as doses de 0, 55 (correspondente à dose máxima permitida pela CETESB, 2015) e 80 m^3/ha ; para as doses de 400 e 800 m^3/ha a queda nos valores da CTC foi menor, de modo que os valores obtidos nestas amostras estão muito próximos ao valor obtido no solo natural. Quanto aos valores de matéria orgânica nas amostras coletadas das colunas ensaiadas, observa-se aumento de seus teores nas amostras das colunas com as doses de 400 e 800 m^3/ha , no entanto, mesmo com esse aumento, o solo continua com baixos teores da mesma.

A análise da Tabela 15 (continuação) mostra que, quanto às amostras de solo coletadas das colunas ensaiadas, de uma forma geral, com o incremento das doses de vinhaça houve aumento nas concentrações de N_{total} , $N-NH_4$ e $N-NH_3$. Entretanto, comparando os resultados obtidos nas amostras das colunas ensaiadas com o da amostra de solo natural, tem-se que: para N_{total} as concentrações de todas as amostras de solo coletadas nas colunas ensaiadas apresentaram queda, que foi mais acentuada nas doses 0 e 55 m^3/ha ; para $N-NH_4$ e $N-NH_3$ nota-se aumento nas concentrações de todas as amostras ensaiadas, o qual foi mais acentuado nas concentrações de $N-NH_4$, neste caso, uma possível explicação para os teores mais elevados de $N-NH_4$, vem do fato das colunas ensaiadas estarem saturadas (predomínio de condição anaeróbica), desta forma, o nitrato provavelmente foi transformado por denitrificação.

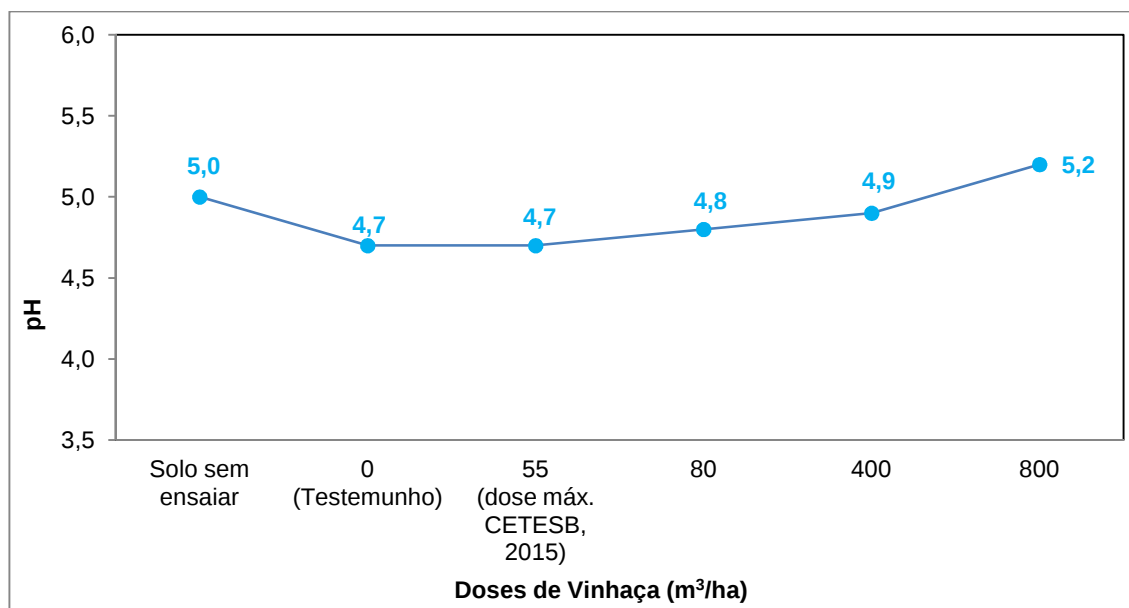
Avaliando o comportamento do K e do S, na Tabela 15, observa-se que com a aplicação das doses de 400 e 800 m^3/ha houve um aumento das suas concentrações no solo, principalmente do K. Quanto ao Al, Na e o P todas as amostras analisadas apresentaram valores abaixo do limite de quantificação, enquanto os valores de Ca e Mg apresentaram pouca variação para as doses ensaiadas.

Tem se que, quanto aos teores de K, Na, Ca e Mg, com o incremento das doses de vinhaça, os acréscimos da concentração de K no solo foram consideravelmente maiores que os observados para os demais elementos, corroborando com os resultados obtidos por Brito e Rolim (2015). Para estes

elementos, considerando as reações de trocas catiônicas, temos que o Ca^{2+} e o Mg^{2+} têm preferência sobre o K^+ e o Na^+ na adsorção aos colóides do solo, preferência esta, resultante da maior valência, menor grau de hidratação, além da seletividade do colóide (caulinita); fatores que lhes possibilitam que sejam mais fortemente adsorvidos do que K e o Na, no entanto, conforme dados apresentados, o comportamento identificado não foi o esperado. Neste contexto, o comportamento do K pode ser atribuído à sua elevada concentração na vinhaça aplicada, que gerou um aumento de sua concentração na solução do solo, lhe favorecendo na competição por um local nos sítios de troca deste solo, provocando uma maior adsorção de K. Adicionalmente, Basso, Alfaro Soto e Chang (2017) em ensaios laboratoriais de percolação de vinhaça em solo arenoso da Formação Rio Claro, baseado nos resultados do fator de retardamento (R), obtiveram que a ordem de adsorção foi $\text{K}^+ > \text{Ca}^{2+} > \text{Mg}^{2+}$ corroborando com os resultados obtidos na presente pesquisa.

A Figura 17 apresenta os valores de pH obtidos na amostra de solo da formação Rio Claro sem ensaiar (solo natural - sem vinhaça) e nas amostras coletadas das colunas ensaiadas (com as doses de 0, 55, 80, 400 e 800 m^3/ha). Com a avaliação da Figura 17 é possível constatar um declínio de 5,0 para 4,7 nos valores de pH da amostra de solo não ensaiada para a amostra coletada da coluna Testemunho após o ensaio, respectivamente. Mattiazo e Glória (1987), em experimento com três tipos de solo (Areno Quartzoso, Podzólico Vermelho-Amarelo e Latossolo B Terra Roxa), obtiveram que as amostras dos três solos que foram percolados apenas com água (controle) também apresentaram diminuição do pH com o tempo.

Figura 17 - Valores de Potencial Hidrogeniônico no solo *versus* doses de vinhaça - solo natural (sem ensaiar) e amostras coletadas após os dois volumes percolados (T_0 e T_{31}).



Quanto aos resultados de pH obtidos nas amostras das colunas ensaiadas (Figura 17) é possível observar que os solos coletados da coluna sem vinhaça (Testemunho) e da coluna com dose de 55 m³/ha apresentaram os mesmos valores de pH, no entanto, nas amostras das demais colunas ensaiadas observa-se que com o incremento das doses de vinhaça houve um aumento moderado dos valores de pH, sendo mais pronunciado na dose de 800 m³/ha. Esse aumento de pH era esperado, visto que embora a vinhaça possua pH ácido, quando aplicada nos solos promove o aumento do pH. Segundo Mattiazzo e Glória (1987) a atividade microbiana é responsável pela oxidação da matéria orgânica do solo, e é essa oxidação que gera o aumento do pH.

8.2.3 Avaliação do Efluente Percolado (Vinhaça Efluente)

As Tabelas 16 e 17 apresentam os valores médios (média aritmética) da concentração de cada parâmetro nas amostras de vinhaça *in natura* (aplicada nos ensaios) e nos efluentes percolados (vinhaça efluente) das colunas com as doses ensaiadas (0, 55, 80, 400 e 800 m³/ha de vinhaça), coletados no primeiro volume percolado - T_0 e no segundo volume percolado - T_{31} (após 31 dias de incubação) dos Ensaios 1 a 3. Nestas tabelas, além dos resultados analíticos, constam os Valores Máximos Permitidos (VPM) dos padrões de potabilidade estabelecidos pela

Portaria de Consolidação Nº 5 (MINISTÉRIO DA SAÚDE, 2017) e os Valores de Intervenção para Águas Subterrâneas estabelecidos pela Decisão de Diretoria Nº 256/2016/E, (CETESB, 2016).

As Tabelas 18 e 19 apresentam os valores médios (média aritmética) da massa específica equivalente presente em cada dose de vinhaça aplicada (Vinhaça influente) e nos respectivos Efluentes Percolados (Vinhaça Efluente) no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) Volume Percolado dos Ensaios 1 a 3. Nestas tabelas, também são apresentadas as porcentagens de retenção na coluna após a percolação de T_0 e T_{31} , calculadas com base na estimativa da massa existente em cada coluna ensaiada.

Os resultados apresentados nas Tabelas 16 a 19 serão discutidos nos itens a seguir.

Tabela 16 – Concentração (mg/L) dos parâmetros analisados (íons, STD e TOC) na Vinhaça *in natura* e no Efluente Percolado (Vinhaça Efluente) - Valores médios obtidos no Primeiro (T₀) e no Segundo (T₃₁) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.

RESULTADOS ANALÍTICOS (mg/L)																				
Parâmetro	Na ⁺	K ⁺	Ca ²⁺	Mg ²⁺	Cl ⁻	SO ₄ ²⁻	Br ⁻	P	Acetato	F ⁻	NO ₂ ⁻	NO ₃ ⁻	NH ₄ ⁺	N (NO ₂)	N (NO ₃)	N (NH ₄)	STD ⁽⁶⁾	TOC		
VMP Potabilidade ⁽¹⁾⁽²⁾	200,0 ⁽¹⁾	-	-	-	250,0 ⁽¹⁾	250,0 ⁽¹⁾	-	-	-	1,5 ⁽²⁾	-	-	-	1,0 ⁽²⁾	10,0 ⁽²⁾	-	1000,0 ⁽¹⁾	-		
VI CETESB 2016 ⁽³⁾	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	10,0	-	-	-		
LQ	0,100	0,100	0,003	0,002	0,010	0,020	0,030	0,005	0,100	0,010	0,020	0,040	0,050	0,006	0,009	0,040	-	-		
Vinhaça <i>in natura</i>	42,77	7430,00	899,33	530,33	2678,33	1946,00	<0,030	19,533	578,667	<0,010	<0,020	<0,040	NA	<0,006	<0,009	NA	14213,3	10083		
Amostras (dose de vinhaça m³/ha)	0	0,88	1,53	0,23	0,06	1,51	0,051	<0,030	0,007	4,507	0,019	<0,020	0,190	0,080	<0,006	0,043	0,062	13,4	5,93	
	Primeiro Vol.	55 ⁽⁴⁾	1,04	0,72	0,19	0,76	0,050	<0,030	0,006	3,275	0,101	<0,020	0,205	0,070	<0,006	0,047	0,055	9,3	23,00	
	Percolado	80 ⁽⁵⁾	0,93	0,85	0,21	0,94	<0,020	<0,030	<0,005	1,130	<0,010	<0,020	0,210	<0,050	<0,006	0,047	<0,040	8,4	15,90	
	= T ₀	400	1,45	0,87	2,77	1,42	8,69	0,047	<0,030	0,007	10,003	0,043	<0,020	2,053	0,260	<0,006	0,463	0,204	31,9	179,33
		800	5,22	61,00	67,87	44,43	310,33	0,227	<0,030	0,015	14,500	0,317	<0,020	11,887	3,114	<0,006	2,683	2,420	530,3	434,67
	0	0,73	1,30	0,11	0,02	1,26	0,073	<0,030	0,007	0,827	0,018	0,024	0,210	0,507	0,007	0,047	0,393	12,4	7,42	
	Segundo Vol.	55 ⁽⁴⁾	0,90	0,67	0,12	0,875	0,060	<0,030	<0,005	0,385	0,014	0,055	0,071	0,35	0,017	0,016	0,270	9,8	15,50	
	Percolado	80 ⁽⁵⁾	0,93	0,88	0,08	0,95	0,061	<0,030	0,013	< 0,10	0,020	0,028	0,250	0,350	0,008	0,056	0,270	8,9	16,40	
	= T ₃₁	400	3,11	73,57	30,43	19,50	180,67	0,133	<0,030	0,009	11,420	< 0,010	<0,020	0,403	6,613	<0,006	0,093	5,137	348,7	67,43
		800	0,89	449,33	37,57	25,37	238,33	4,590	<0,030	0,015	309,667	2,523	<0,020	<0,040	8,013	<0,006	<0,009	6,223	1108,0	399,33

⁽¹⁾⁽²⁾VMP = Valor Máximo Permitido estabelecido pela Portaria de Consolidação N° 5 do MINISTÉRIO DA SAÚDE (2017), onde: ⁽¹⁾VMP - Tabela de padrão organoléptico de potabilidade; ⁽²⁾ VMP Tabela de padrão de potabilidade para substâncias químicas que representam risco à saúde.

⁽³⁾VI = Valor de Intervenção para águas subterrâneas estabelecido pela DECISÃO DE DIRETORIA N° 256/2016/E da CETESB (2016).

⁽⁴⁾Valores obtidos em duplicata.

⁽⁵⁾Valores obtidos em um único ensaio.

⁽⁶⁾Os resultados de sólidos totais dissolvidos (STD) são correspondentes aos valores de sólidos parciais dissolvidos dado que não foram feitos todos os elementos, como exemplo, faltou a alcalinidade (HCO₃).

xx,xxx = Valor igual ou superior ao VI CETESB (2016) e/ou VMP Potabilidade (2017).

LQ = Limite de Quantificação; NA = Não analisado; e TOC = Carbono Orgânico Total.

Tabela 17 – Concentração (mg/L) dos parâmetros analisados (metais e sílica) na Vinhaça *in natura* e no Efluente Percolado (Vinhaça Efluente) - Valores médios obtidos no Primeiro (T₀) e no Segundo (T₃₁) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.

RESULTADOS ANALÍTICOS (mg/L)																				
Parâmetro	Li	Al	Ba	Be	Cd	Co	Cr	Cu	Fe	Mn	Mo	Ni	Pb	SiO ₂	Sn	Sr	V	Zn		
VPM Potabilidade ⁽¹⁾⁽²⁾	-	0,200 ⁽¹⁾	0,700 ⁽²⁾	-	0,005 ⁽²⁾	-	0,050 ⁽²⁾	2,000 ⁽²⁾	0,300 ⁽¹⁾	0,100 ⁽¹⁾	-	0,070 ⁽²⁾	0,010 ⁽²⁾	-	-	-	-	5,000 ⁽¹⁾		
VI CETESB 2016 ⁽³⁾	-	-	0,700	-	0,005	0,070	0,050	2,000	-	-	0,030	0,070	0,010	-	-	-	-	1,800		
LQ	0,010	0,005	0,001	0,005	0,005	0,003	0,003	0,004	0,005	0,001	0,005	0,003	0,005	0,060	0,005	0,005	0,003	0,005		
Vinhaça <i>in natura</i>	NA	0,970	1,837	<0,005	<0,005	0,023	0,034	0,150	9,553	2,597	<0,005	0,042	0,053	67,388	0,020	2,327	0,048	1,587		
Amostras (Dose de vinhaça m³/ha)	0	<0,010	0,040	0,003	<0,005	<0,005	<0,003	<0,003	<0,004	0,005	0,011	<0,005	<0,003	<0,005	2,717	< 0,005	<0,005	<0,003	0,068	
	Primeiro Vol. Percolado = T ₀	55 ⁽⁴⁾	<0,010	0,026	0,002	<0,005	<0,005	<0,003	<0,003	<0,004	<0,005	0,007	<0,005	<0,003	<0,005	2,621	< 0,005	<0,005	<0,003	0,027
	80 ⁽⁵⁾	<0,010	0,009	0,001	<0,005	<0,005	<0,003	<0,003	<0,004	<0,005	0,005	<0,005	<0,003	<0,005	2,546	< 0,005	<0,005	<0,003	0,035	
	400	<0,010	0,079	0,018	<0,005	<0,005	<0,003	<0,003	<0,004	<0,005	0,264	<0,005	<0,003	<0,005	3,302	< 0,005	0,011	<0,003	0,235	
	800	<0,010	0,350	0,663	<0,005	<0,005	0,011	<0,003	0,004	<0,005	3,827	<0,005	0,006	<0,005	4,813	< 0,005	0,240	<0,003	1,337	
	0	<0,010	0,035	0,002	<0,005	<0,005	<0,003	<0,003	<0,004	<0,005	0,008	<0,005	<0,003	<0,005	4,307	< 0,005	<0,005	<0,003	0,537	
	Segundo Vol. Percolado = T ₃₁	55 ⁽⁴⁾	<0,010	0,007	0,001	<0,005	<0,005	<0,003	<0,003	<0,004	0,028	0,012	<0,005	<0,003	<0,005	4,685	< 0,005	<0,005	<0,003	0,235
	80 ⁽⁵⁾	<0,010	0,006	<0,001	<0,005	<0,005	<0,003	<0,003	<0,004	<0,005	0,006	<0,005	<0,003	<0,005	4,386	< 0,005	<0,005	<0,003	0,120	
	400	<0,010	0,203	0,387	<0,005	<0,005	0,012	<0,003	0,004	0,135	3,830	<0,005	0,004	<0,005	10,689	< 0,005	0,137	<0,003	3,773	
	800	<0,010	0,067	0,557	<0,005	<0,005	0,007	<0,003	<0,004	15,097	2,213	<0,005	0,004	<0,005	11,467	< 0,005	0,112	<0,003	2,303	

⁽¹⁾⁽²⁾ VMP = Valor Máximo Permitido estabelecido pela Portaria de Consolidação Nº 5 do MINISTÉRIO DA SAÚDE (2017), onde: ⁽¹⁾VMP - Tabela de padrão organoléptico de potabilidade; ⁽²⁾VMP - Tabela de padrão de potabilidade para substâncias químicas que representam risco à saúde.

⁽³⁾VI = Valor de Intervenção para águas subterrâneas estabelecido pela DECISÃO DE DIRETORIA Nº 256/2016/E da CETESB (2016).

⁽⁴⁾Valores obtidos em duplicata.

⁽⁵⁾Valores obtidos em um único ensaio.

xx,xxx = Valor igual ou superior ao VI CETESB (2016) e/ou VPM Potabilidade (2017).

LQ = Limite de Quantificação

NA = Não analisado.

Tabela 18 – Massa específica equivalente (mg) dos íons, STD e TOC nas doses de vinhaça aplicadas (Vinhaça influente) e no Efluente Percolado (Vinhaça Efluente) - Valores médios obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.

Dose m³/ha	Amostra	Massa Equivalente (mg)																	
		Na ⁺	K ⁺	Ca ²⁺	Mg ²⁺	Cl ⁻	SO ₄ ²⁻	Br ⁻	P	Acetato	F ⁻	NO ₂ ⁻	NO ₃ ⁻	NH ₄ ⁺	N (NO ₂)	N (NO ₃)	N (NH ₄)	STD ⁽⁷⁾	TOC
0 ⁽¹⁾	Vinhaça influente	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,000	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,000	0,00	0,00	0,00	0,00
	Efluente - T ₀	0,26	0,46	0,07	0,02	0,45	0,02	<LQ	0,002	1,34	0,01	<LQ	0,06	0,02	<LQ	0,01	0,02	3,99	1,77
	Efluente - T ₃₁	0,22	0,39	0,03	0,01	0,37	0,02	<LQ	0,002	0,25	0,01	0,01	0,06	0,15	0,002	0,01	0,12	3,69	2,21
	m _s = T ₀ + T ₃₁ ⁽³⁾	0,48	0,84	0,10	0,02	0,82	0,04	<LQ	0,004	1,59	0,01	0,01	0,12	0,17	0,002	0,03	0,14	7,68	3,98
55 ⁽²⁾	m _v +m _s ⁽⁴⁾	0,67	34,06	4,12	2,39	12,80	8,74	<LQ	0,09	4,17	0,01	0,01	0,12	0,17	0,002	0,03	0,14	71,22	49,06
	m _v = vinhaça influente	0,19	33,22	4,02	2,37	11,97	8,70	<LQ	0,087	2,59	<LQ	<LQ	<LQ	NA	<LQ	<LQ	NA	63,55	45,08
	Efluente - T ₀	0,31	0,21	0,06	0,01	0,22	0,01	<LQ	0,002	0,97	0,03	<LQ	0,06	0,02	<LQ	0,01	0,02	2,78	6,84
	Efluente - T ₃₁	0,27	0,20	0,04	0,01	0,26	0,02	<LQ	<LQ	0,11	0,00	0,02	0,02	0,10	0,005	0,00	0,08	2,91	4,61
	m _e = Efluente = T ₀ + T ₃₁ ⁽⁵⁾	0,58	0,41	0,09	0,02	0,49	0,03	<LQ	0,002	1,09	0,03	0,02	0,08	0,12	0,005	0,02	0,10	5,69	11,46
	Retenção (%) ⁽⁶⁾	13,91	98,79	97,73	99,28	96,21	99,63	<LQ	98,21	73,91	-207,84	-128,86	31,06	29,43	-124,70	30,87	28,82	92,02	76,65
80	m _v +m _s ⁽⁴⁾	0,76	48,99	5,93	3,46	18,18	12,65	<LQ	0,13	5,34	0,01	0,01	0,12	0,17	0,002	0,03	0,14	99,78	69,32
	m _v = vinhaça influente	0,28	48,15	5,83	3,44	17,36	12,61	<LQ	0,127	3,75	<LQ	<LQ	<LQ	NA	<LQ	<LQ	NA	92,11	65,34
	Efluente - T ₀	0,27	0,25	0,06	0,01	0,28	<LQ	<LQ	<LQ	0,33	<LQ	<LQ	0,06	<LQ	<LQ	0,01	<LQ	2,49	4,70
	Efluente - T ₃₁	0,28	0,26	0,02	0,00	0,28	0,02	<LQ	0,004	<LQ	0,01	0,01	0,07	0,10	0,002	0,02	0,08	2,65	4,89
	m _e = Efluente = T ₀ + T ₃₁ ⁽⁵⁾	0,55	0,51	0,08	0,02	0,56	0,02	<LQ	0,004	0,33	0,01	0,01	0,14	0,10	0,002	0,03	0,08	5,13	9,59
	Retenção (%) ⁽⁶⁾	27,04	98,95	98,57	99,55	96,91	99,86	<LQ	97,04	93,74	45,91	-16,63	-14,63	40,34	-9,05	-13,66	40,71	94,85	86,17
400	m _v +m _s ⁽⁴⁾	1,87	241,90	29,28	17,23	87,72	63,17	<LQ	0,64	20,36	0,01	0,01	0,12	0,17	0,002	0,03	0,14	468,80	331,11
	m _v = vinhaça influente	1,39	241,05	29,18	17,21	86,89	63,13	<LQ	0,634	18,77	<LQ	<LQ	<LQ	NA	<LQ	<LQ	NA	461,13	327,14
	Efluente - T ₀	0,43	0,26	0,83	0,42	2,59	0,01	<LQ	0,002	2,98	0,01	<LQ	0,61	0,08	<LQ	0,14	0,06	9,51	53,39
	Efluente - T ₃₁	0,93	21,95	9,08	5,82	53,90	0,04	<LQ	0,003	3,41	<LQ	<LQ	0,12	1,97	<LQ	0,03	1,53	104,02	20,12
	m _e = Efluente = T ₀ + T ₃₁ ⁽⁵⁾	1,36	22,21	9,90	6,24	56,49	0,05	<LQ	0,005	6,38	0,01	0,00	0,73	2,05	<LQ	0,17	1,59	113,53	73,51
	Retenção (%) ⁽⁶⁾	27,13	90,82	66,17	63,78	35,60	99,91	<LQ	99,25	68,64	-17,08	100,00	-514,14	-1072,74	100,00	-515,11	-1074,06	75,78	77,80
800	m _v +m _s ⁽⁴⁾	3,26	484,41	58,63	34,54	175,14	126,69	<LQ	1,28	39,25	0,01	0,01	0,12	0,17	0,002	0,03	0,14	932,73	660,23
	m _v = vinhaça influente	2,78	483,57	58,53	34,52	174,32	126,65	<LQ	1,271	37,66	<LQ	<LQ	<LQ	NA	<LQ	<LQ	NA	925,05	656,26
	Efluente - T ₀	1,56	18,21	20,26	13,26	92,63	0,07	<LQ	0,004	4,33	0,09	<LQ	3,55	0,93	<LQ	0,80	0,72	158,30	129,75
	Efluente - T ₃₁	0,27	134,80	11,27	7,61	71,50	1,38	<LQ	0,005	92,90	0,76	<LQ	<LQ	2,40	<LQ	<LQ	1,87	332,40	119,80
	m _e = Efluente = T ₀ + T ₃₁ ⁽⁵⁾	1,83	153,01	31,53	20,87	164,13	1,44	<LQ	0,009	97,23	0,85	0,00	3,55	3,33	<LQ	0,80	2,59	490,70	249,55
	Retenção (%) ⁽⁶⁾	44,03	68,41	46,23	39,56	6,28	98,86	<LQ	99,29	-147,72	-7628,42	100,00	-2878,50	-1806,70	100,00	-2877,32	-1808,19	47,39	62,20

⁽¹⁾ Coluna Testemunho - sem aplicação de vinhaça. ⁽²⁾ Equivalente a dose máxima permitida pela Decisão de Diretoria Nº 045/2015/C: Norma Técnica P4.231 da CETESB (2015).

⁽³⁾ m_s = massa equivalente a lixiviação do solo sem vinhaça (*background*) - soma das massas dos efluentes percolados em T_0 e T_{31} na coluna sem aplicação de vinhaça.

⁽⁴⁾ $m_v + m_s$ = massa presente na dose de vinhaça aplicada (m_v = vinhaça influente) + massa presente nos efluentes percolados do solo sem vinhaça (*background*).

⁽⁵⁾ m_e = massa equivalente a lixiviação do solo com a respectiva dose de vinhaça (soma das massas dos efluentes percolados em T_0 e T_{31}).

⁽⁶⁾ Porcentagem de retenção na coluna após a percolação de T_0 e T_{31} , calculada com base na estimativa da massa existente em cada coluna ensaiada.

⁽⁷⁾ Os resultados de sólidos totais dissolvidos (STD) são correspondentes aos valores de sólidos parciais dissolvidos dado que não foram feitos todos os elementos, como exemplo, faltou a alcalinidade (HCO₃).

Efluente - T_0 = Primeiro Vol. Percolado (Vinhaça efluente); Efluente - T_{31} = Segundo Vol. Percolado (Vinhaça efluente); NA = Não Analisado e TOC = Carbono Orgânico Total.

<LQ = A concentração do parâmetro na amostra estava menor que o limite de quantificação do parâmetro analisado, conforme dados de concentração apresentados na Tabela 16.

Tabela 19 – Massa específica equivalente (mg) dos metais e da sílica nas doses de vinhaça aplicadas (Vinhaça influente) e no Efluente Percolado (Vinhaça Efluente) - Valores médios obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.

Dose m ³ /ha	Amostra	Massa Equivalente (mg)																	
		Li	Al	Ba	Be	Cd	Co	Cr	Cu	Fe	Mn	Mo	Ni	Pb	SiO ₂	Sn	Sr	V	Zn
0 ⁽¹⁾	Vinhaça influente	NA	0,0000	0,0000	<LQ	<LQ	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	<LQ	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
	Efluente - T_0	<LQ	0,0120	0,0008	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	0,0015	0,0032	<LQ	<LQ	<LQ	0,8083	<LQ	<LQ	<LQ	0,0203
	Efluente - T_{31}	<LQ	0,0103	0,0006	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	0,0025	<LQ	<LQ	<LQ	1,2840	<LQ	<LQ	<LQ	0,1600
	$m_s = T_0 + T_{31}$ ⁽³⁾	<LQ	0,0223	0,0014	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	0,0015	0,0057	<LQ	<LQ	<LQ	2,0922	<LQ	<LQ	<LQ	0,1803
55 ⁽²⁾	$m_v + m_s$ ⁽⁴⁾	<LQ	0,0267	0,0096	<LQ	<LQ	0,0001	0,0002	0,0007	0,0442	0,0173	<LQ	0,0002	0,0002	2,3935	0,0001	0,0104	0,0002	0,1874
	m_v = vinhaça influente	NA	0,0043	0,0082	<LQ	<LQ	0,0001	0,0002	0,0007	0,0427	0,0116	<LQ	0,0002	0,0002	0,3013	0,0001	0,0104	0,0002	0,0071
	Efluente - T_0	<LQ	0,0076	0,0006	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	0,0021	<LQ	<LQ	<LQ	0,7796	<LQ	<LQ	<LQ	0,0079
	Efluente - T_{31}	<LQ	0,0019	0,0003	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	0,0083	0,0034	<LQ	<LQ	<LQ	1,3947	<LQ	<LQ	<LQ	0,0700
	m_e = Efluente = $T_0 + T_{31}$ ⁽⁵⁾	NA	0,0095	0,0009	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	0,0083	0,0055	<LQ	<LQ	<LQ	2,1744	<LQ	<LQ	<LQ	0,0778
	Retenção (%) ⁽⁶⁾	<LQ	64,30	90,70	<LQ	<LQ	100,00	100,00	100,00	81,14	68,11	<LQ	100,00	100,00	9,16	100,00	100,00	100,00	58,46
80	$m_v + m_s$ ⁽⁴⁾	<LQ	0,0286	0,0133	<LQ	<LQ	0,0001	0,0002	0,0010	0,0634	0,0225	<LQ	0,0003	0,0003	2,5289	0,0001	0,0151	0,0003	0,1906
	m_v = vinhaça influente	NA	0,0063	0,0119	<LQ	<LQ	0,0001	0,0002	0,0010	0,0619	0,0168	<LQ	0,0003	0,0003	0,4367	0,0001	0,0151	0,0003	0,0103
	Efluente - T_0	<LQ	0,0027	0,0003	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	0,0015	<LQ	<LQ	<LQ	0,7523	<LQ	<LQ	<LQ	0,0103
	Efluente - T_{31}	<LQ	0,0018	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	0,0018	<LQ	<LQ	<LQ	1,3069	<LQ	<LQ	<LQ	0,0358
	m_e = Efluente = $T_0 + T_{31}$ ⁽⁵⁾	NA	0,0044	0,0003	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	0,0033	<LQ	<LQ	<LQ	2,0592	<LQ	<LQ	<LQ	0,0461
	Retenção (%) ⁽⁶⁾	<LQ	84,46	97,78	<LQ	<LQ	100,00	100,00	100,00	100,00	85,48	<LQ	100,00	100,00	18,58	100,00	100,00	100,00	75,81
400	$m_v + m_s$ ⁽⁴⁾	<LQ	0,0538	0,0610	<LQ	<LQ	0,0007	0,0011	0,0049	0,3114	0,0899	<LQ	0,0014	0,0017	4,2785	0,0007	0,0755	0,0015	0,2318
	m_v = vinhaça influente	NA	0,0315	0,0596	<LQ	<LQ	0,0007	0,0011	0,0049	0,3099	0,0842	<LQ	0,0014	0,0017	2,1863	0,0007	0,0755	0,0015	0,0515
	Efluente - T_0	<LQ	0,0235	0,0054	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	0,0786	<LQ	<LQ	<LQ	0,9829	<LQ	0,0034	<LQ	0,0701
	Efluente - T_{31}	<LQ	0,0607	0,1154	<LQ	<LQ	0,0036	<LQ	0,0013	0,0404	1,1426	<LQ	0,0013	<LQ	3,1890	<LQ	0,0408	<LQ	1,1257
	m_e = Efluente = $T_0 + T_{31}$ ⁽⁵⁾	NA	0,0842	0,1207	<LQ	<LQ	0,0036	<LQ	0,0013	0,0404	1,2212	<LQ	0,0013	<LQ	4,1719	<LQ	0,0441	<LQ	1,1958
	Retenção (%) ⁽⁶⁾	<LQ	-56,46	-97,97	<LQ	<LQ	-386,82	100,00	73,44	87,04	-1258,38	<LQ	4,37	100,00	2,49	100,00	41,52	100,00	-415,89
800	$m_v + m_s$ ⁽⁴⁾	<LQ	0,0855	0,1209	<LQ	<LQ	0,0015	0,0022	0,0098	0,6233	0,1747	<LQ	0,0027	0,0034	6,4781	0,0013	0,1514	0,0031	0,2836
	m_v = vinhaça influente	NA	0,0631	0,1195	<LQ	<LQ	0,0015	0,0022	0,0098	0,6218	0,1690	<LQ	0,0027	0,0034	4,3859	0,0013	0,1514	0,0031	0,1033
	Efluente - T_0	<LQ	0,1045	0,1980	<LQ	<LQ	0,0033	<LQ	0,0013	<LQ	1,1423	<LQ	0,0017	<LQ	1,4368	<LQ	0,0716	<LQ	0,3990
	Efluente - T_{31}	<LQ	0,0202	0,1670	<LQ	<LQ	0,0022	<LQ	<LQ	4,5290	0,6640	<LQ	0,0011	<LQ	3,4400	<LQ	0,0335	<LQ	0,6910
	m_e = Efluente = $T_0 + T_{31}$ ⁽⁵⁾	NA	0,1247	0,3650	<LQ	<LQ	0,0055	<LQ	0,0013	4,5290	1,8063	<LQ	0,0028	<LQ	4,8768	<LQ	0,1051	<LQ	1,0900
	Retenção (%) ⁽⁶⁾	<LQ	-45,88	-201,84	<LQ	<LQ	-271,71	100,00	86,75	-626,67	-934,17	<LQ	-2,94	100,00	24,72	100,00	30,57	100,00	-284,38

⁽¹⁾ Coluna Testemunho - sem aplicação de vinhaça.

⁽²⁾ Equivalente a dose máxima permitida pela Decisão de Diretoria N° 045/2015/C: Norma Técnica P4.231 da CETESB (2015).

⁽³⁾ m_s = massa equivalente a lixiviação do solo sem vinhaça (*background*) - soma das massas dos efluentes percolados em T_0 e T_{31} na coluna sem aplicação de vinhaça.

⁽⁴⁾ $m_v + m_s$ = massa presente na dose de vinhaça aplicada (m_v = vinhaça influente) + massa presente nos efluentes percolados do solo sem vinhaça (*background*).

⁽⁵⁾ m_e = massa equivalente a lixiviação do solo com a respectiva dose de vinhaça (soma das massas dos efluentes percolados em T_0 e T_{31}).

⁽⁶⁾ Porcentagem de retenção na coluna após a percolação de T_0 e T_{31} , calculada com base na estimativa da massa existente em cada coluna ensaiada.

Efluente - T_0 = Primeiro Vol. Percolado (Vinhaça efluente) e Efluente - T_{31} = Segundo Vol. Percolado (Vinhaça efluente).

NA = Não Analisado.

<LQ = A concentração do parâmetro na amostra estava menor que o limite de quantificação do parâmetro analisado, conforme dados de concentração apresentados na Tabela 17.

8.2.3.1 Potencial Hidrogeniônico (pH) e Potencial de Óxido-redução (Eh)

As Figuras 18 e 20 apresentam as curvas de variação dos valores médios do pH e Eh, respectivamente, em função do volume de vazios percolados (T) enquanto as Figuras 19 e 21 apresentam os valores médios do pH e Eh (medidos nas amostras enviadas para as análises laboratoriais), respectivamente, *versus* as cinco doses de vinhaça. Estas figuras apresentam os dados obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaio 1 a 3.

Conforme pode ser observado nas Figuras 18 e 19 durante os ensaios de percolação os valores de pH obtidos para a coluna sem vinhaça (testemunho) foram similares aos obtidos nas doses de 55, 80 e 800 m³/ha. As amostras coletadas destas quatro colunas (Figura 19) mostram que no primeiro volume percolado os valores de pH foram ácidos e ficaram entre 4,4 e 4,7, sendo que o menor valor foi obtido na coluna testemunho (pH = 4,4) e se apresentou mais baixo que o da própria vinhaça (pH = 4,6). No segundo volume percolado, após 31 dias de incubação, nota-se um incremento nos valores de pH que passaram a oscilar entre 5,2 e 5,4. Entretanto, na coluna com 400m³/ha, os valores de pH obtidos se diferem das demais colunas tanto por seus valores, quanto por seu comportamento, visto que, as amostras coletadas durante o primeiro e segundo volume percolado apresentaram valores muito similares se destacando por serem os valores mais baixos (pH = 4,3), estando mais ácidas que a própria vinhaça.

Figura 18 - Curvas de variação dos valores médios de Potencial Hidrogeniônico *versus* nº de vazios percolados (T) para as 5 doses de vinhaça - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.

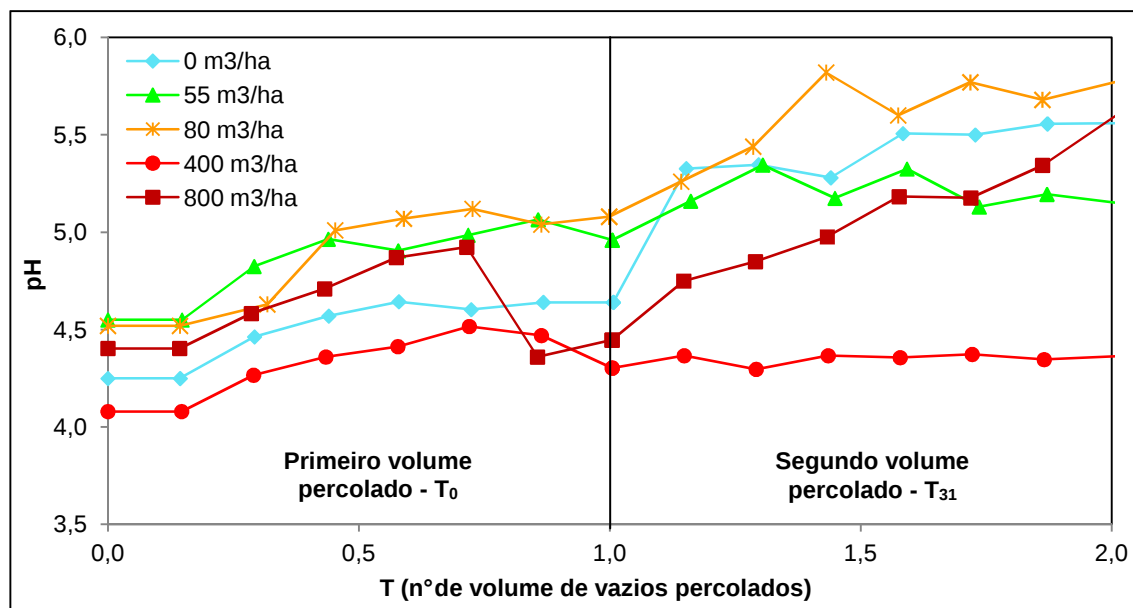
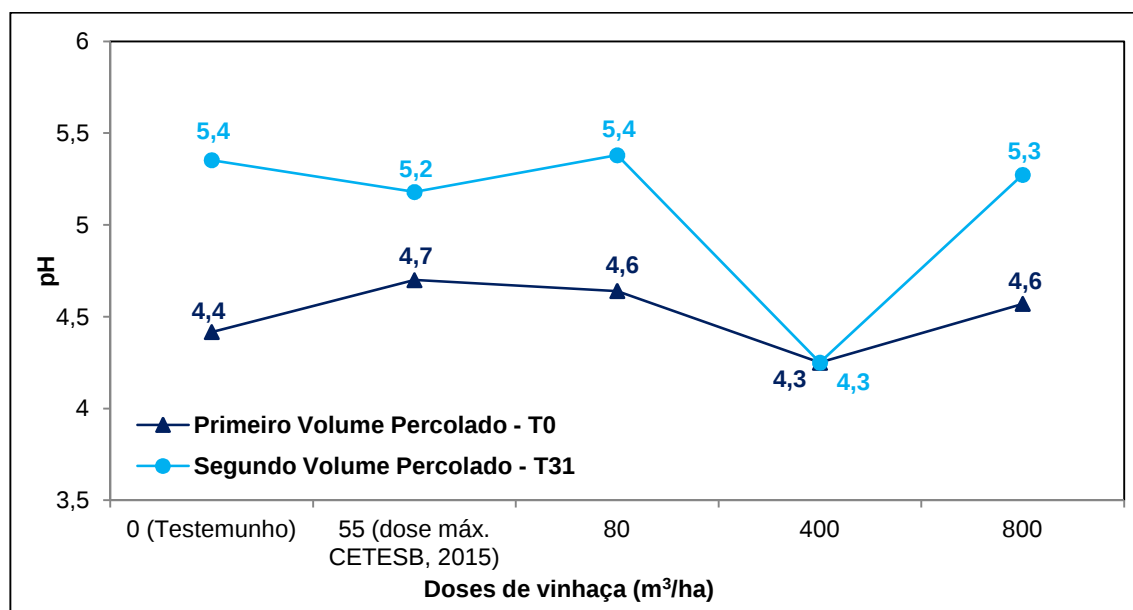


Figura 19 - Valores médios do pH do percolado das 5 doses ensaiadas - coletadas no Primeiro volume Percolado (T_0) e no Segundo Volume Percolado (T_{31}) dos Ensaios 1 a 3.



Quanto ao Eh, durante os ensaios não foram detectados valores negativos, indicando condições oxidantes. Conforme pode ser observado nas Figuras 20 e 21 no primeiro volume percolado (T_0) os valores de Eh obtidos nos percolados das colunas com as 5 doses ensaiadas foram similares, ocorrendo uma pequena queda apenas na coluna com 800 m³/ha. No entanto, no segundo volume percolado, após

31 dias de incubação, observa-se que houve queda nos valores de Eh de todas as colunas, principalmente nas com doses de vinhaça, sendo mais acentuada a partir da dose de 400 m³/ha.

Figura 20 - Curvas de variação dos valores médios de Potencial de Óxido-Redução *versus* nº de vazios percolados (T) para as 5 doses de vinhaça - valores obtidos no Primeiro (T₀) e no Segundo (T₃₁) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.

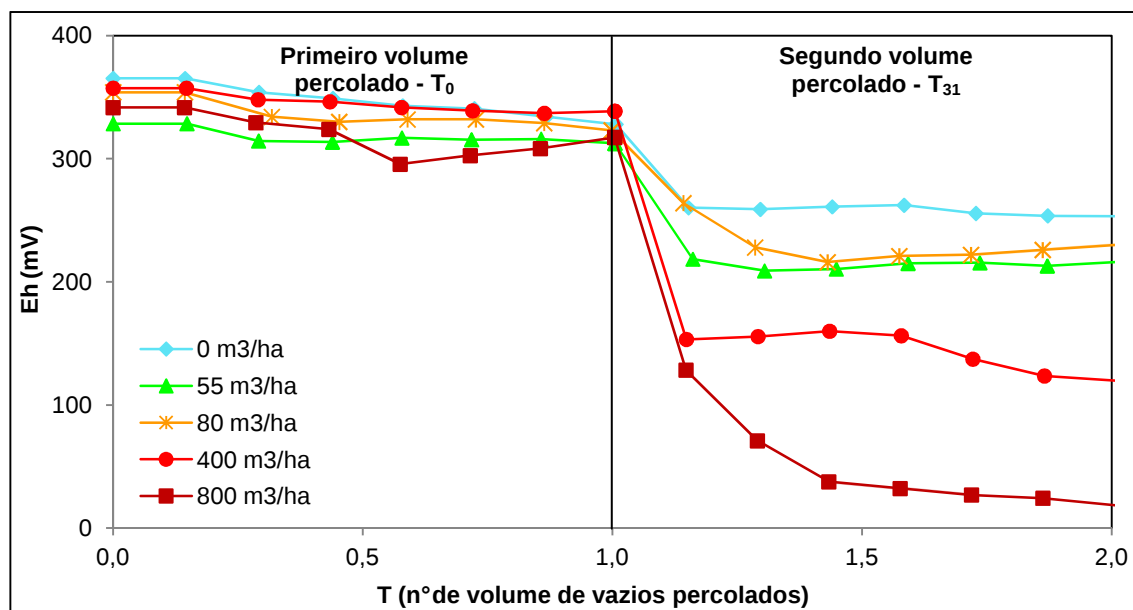
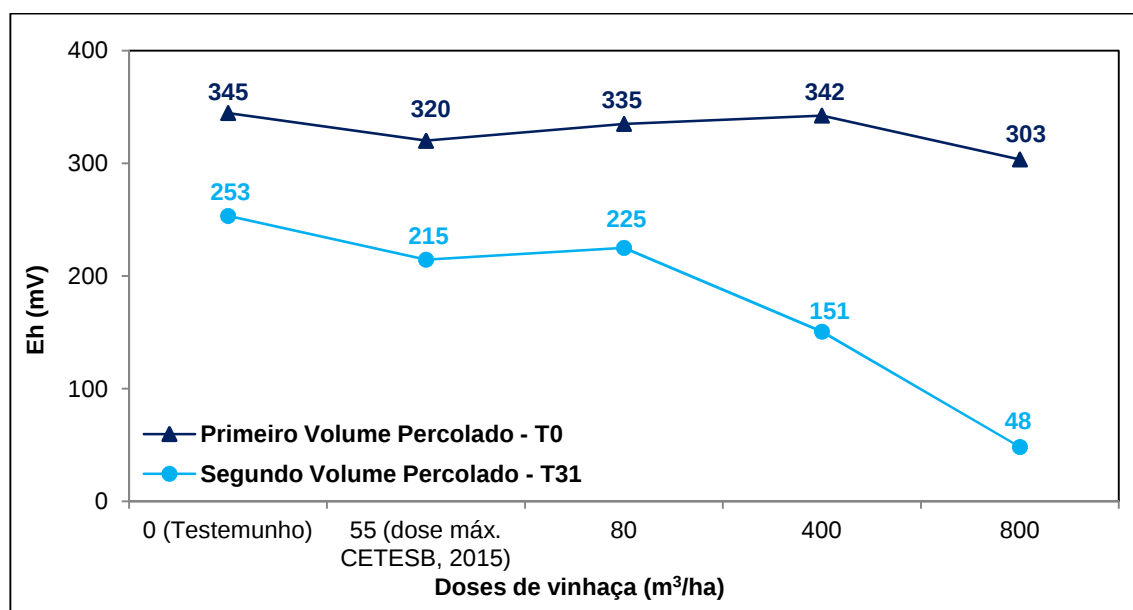


Figura 21 - Valores médios do Eh(mV) do percolado das 5 doses ensaiadas - coletadas no Primeiro (T₀) e no Segundo (T₃₁) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.

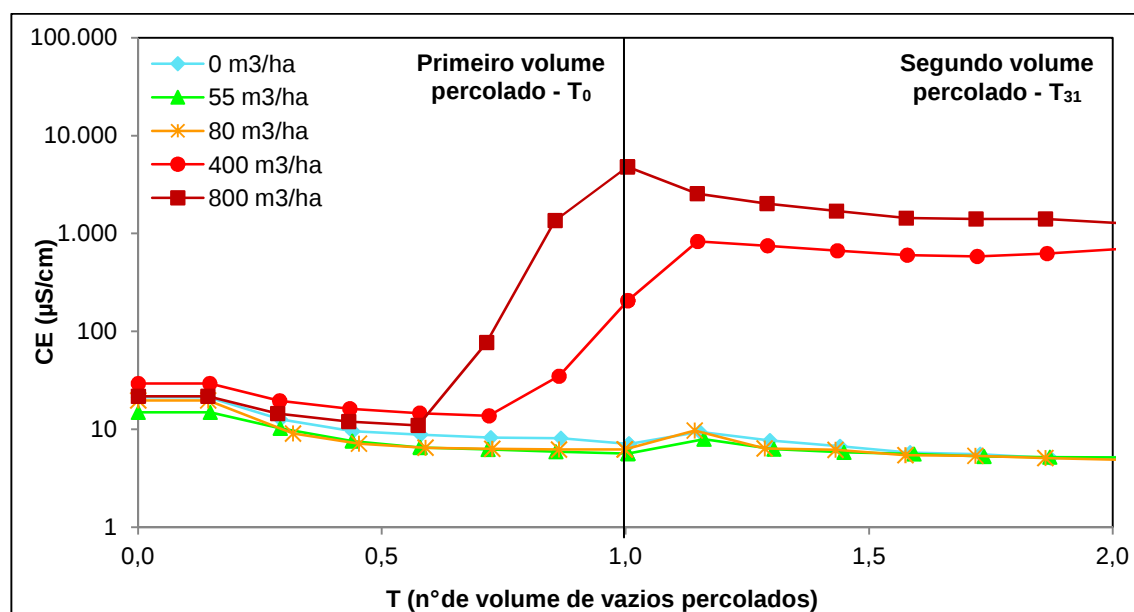


8.2.3.2 Condutividade Elétrica (CE) e Sólidos Totais Dissolvidos (STD)

A Figura 22 apresenta as curvas de variação dos valores médios de CE em função do nº do volume de vazios percolados (T) medidos nas alíquotas coletadas durante os ensaios de percolação enquanto as Figuras 23 e 24 apresentam os valores médios de CE e STD (medidos nas amostras homogeneizadas e enviadas para as análises laboratoriais), respectivamente, *versus* as cinco doses de vinhaça. Nestas figuras constam os dados obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.

Cabe salientar que os resultados de sólidos totais dissolvidos são correspondentes aos valores de sólidos parciais dissolvidos dado que não foram feitos todos os elementos, como exemplo, faltou a alcalinidade (HCO_3).

Figura 22 - Curvas de variação dos valores médios de Condutividade Elétrica *versus* nº de vazios percolados (T) para as 5 doses de vinhaça - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.

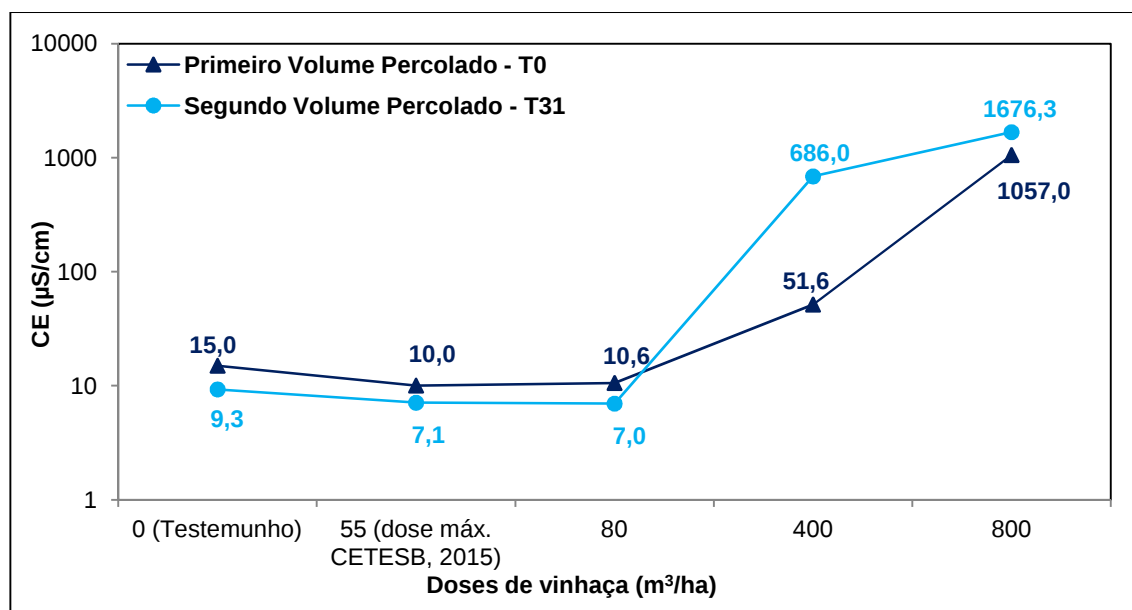


Conforme pode ser observado na Figura 22 durante os ensaios de percolação os valores de CE obtidos nas alíquotas coletadas na coluna sem vinhaça (testemunho) estão um pouco superiores aos obtidos nas doses de 55 (equivalente a dose máxima permitida pela CETESB, 2015) e 80 m³/ha. No entanto, para estas três colunas, durante os dois volumes percolados, não houve muita oscilação nos valores que permaneceram entre 4,90 e 21,23 $\mu\text{S/cm}$. A partir

da metade do primeiro volume percolado os valores de CE das colunas com as doses de 400 e 800 m³/ha começaram a aumentar, podendo ser observado que para a dose de 800 m³/ha os incrementos foram mais elevados e ocorreram em uma velocidade maior, assim, para as doses de 400 e 800 m³/ha os valores mínimos foram obtidos em T₀ (13,74 e 11,01 µs/cm, respectivamente) e os valores máximos foram obtidos em T₃₁ (829 µs/cm) e T₀ (4816 µs/cm), respectivamente.

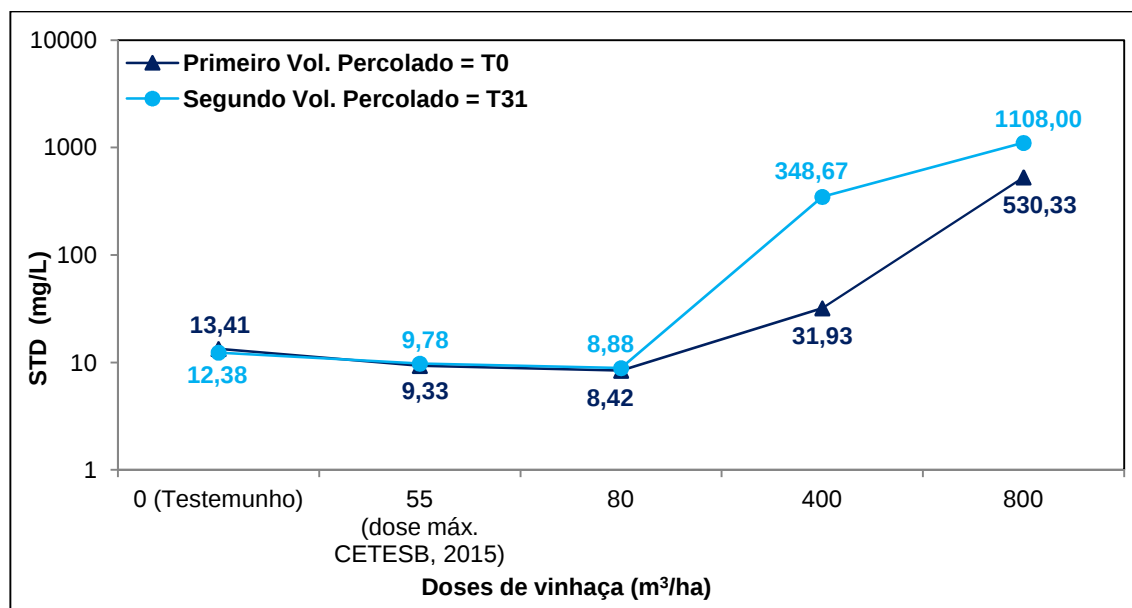
A Figura 23 apresenta os valores médios de CE medidos nas amostras homogeneizadas e enviadas para o laboratório e, em conformidade com a Figura 22, mostra que: os valores obtidos para as doses de 55 e 80 m³/ha estão similares entre si e um pouco inferiores aos medidos no efluente da coluna testemunho; a partir da dose de 400 m³/ha houve um grande incremento nos valores de CE, sendo ainda mais pronunciado no efluente da coluna de 800 m³/ha.

Figura 23 - Valores médios da CE (µS/cm) do percolado das 5 doses ensaiadas - coletadas no Primeiro (T₀) e no Segundo (T₃₁) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.



Na análise conjunta da Figura 24, que apresenta os valores médios de concentração de STD, com a Figura 23 observa-se que o comportamento do STD e da CE são muito similares, isto é explicado pelo fato de que o aumento na concentração dos sólidos totais dissolvidos é resultado da lixiviação dos constituintes da vinhaça para a água, o que gera um aumento da condutividade elétrica, conferido a mesma, um caráter condutor.

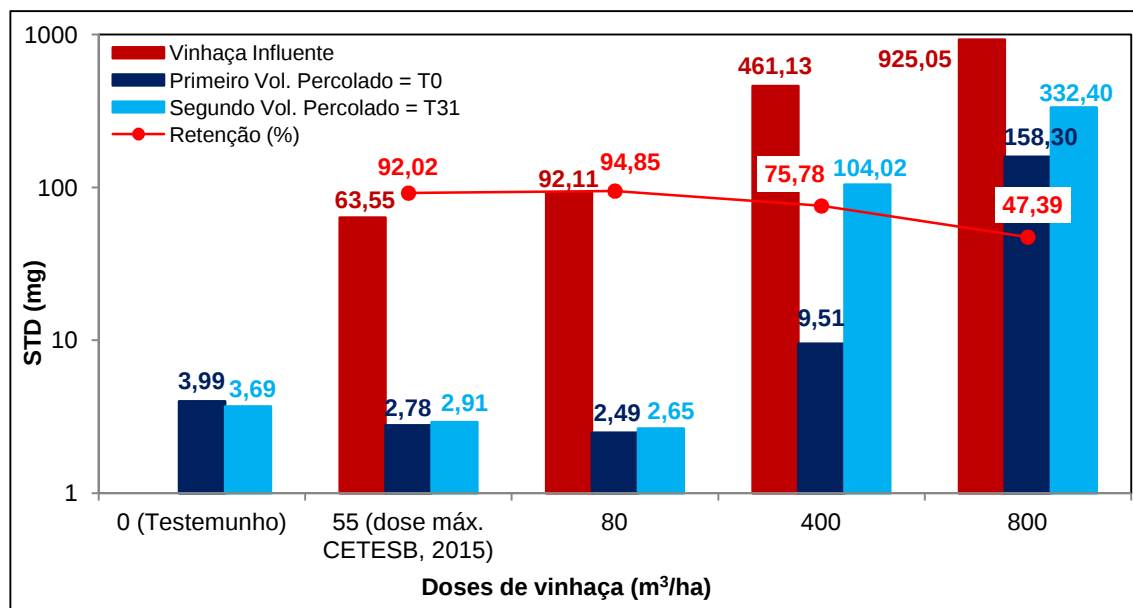
Figura 24 - Valores médios da concentração de STD (mg/L) *versus* doses de vinhaça - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.



A Figura 25 apresenta os valores médios das massas equivalentes dos sólidos totais dissolvidos presentes nas doses de vinhaça aplicadas em cada coluna (vinhaça influente) e nos seus efluentes correspondentes ao Primeiro (T_0) e ao Segundo (T_{31}) volume percolado. Na Figura 25 também são apresentadas as porcentagens de retenção de STD nas colunas após a percolação de T_0 e T_{31} , calculadas com base na estimativa das massas existentes em cada coluna.

A avaliação conjunta das Figuras 23, 24 e 25 mostra que nas colunas com aplicação das doses de 55 e 80 m^3/ha , e consequente aporte de 63,55 e 92,11 mg de STD (respectivamente), os efluentes percolados apresentaram valores de CE e STD um pouco inferiores aos obtidos na coluna testemunho, indicando que a aplicação destas doses possivelmente aumentou a capacidade de retenção do solo. Conforme pode ser visto na Figura 25, a partir da dose de 400 m^3/ha ocorre uma queda drástica na taxa de retenção das doses aplicadas no solo que passam de 92,02 e 94,85% (colunas com 55 e 80 m^3/ha , respectivamente) para 75,78 e 47,39% (colunas com 400 e 800 m^3/ha , respectivamente), adicionalmente, observa-se que para as doses de 400 e 800 m^3/ha o tempo de incubação foi um fator importante indicando que esse período de reação com o solo foi fundamental para aumentar a concentração no lixiviado (principalmente na coluna com 400 m^3/ha), fato este constatado pelo aumento da taxa de lixiviação.

Figura 25 - Valores médios da massa equivalente de STD (mg) na Vinhaça influente (dose de vinhaça aplicada) de cada coluna e nos seus efluentes do Primeiro (T_0) e do Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.



Quanto aos resultados obtidos na coluna com a dose de 400 m³/ha, do primeiro para o segundo volume percolado observa-se um aumento discrepante na taxa de lixiviação. Uma possível explicação é que este aumento seja resultante de algum erro analítico (como, por exemplo, no fator de diluição) ou, outra possibilidade, é que conforme pode ser observado na Figura 19, no segundo volume percolado desta coluna o pH do efluente foi anômalo e manteve-se baixo (pH = 4,3), assim, é possível que a manutenção de pH neste valor tenha proporcionado uma maior mobilização dos íons.

De uma forma geral, os resultados indicam que para as doses de 55 e 80 m³/ha houve um aumento na capacidade de retenção do solo, fator este positivo tanto para o aspecto fertilidade do solo quanto ao ambiental, no entanto, com a aplicação de doses elevadas como as de 400 e 800 m³/ha observa-se uma queda continua na capacidade de retenção do solo, o que implica em perdas por lixiviação e, conseqüentemente, possível comprometimento da qualidade das águas subterrâneas. Assim, conforme os dados da Tabela 16, na vinhaça *in natura* e na dose de 800 m³/ha de T_{31} as concentrações de STD estão superiores ao VPM da "Tabela de Padrão Organoléptico de Potabilidade" do Ministério da Saúde (2017).

8.2.3.3 Íons analisados

Na Tabela 16 constam os valores médios dos resultados analíticos dos íons analisados e os seus respectivos valores de potabilidade e de referência ambiental que serão discutidos a seguir.

- **Potássio, Sódio, Cálcio e Magnésio**

As Figuras 26, 28, 30 e 32 apresentam os valores médios obtidos para as concentrações dos cátions de interesse (potássio, sódio, cálcio e magnésio, respectivamente) nos dois volumes percolados coletados das colunas com as diferentes doses de vinhaça aplicadas, enquanto as Figuras 27, 29, 31 e 33 apresentam os valores médios das massas equivalentes dos referidos cátions, respectivamente, presentes nas doses de vinhaça aplicadas em cada coluna (vinhaça influente) e nos seus efluentes correspondentes ao Primeiro (T_0) e ao Segundo (T_{31}) volume percolado, adicionalmente, também são apresentadas porcentagens de retenção destes cátions nas colunas após a percolação de T_0 e T_{31} , calculadas com base na estimativa das massas existentes em cada coluna ensaiada.

Quanto às concentrações de potássio (Figura 26) no efluente percolado em T_0 , comparando-se com a amostra coletada na coluna testemunho, só houve incremento na amostra coletada na coluna de 800 m³/ha, no entanto, após 31 dias de incubação, observa-se que as amostras das colunas de 400 e 800 m³/ha apresentaram um aumento significativo nas concentrações de K, assim, para as doses de 400 e 800 m³/ha o período de incubação pode ter sido fundamental para aumentar a concentração no lixiviado (principalmente na coluna com 400 m³/ha).

Com a análise conjunta das Figuras 26 e 27 tem-se que nas colunas com as doses de 55 e 80 m³/ha houve o aporte de 33,22 e 48,15 mg de K, respectivamente, no entanto, os efluentes percolados destas colunas apresentaram concentrações de K inferiores às obtidas na coluna testemunho (em T_0 e T_{31}) indicando que a aplicação destas doses aumentou a capacidade de retenção do solo, porém, com a aplicação das doses de 400 e 800 m³/ha observa-se uma queda contínua nas taxas de retenção.

Figura 26 - Valores médios da concentração de K (mg/L) *versus* doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.

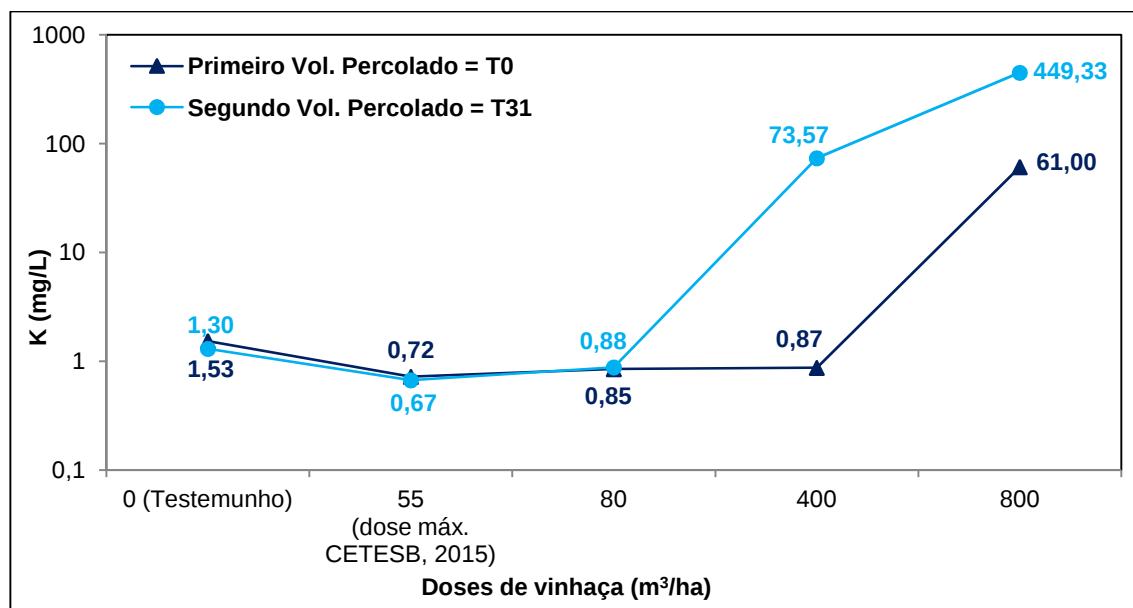
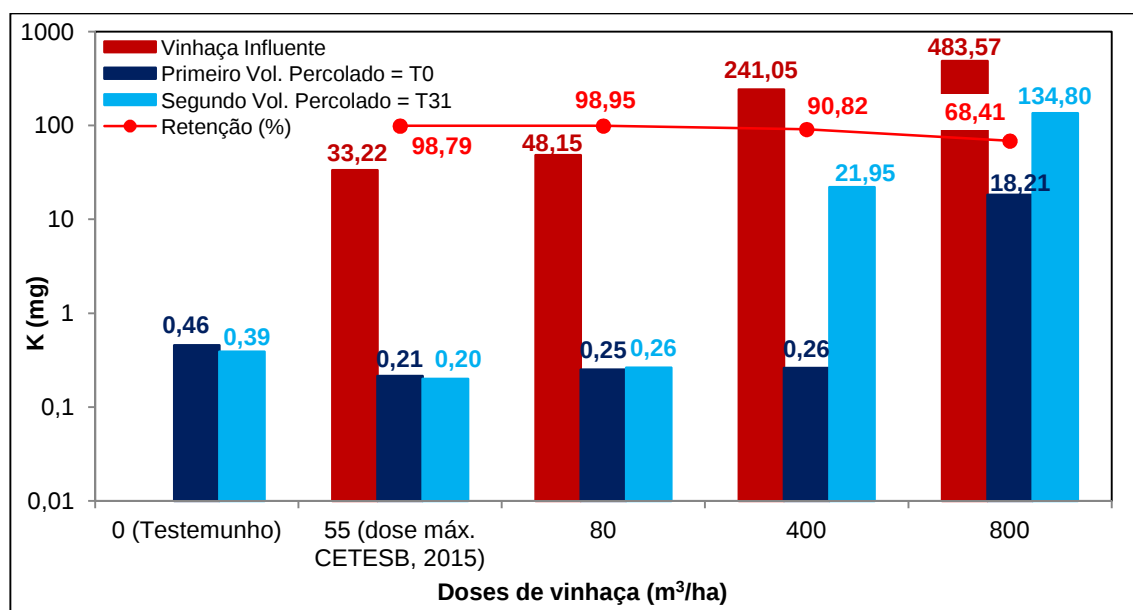


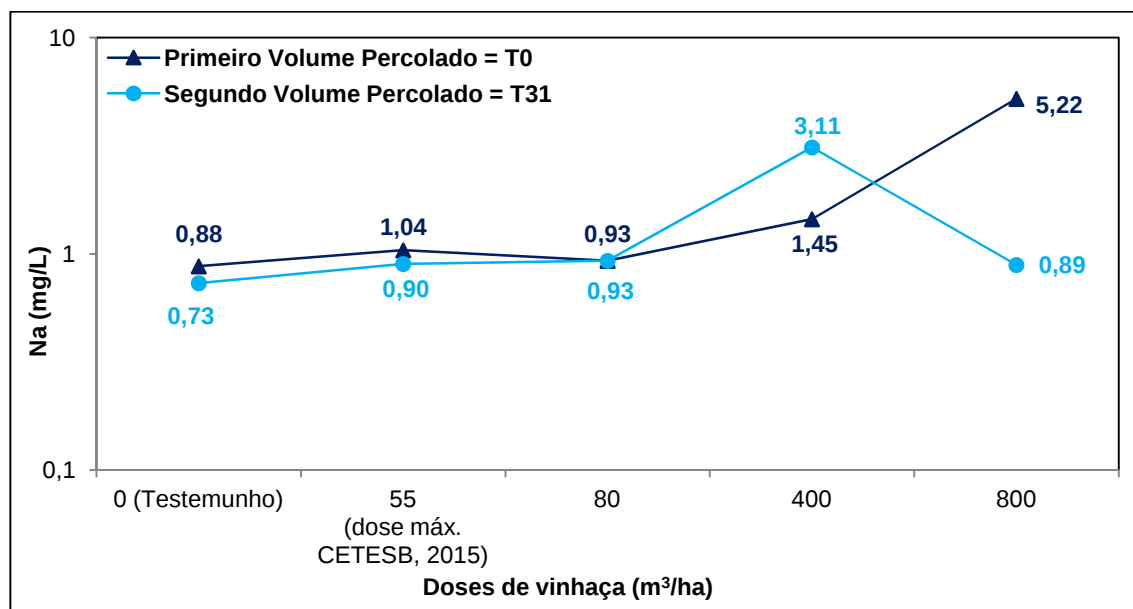
Figura 27 - Valores médios da massa equivalente de K (mg) na Vinhaça influente (dose de vinhaça aplicada) de cada coluna e nos seus efluentes do Primeiro (T_0) e do Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.



Quanto às concentrações de sódio (Figura 28) presentes nos efluentes, comparando-se com a amostra coletada na coluna testemunho, em T_0 houve incremento significativo apenas nas amostras coletadas nas colunas de 400 e 800 m³/ha (sendo mais elevado na última) e em T_{31} observa-se um incremento na concentração da amostra da coluna de 400 m³/ha, no entanto, na coluna de 800

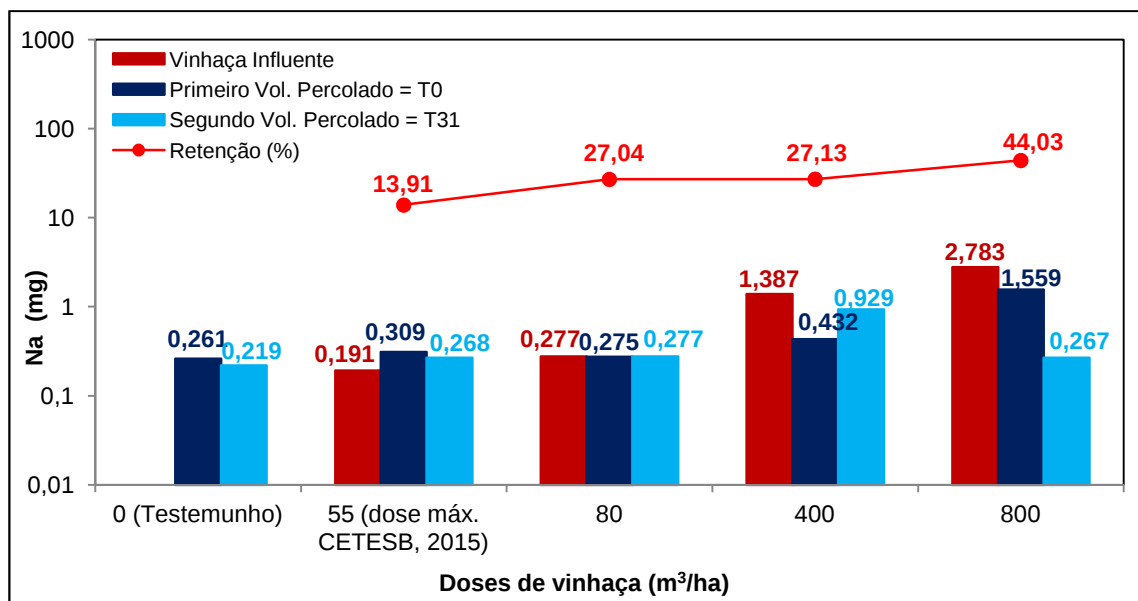
m^3/ha a concentração detectada baixou aos níveis das demais colunas com doses menores de vinhaça.

Figura 28 - Valores médios da concentração de Na (mg/L) *versus* doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.



Conforme pode ser visto na Figura 29 e na Tabela 16, a vinhaça *in natura* apresenta baixas concentrações de sódio, desta forma, observa-se que nas colunas com as doses de 55 e $80 \text{ m}^3/\text{ha}$ a soma das massas lixiviadas em T_0 e T_{31} foi maior do que a massa aplicada nestas dosagens indicando que grande parte dessa massa lixiviada trata-se da massa de sódio presente no solo da Formação Rio Claro, o que explica os valores anômalos para as taxas de retenção de Na. Quanto à lixiviação, destaca-se que na dose de $400 \text{ m}^3/\text{ha}$ o período de incubação pode ter sido fundamental para aumentar a concentração no lixiviado dado que houve um aumento na taxa de lixiviação, no entanto, na coluna com a dose de $800 \text{ m}^3/\text{ha}$ nota-se uma queda nesta taxa.

Figura 29 - Valores médios da massa equivalente de Na (mg) na Vinhaça influente (dose de vinhaça aplicada) de cada coluna e nos seus efluentes do Primeiro (T_0) e do Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.



Quanto às concentrações de cálcio e magnésio (Figuras 30 e 32), assim como observado para o sódio (Figura 28), comparando-se com a amostra coletada na coluna testemunho, no efluente percolado em T_0 só houve incremento considerável de suas concentrações nas amostras coletadas nas colunas com as doses de 400 e 800 m³/ha, sendo mais elevado na última, no entanto, após 31 dias de incubação, observa-se que a amostra da coluna de 400 m³/ha apresentou um aumento significativo enquanto a de 800 m³/ha apresentou uma queda, assim, para a dose de 400 m³/ha o período de incubação pode ter sido fundamental para aumentar a concentração de Ca e Mg no lixiviado visto que com esta dose houve um grande incremento nas taxas de lixiviação.

A avaliação conjunta das Figuras 30 a 33 mostra que nas colunas com as doses de 55 e 80 m³/ha o solo da Formação Rio Claro apresentou alta capacidade de retenção para o Ca (97,73 e 98,57%, respectivamente) e Mg (99,28 e 99,55%, respectivamente), no entanto, com a aplicação das doses de 400 e 800 m³/ha observa-se uma queda nesta capacidade tanto para o Ca (que passam a ser de 66,17 e 46,23%, respectivamente) quanto para o Mg (63,78 e 39,56% Mg, respectivamente).

Figura 30 - Valores médios da concentração de Ca (mg/L) *versus* doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.

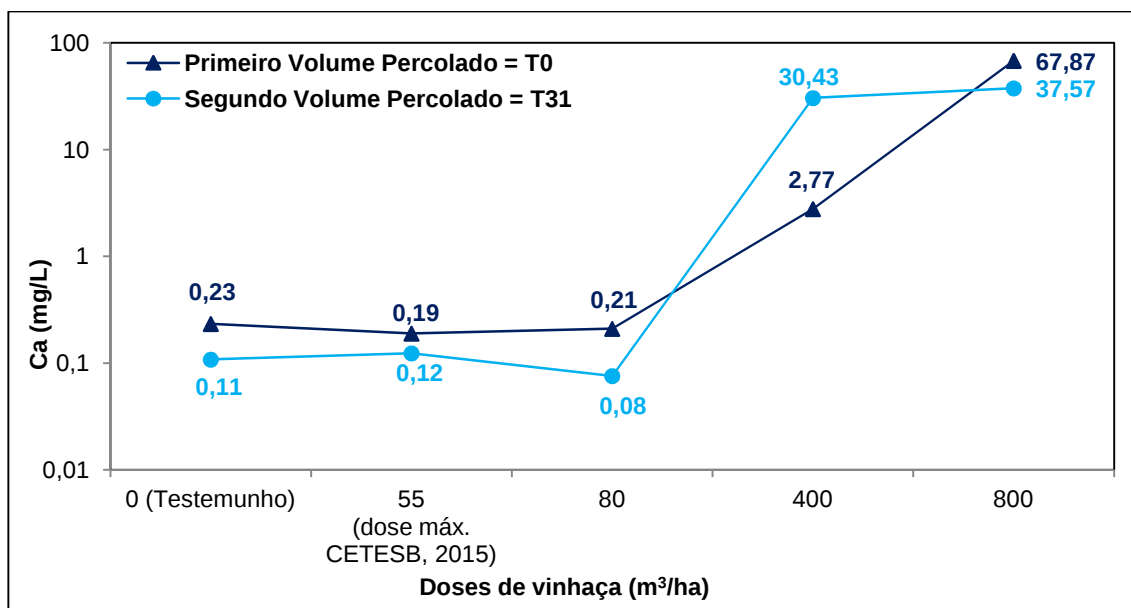


Figura 31 - Valores médios da massa equivalente de Ca (mg) na Vinhaça influente (dose de vinhaça aplicada) de cada coluna e nos seus efluentes do Primeiro (T_0) e do Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.

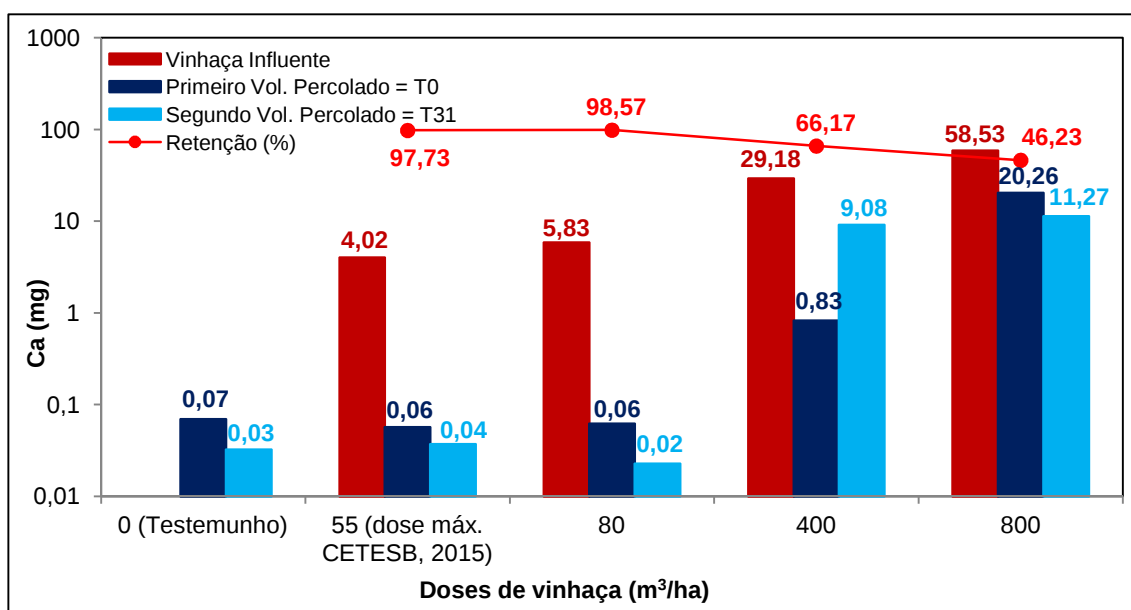


Figura 32 - Valores médios da concentração de Mg (mg/L) *versus* doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.

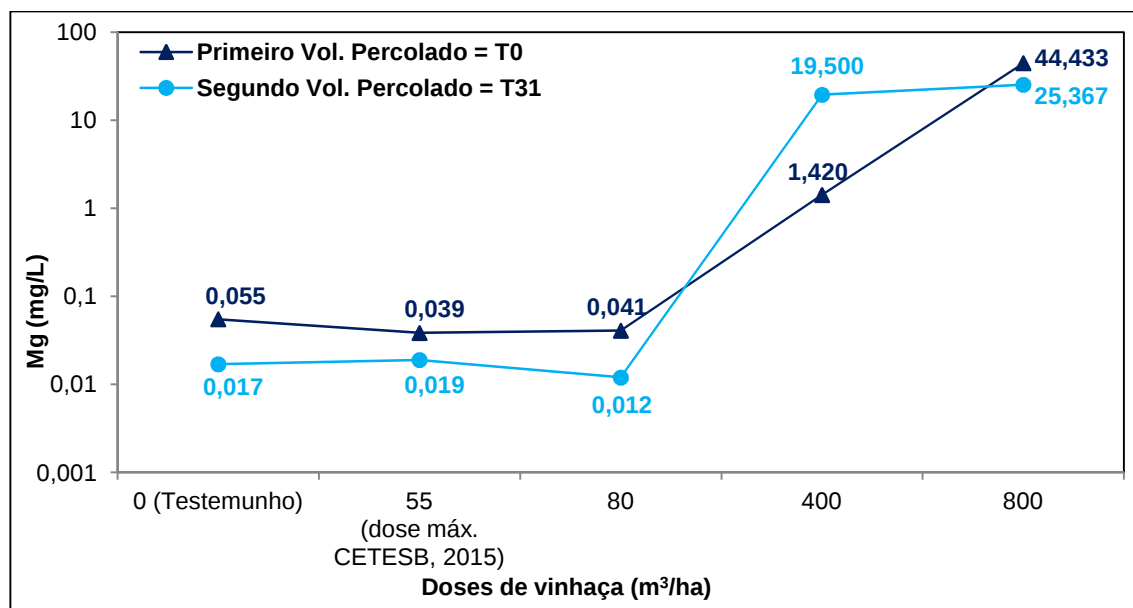
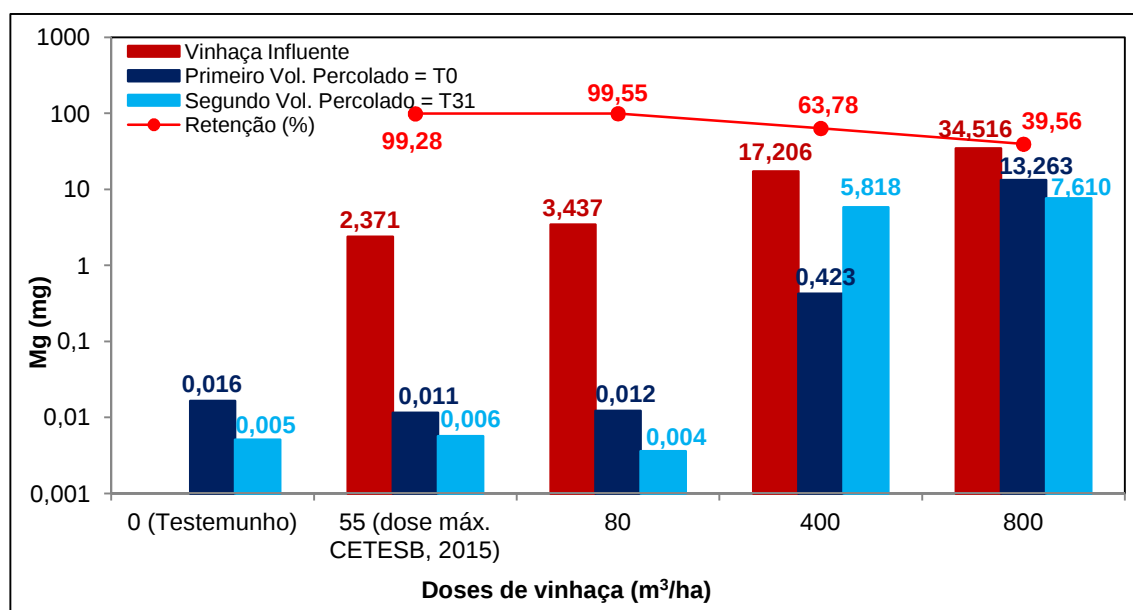


Figura 33 - Valores médios da massa equivalente de Mg (mg) na Vinhaça influente (dose de vinhaça aplicada) de cada coluna e nos seus efluentes do Primeiro (T_0) e do Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.



De uma forma geral, para os cátions de interesse, as concentrações obtidas nos efluentes das amostras das colunas com doses de 55 (que equivale à dose máxima permitida pela norma P4.231 da CETESB - 2015) e 80 m³/ha tiveram comportamentos semelhantes entre si em T_0 e T_{31} , não ocorrendo incrementos significativos nos lixiviados, que em alguns casos se mantiveram em valores inferiores aos obtidos nas amostras coletadas na coluna testemunho. Assim, para

estas doses, o solo da Formação Rio Claro apesar de ser arenoso, que resulta em uma baixa a média capacidade de troca de cátions, apresentou elevado poder de retenção, visto que as concentrações detectadas nos lixiviados destas amostras, se comparadas com a da vinhaça influente, não apresentaram grandes perdas. Porém, com a aplicação das doses de 400 e 800 m³/ha nota-se uma queda progressiva na capacidade de retenção do solo e, conseqüente, aumento nas concentrações dos efluentes, fator este que pode comprometer a qualidade das águas subterrâneas pelo aporte dos íons lixiviados.

- **Cloreto e Sulfato**

As Figuras 34 e 36 apresentam os valores médios obtidos para as concentrações de cloreto e sulfato, respectivamente, nos dois volumes percolados coletados das colunas com as diferentes doses de vinhaça; enquanto as Figuras 35 e 37 apresentam os valores médios das massas equivalentes de cloreto e sulfato, respectivamente, presentes nas doses de vinhaça aplicadas em cada coluna (vinhaça influente) e nos seus efluentes correspondentes ao Primeiro (T₀) e ao Segundo (T₃₁) volume percolado, adicionalmente, também são apresentadas as porcentagens de retenção de cloreto e sulfato nas colunas após a percolação de T₀ e T₃₁, calculadas com base na estimativa das massas existentes em cada coluna ensaiada.

Conforme pode ser observado na Tabela 16 a vinhaça *in natura* apresenta concentrações de cloreto e sulfato muito superiores aos seus VPM da "Tabela de Padrão Organoléptico de Potabilidade" do Ministério da Saúde (2017).

Quanto ao cloreto nos efluentes percolados em T₀ e T₃₁, a avaliação conjunta da Tabela 16 e das Figuras 34 e 35 mostra que nas amostras das colunas com doses de 55, e 80 m³/ha, com conseqüente aporte de 11,97 e 17,36 mg de cloreto (respectivamente), as concentrações detectadas foram muito baixas e estão inferiores as concentrações obtidas para a coluna testemunho, indicando que a aplicação destas doses possivelmente aumentou a capacidade de retenção do solo. Assim, as colunas com as doses de 55 e 80 m³/ha apresentaram altas taxas de retenção, 96,21 e 96,91% (respectivamente), no entanto, com a aplicação das doses de 400 e 800 m³/ha observa-se uma queda drástica nestas taxas que passaram a ser 35,60 e 6,28%, respectivamente; como resultado deste aumento da

lixiviação, a amostra de 800 m³/ha do primeiro volume percolado (T₀) apresentou concentração de cloreto superior ao VPM da "Tabela de Padrão Organoléptico de Potabilidade" do Ministério da Saúde (2017). Observa-se, também, que para a dose de 400 m³/ha o tempo de incubação foi um fator importante gerando um aumento na taxa de lixiviação desta coluna.

Figura 34 - Valores médios da concentração de Cloreto (mg/L) *versus* doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T₀) e no Segundo (T₃₁) volume percolado dos Ensaio 1 a 3.

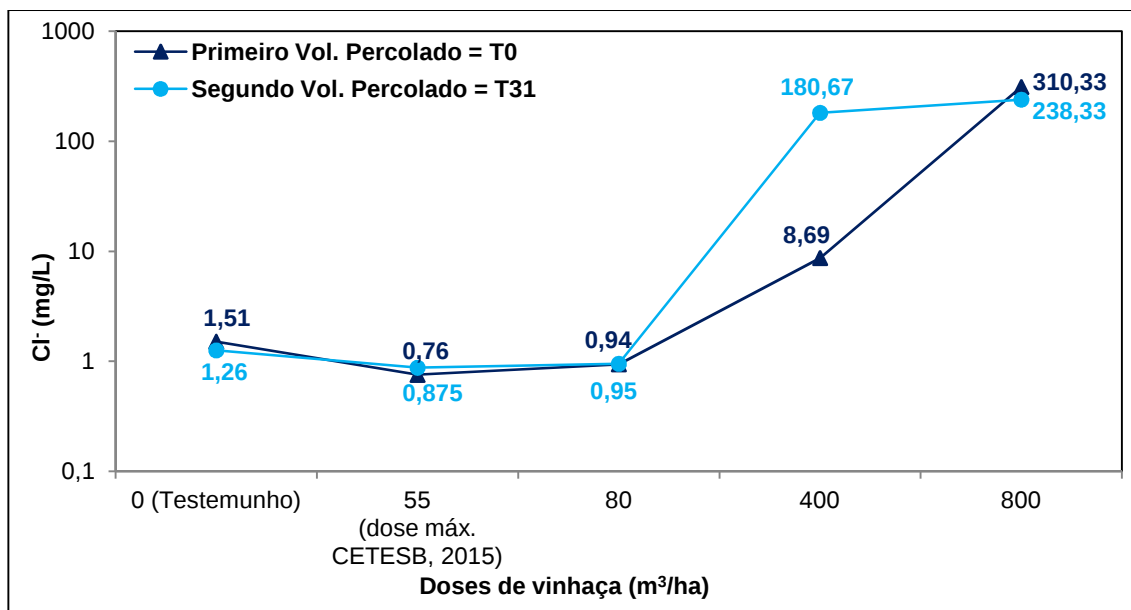
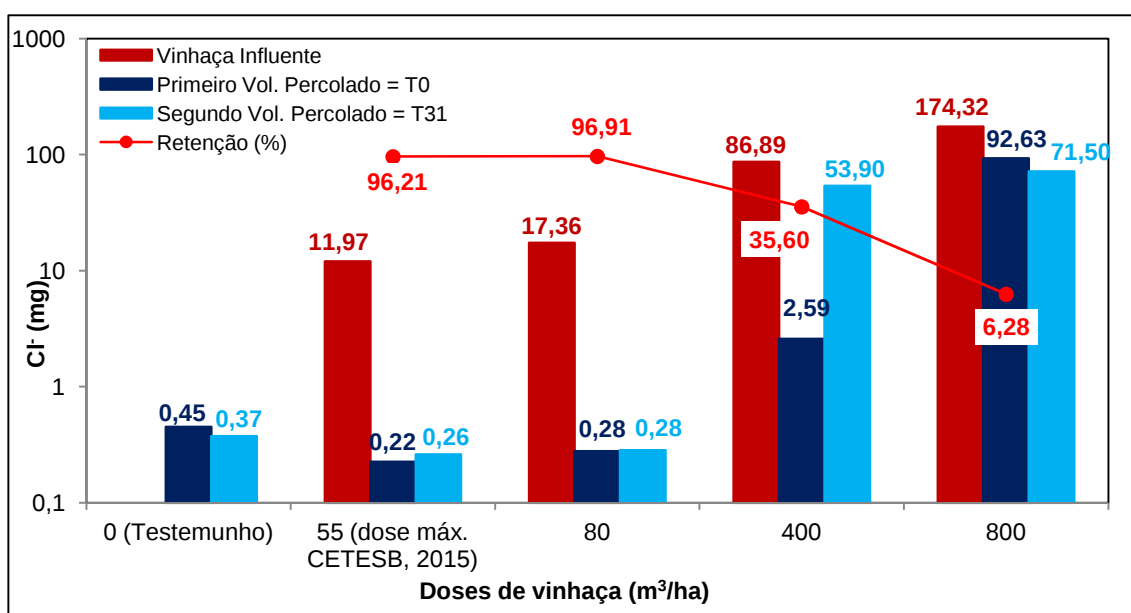


Figura 35 - Valores médios da massa equivalente de Cloreto (mg) na Vinhaça influente (dose de vinhaça aplicada) de cada coluna e nos seus efluentes do Primeiro (T₀) e do Segundo (T₃₁) volume percolado dos Ensaio 1 a 3.



Quanto ao sulfato (Figuras 36 e 37) as taxas de retenção das doses aplicadas foram superiores a 98,86%, desta forma, todas as amostras de percolado apresentaram concentrações muito baixas e inferiores ao VMP (MINISTÉRIO DA SAÚDE, 2017).

Figura 36 - Valores médios da concentração de Sulfato (mg/L) *versus* doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.

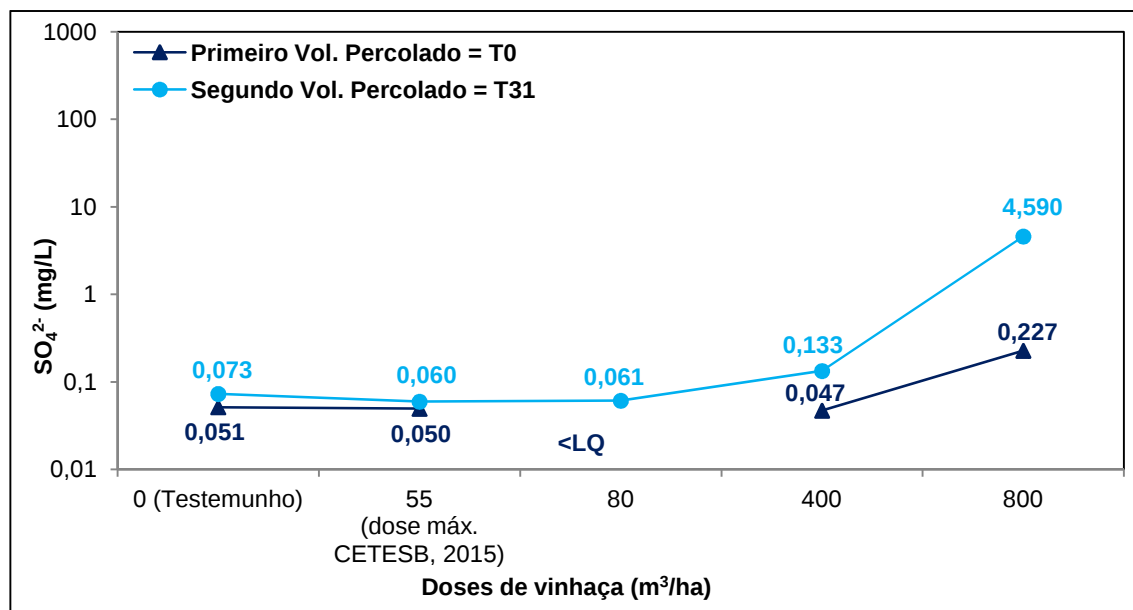
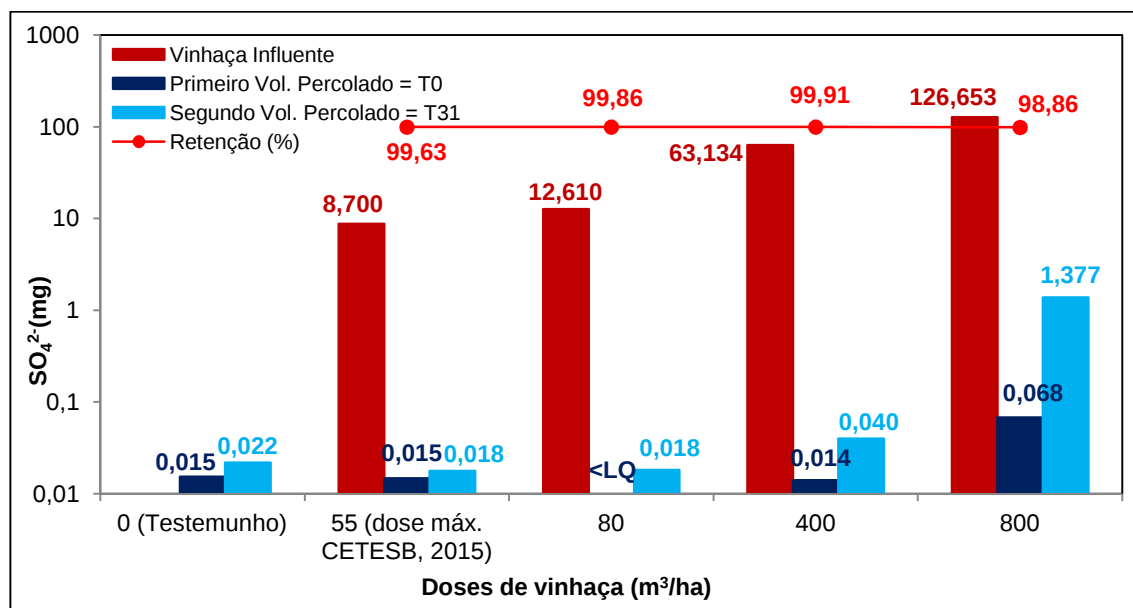


Figura 37 - Valores médios da massa equivalente de Sulfato (mg) na Vinhaça influente (dose de vinhaça aplicada) de cada coluna e nos seus efluentes do Primeiro (T_0) e do Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.



Os resultados da presente pesquisa são corroborados por Hassuda, Rebouças e Cunha (1990), que apresentam que o cloreto possui característica conservativa e, portanto, não sofre reações biológicas e físico-químicas na zona não saturada, isso aliado à sua alta concentração na vinhaça, propicia sua transferência quase direta para os aquíferos; enquanto o sulfato, também presente em altas concentrações na vinhaça, seus baixos teores nas amostras do percolado podem ser atribuídos ao fato deste íon ter uma forte tendência de formar íons e compostos complexos. Devido ao exposto, Gloeden et al. (1991), assim como Hassuda, Rebouças e Cunha (1990), apresentam que o cloreto presente na vinhaça impõe risco à qualidade da água subterrânea, no entanto, com base nos dados apresentados, para as doses de 55 e 80 m³/ha não foram verificados riscos.

- **Brometo e Fósforo**

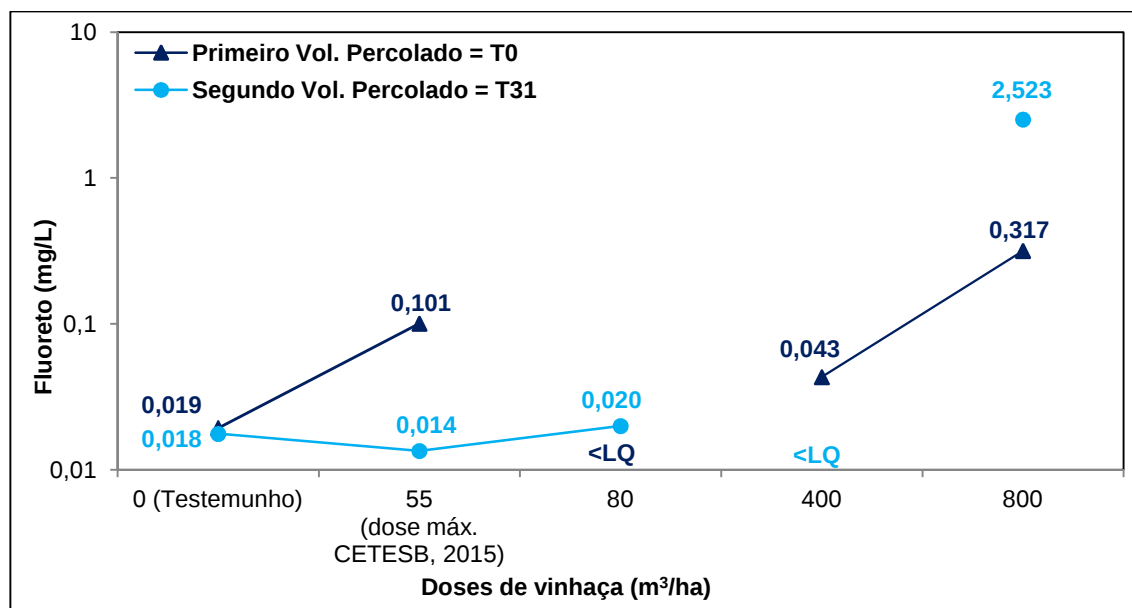
Avaliando a Tabela 16, observa-se que não foram detectadas concentrações de brometo em nenhuma das amostras analisadas. Quanto ao fósforo, a vinhaça apresenta baixa concentração e nas amostras coletadas nas colunas foram detectadas concentrações pouco superiores ao limite de quantificação. Segundo Hassuda, Rebouças e Cunha (1990) o fósforo, além de sua baixa concentração na vinhaça, tem uma forte tendência a formar íons pouco solúveis, o que pode justificar sua baixa concentração no percolado.

- **Fluoreto e Acetato**

As Figuras 38 e 39 apresentam os valores médios obtidos para as concentrações de fluoreto e acetato, respectivamente, nos dois volumes percolados coletados das colunas com as diferentes doses de vinhaça aplicadas.

Conforme pode ser observado na Tabela 16 na vinhaça utilizada não foram detectadas concentrações de fluoreto, no entanto, foram detectadas concentrações (Figura 38) deste ânion em quase todas as amostras de efluentes das colunas, inclusive da coluna testemunho, com destaque para a amostra coletada no segundo volume percolado da coluna com a dose de 800 m³/ha cuja concentração de fluoreto está superior ao VMP da "Tabela de Padrão de Potabilidade para Substâncias Químicas que Representam Risco à Saúde" do Ministério da Saúde (2017).

Figura 38 - Valores médios da concentração de Fluoreto (mg/L) versus doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.



A Figura 40 apresenta os valores médios das massas equivalentes de acetato presentes nas doses de vinhaça aplicadas em cada coluna (vinhaça influente) e nos seus efluentes correspondentes ao Primeiro (T_0) e ao Segundo (T_{31}) volume percolado, adicionalmente, também são apresentadas as porcentagens de retenção de acetato nas colunas após a percolação de T_0 e T_{31} , calculadas com base na estimativa das massas existentes em cada coluna ensaiada.

Quanto ao acetato, a avaliação conjunta das Figuras 39 e 40 mostra que nas colunas com aplicação das doses de 55 e 80 m³/ha, e consequente aporte de 2,59 e 3,75 mg de acetato (respectivamente), os efluentes percolados em T_0 e T_{31} apresentaram concentrações inferiores às obtidas na coluna testemunho, indicando que a aplicação destas doses possivelmente aumentou a capacidade de retenção do solo. Entretanto, nas colunas com as doses de 400 e 800 m³/ha observa-se um aumento nas concentrações dos efluentes, que foi mais acentuado no segundo volume percolado da coluna com dose de 800 m³/ha, cuja massa equivalente lixiviada foi, inclusive, cerca de 2,46 vezes maior que a massa aplicada na coluna.

Figura 39 - Valores médios da concentração de Acetato (mg/L) *versus* doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.

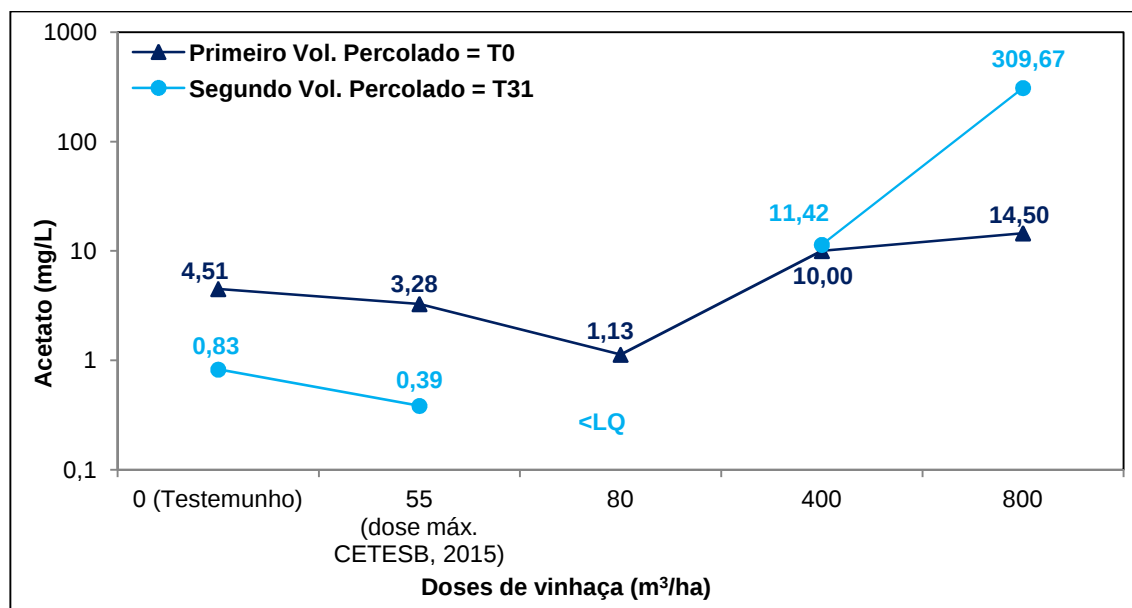
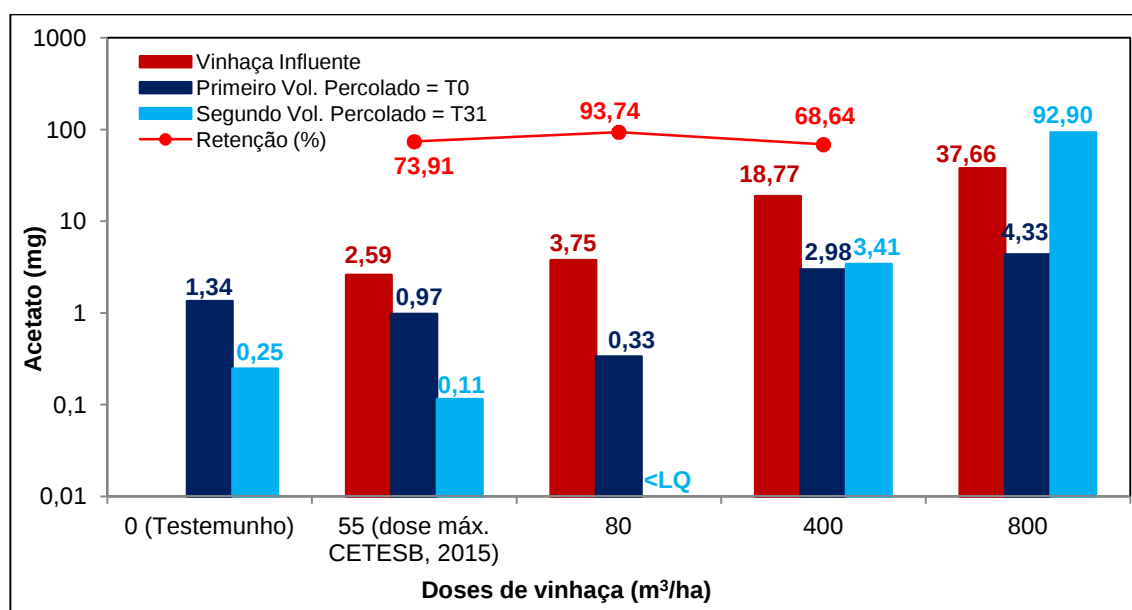


Figura 40 - Valores médios da massa equivalente de Acetato (mg) na Vinhaça influente (dose de vinhaça aplicada) de cada coluna e nos seus efluentes do Primeiro (T_0) e do Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.



- Nitrito (NO_2^-), Nitrato (NO_3^-) e Amônio (NH_4^+)

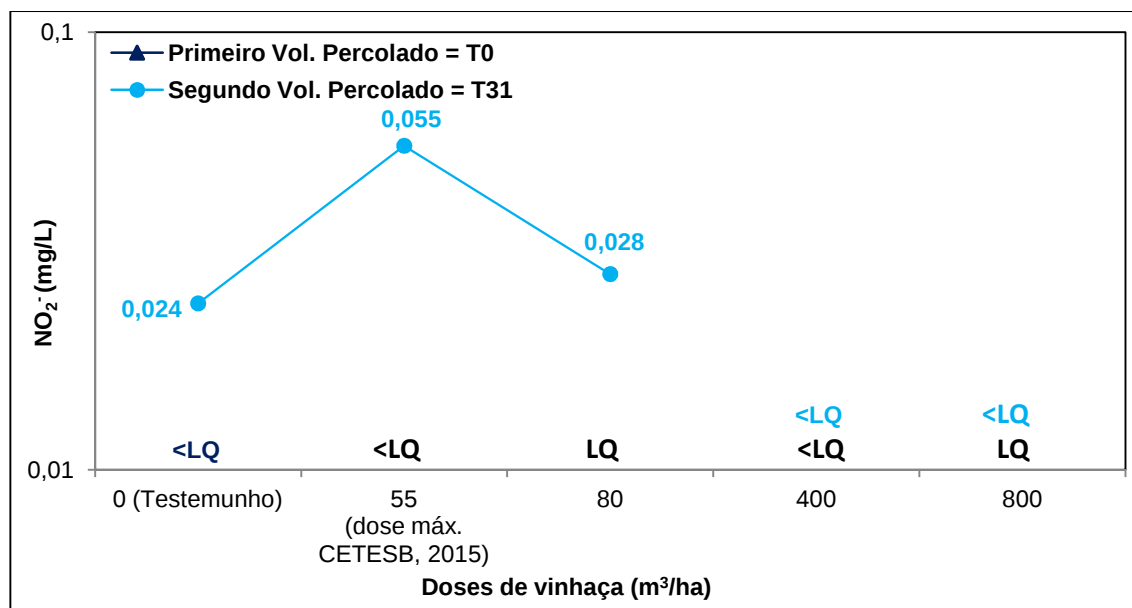
Na Tabela 16 tem-se que na amostra de vinhaça *in natura* o amônio não foi analisado enquanto o nitrito e o nitrato não apresentaram concentrações superiores aos seus limites de quantificação, no entanto, nos percolados das colunas foram detectadas concentrações de nitrito (em algumas amostras de T_{31}) e de nitrato e

amônio (em quase todas as amostras coletadas). Conforme pode ser observado na Tabela 15 o Solo da Formação Rio Claro apresenta altos valores de concentração de nitrogênio total e dos íons nitrato e amônio, que podem ter sido mobilizados gerando estas concentrações nos lixiviados.

As Figuras 41 a 43 apresentam os valores médios obtidos para as concentrações de nitrito, nitrato e amônio, respectivamente, nos dois volumes percolados coletados das colunas com as diferentes doses de vinhaça aplicadas.

Conforme pode ser observado na Figura 41, quanto ao nitrito, foram detectadas concentrações apenas nas amostras coletadas no segundo volume percolado das colunas com doses de 0, 55 e 80 m³/ha, no entanto, estas concentrações são pouco superiores ao limite de quantificação (LQ=0,020). Segundo Hassuda, Rebouças e Cunha (1990), em ambientes normais o nitrito é uma forma muito instável e logo é nitrificado para Nitrato.

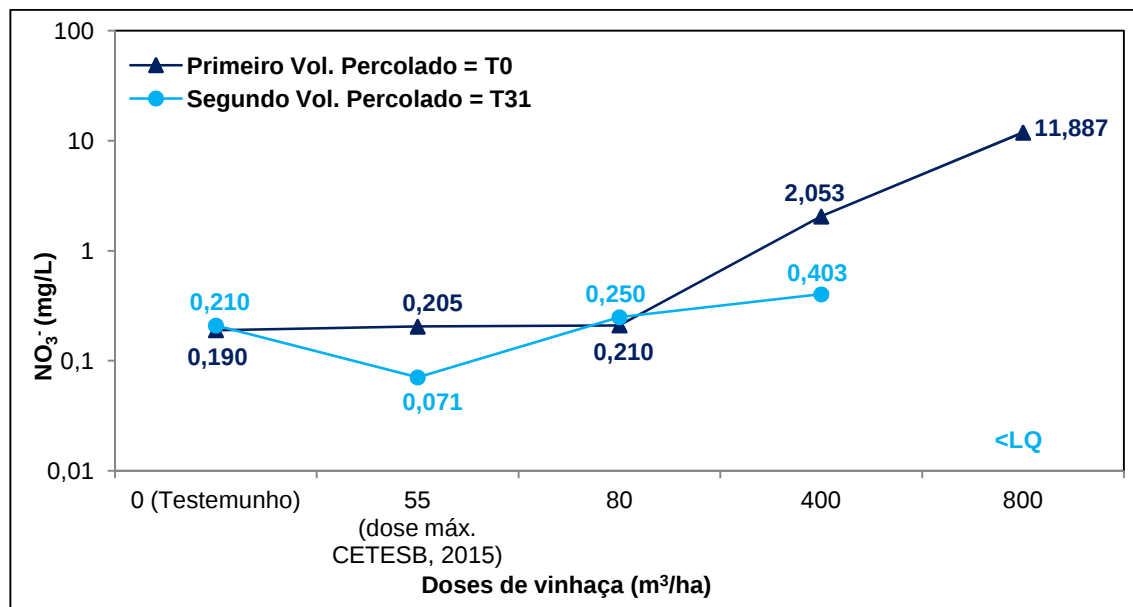
Figura 41 - Valores médios da concentração de Nitrito (mg/L) *versus* doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T₀) e no Segundo (T₃₁) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.



Quanto ao nitrato (Figura 42) tem-se que: nas colunas com aplicação das doses de 55 e 80 m³/ha os efluentes percolados em T₀ e T₃₁ apresentaram concentrações similares às obtidas na coluna testemunho; nas colunas com as doses de 400 e 800 m³/ha observa-se que em T₀ houve um aumento nas concentrações dos seus efluentes (que foi mais acentuado na dose de 800 m³/ha), no entanto, em T₃₁ as concentrações dos efluentes destas colunas reduziram

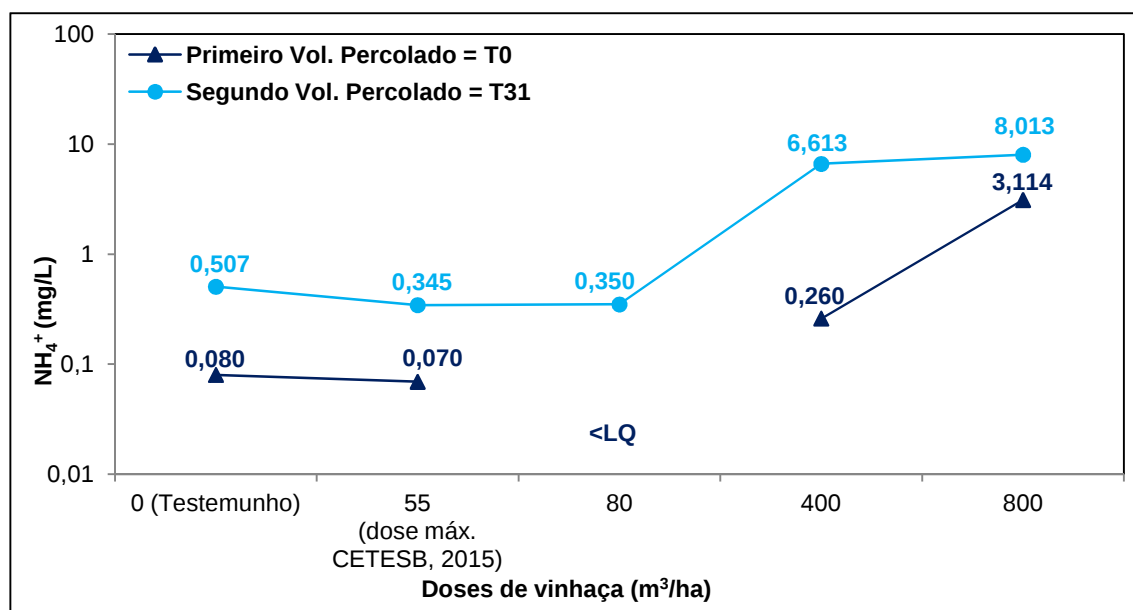
drasticamente, não sendo detectadas concentrações no efluente da dose de 800 m^3/ha .

Figura 42 - Valores médios da concentração de Nitrato (mg/L) *versus* doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.



Quanto ao amônio (Figura 43) em T_0 e T_{31} as concentrações detectadas nos efluentes das colunas com as doses de 55 e 80 m^3/ha apresentam-se inferiores às obtidas na coluna testemunho, no entanto, a partir da dose de 400 m^3/ha , observa-se um incremento das concentrações que foi ainda mais elevado no segundo volume percolado, ou seja, após os 31 dias de incubação.

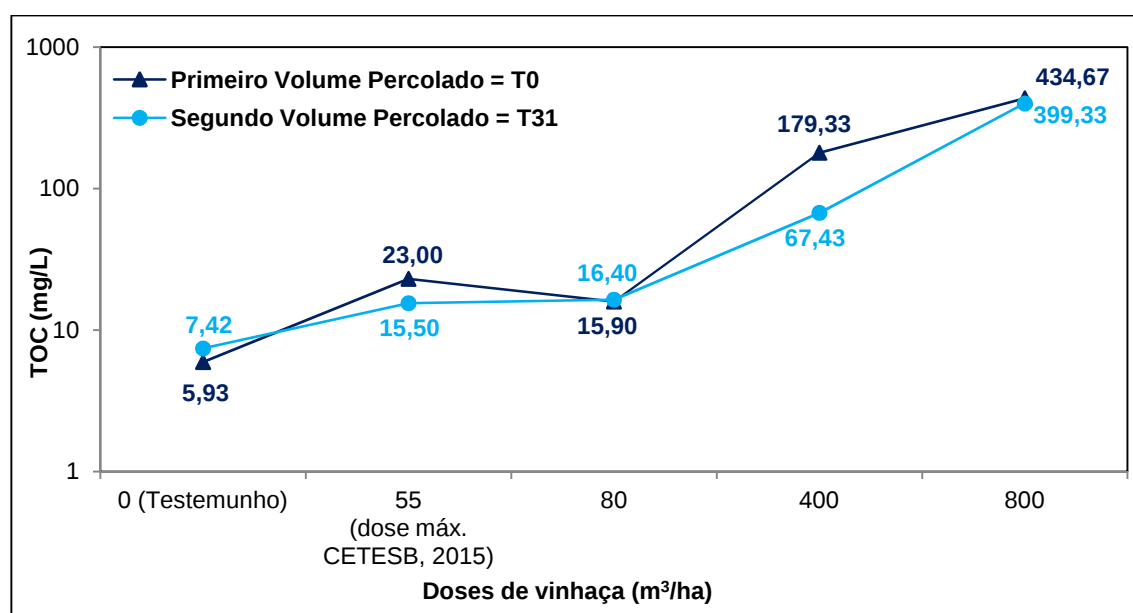
Figura 43 - Valores médios da concentração de Amônio (mg/L) *versus* doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.



8.2.3.4 Carbono Orgânico Total (TOC)

A Figura 44 apresenta os valores médios obtidos para as concentrações de carbono orgânico total nos percolados coletados das colunas com as diferentes doses de vinhaça aplicadas enquanto na Figura 45 estão apresentados os valores médios das massas equivalentes de TOC presentes nas doses de vinhaça aplicadas em cada coluna (vinhaça influente) e nos seus efluentes correspondentes ao Primeiro (T_0) e ao Segundo (T_{31}) volume percolado, adicionalmente, também são apresentadas as porcentagens de retenção de TOC nas colunas após a percolação de T_0 e T_{31} , calculadas com base na estimativa das massas existentes em cada coluna ensaiada.

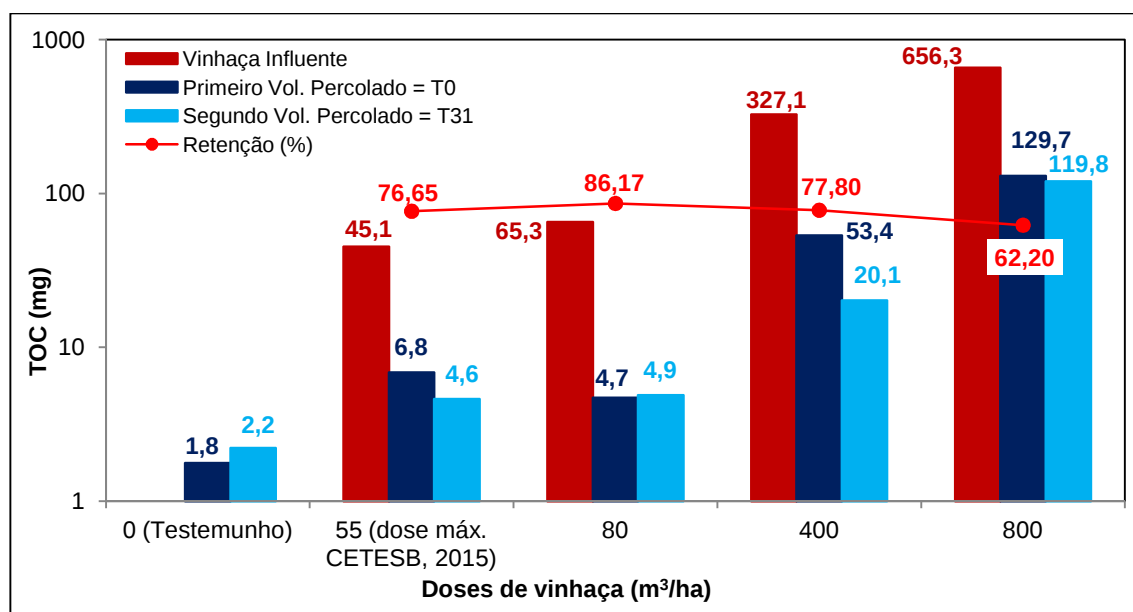
Figura 44 - Valores médios da concentração de TOC (mg/L) *versus* doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.



Conforme pode ser observado na Figura 44, no primeiro volume percolado as concentrações obtidas nas colunas com as doses de 55 e 80 m³/ha apresentaram valores similares entre si e superiores aos obtidos na coluna sem vinhaça, entretanto, a partir da dose de 400 m³/ha houve um incremento acentuado e progressivo destas concentrações. As amostras coletadas após 31 dias de incubação mantiveram o mesmo comportamento, diferenciando apenas pelas concentrações que, em geral, foram mais baixas que em T_0 , o que talvez possa ser explicado pela diluição gerada pela lixiviação do primeiro volume de vazios.

De uma forma geral, observa-se que, comparando com a coluna testemunho, a aplicação de vinhaça gerou um aumento nas concentrações de TOC nos percolados de todas as doses ensaiadas, no entanto, conforme Figura 45, mesmo havendo um maior incremento nas concentrações obtidas nos efluentes das colunas com as doses de 400 e 800 m³/ha, estas colunas apresentaram taxas de retenção relativamente elevadas (77,80 e 62,20%, respectivamente). Hassuda, Rebouças e Cunha (1990), em análises de água subterrânea coletadas em piezômetros instalados em área com solo fertilizado com vinhaça, atribuem que os valores relativamente altos de TOC na água refletem a alta concentração da matéria orgânica na vinhaça.

Figura 45 - Valores médios da massa equivalente de TOC (mg) na Vinhaça influente (dose de vinhaça aplicada) de cada coluna e nos seus efluentes do Primeiro (T₀) e do Segundo (T₃₁) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.



8.2.3.5 Metais

Na Tabela 17 constam os valores médios dos resultados analíticos dos metais e os seus respectivos valores de potabilidade e de referência ambiental que serão discutidos a seguir.

- **Lítio, Berílio, Cádmio e Molibdênio e Chumbo**

Com avaliação da Tabela 17 tem-se que nas amostras analisadas não foram detectadas concentrações superiores aos limites de quantificação dos seguintes metais: lítio, berílio, cádmio e molibdênio. Quanto ao Chumbo, na amostra de vinhaça *in natura*, que foi aplicada nos ensaios, sua concentração está superior ao VMP da "Tabela de Padrão de Potabilidade para Substâncias Químicas que Representam Risco à Saúde" do Ministério da Saúde (2017) e ao VI estabelecido pela CETESB (2016), no entanto, nas demais amostras, não foram quantificadas concentrações de Chumbo.

- **Cobalto, Cobre, Níquel, Cromo, Estanho e Vanádio**

Os dados da Tabela 17 mostram que foram detectadas concentrações de cobalto, cobre e níquel apenas na vinhaça *in natura* e em algumas das amostras coletadas nas colunas com as doses de 400 e 800 m³/ha, no entanto, estas concentrações estão inferiores aos seus respectivos padrões de referência - VMP (MINISTÉRIO DA SAÚDE, 2017) e VI (CETESB, 2016).

Os metais cromo, estanho e vanádio (Tabela 17) apresentaram concentrações apenas na amostra de vinhaça *in natura*, estando abaixo do limite de quantificação nas demais amostras. Salienta-se que a concentração de cromo na vinhaça encontra-se abaixo do seu VMP (MINISTÉRIO DA SAÚDE, 2017) e seu VI (CETESB, 2016).

• Estrôncio

A Figura 46 apresenta os valores médios obtidos para as concentrações de estrôncio nos percolados coletados das colunas com as diferentes doses de vinhaça. Na Figura 47 estão apresentados os valores médios das massas equivalentes de estrôncio presentes nas doses de vinhaça aplicadas em cada coluna (Vinhaça influente) e nos seus efluentes correspondentes ao Primeiro (T_0) e ao Segundo (T_{31}) volume percolado, adicionalmente, também são apresentadas as porcentagens de retenção de estrôncio nas colunas após a percolação de T_0 e T_{31} , calculadas com base na estimativa das massas existentes em cada coluna ensaiada.

A avaliação da Tabela 17 e da Figura 46 mostra que foram detectadas concentrações de estrôncio apenas na amostra de vinhaça *in natura* e nas amostras de efluentes das colunas com as doses de 400 e 800 m³/ha (de T_0 e T_{31}). Assim, conforme pode ser visto na Figura 47, para as doses de 55 e 80 m³/ha as taxas de retenção foram de 100%, entretanto, para as doses de 400 e 800 m³/ha observa-se uma queda drástica na capacidade de retenção do solo, que passa a ter taxas de retenção de 41,52 e 30,57 %, respectivamente.

Figura 46 - Valores médios da concentração de Estrôncio (mg/L) versus doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.

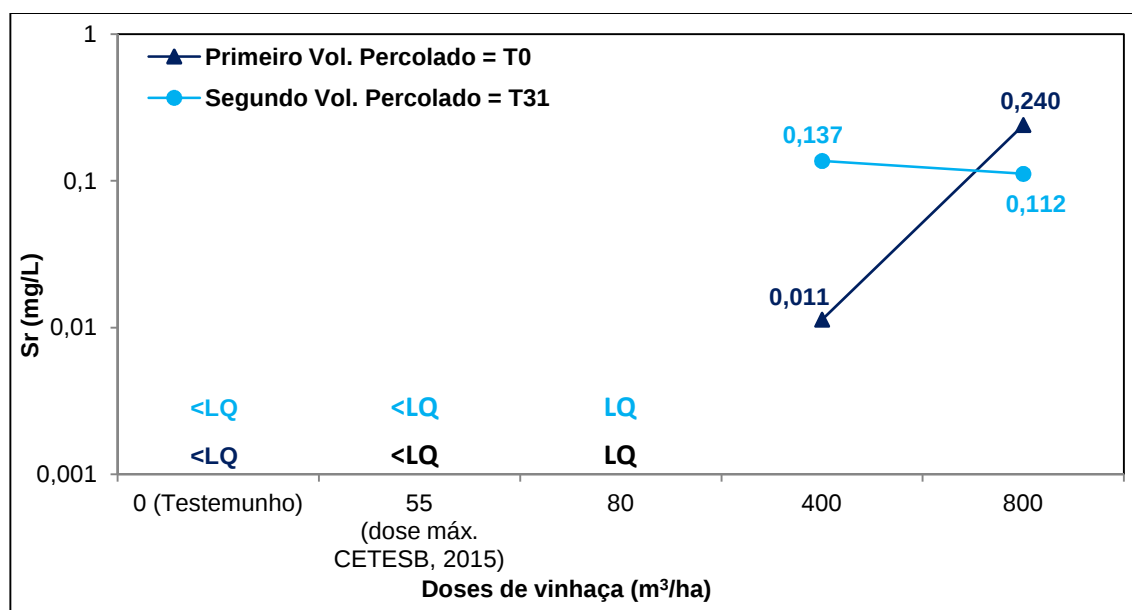
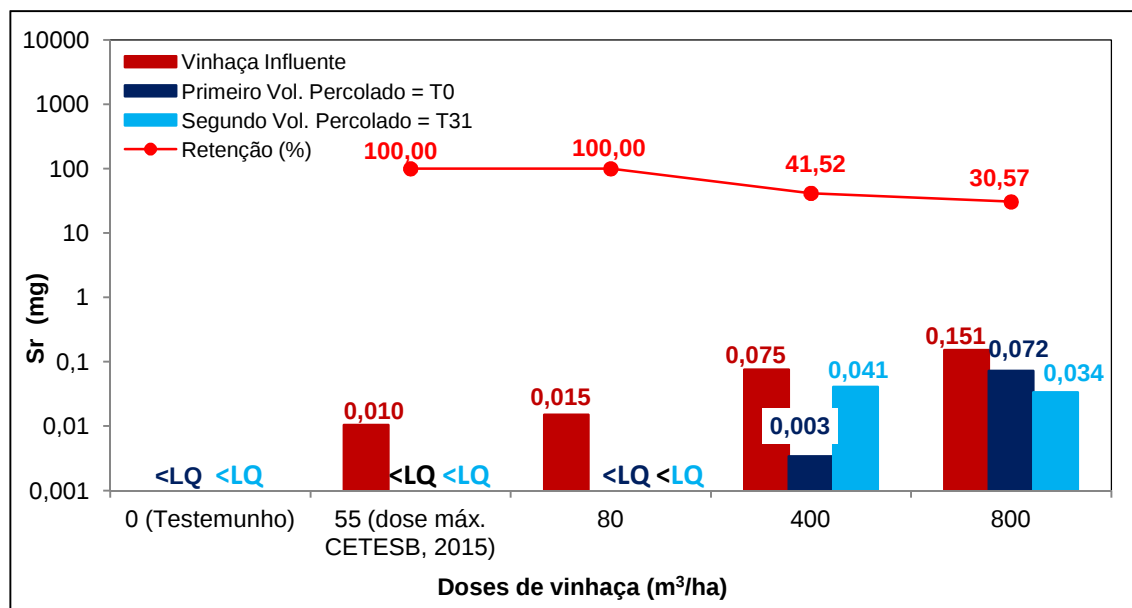


Figura 47 - Valores médios da massa equivalente de Estrôncio (mg) na Vinhaça influente (dose de vinhaça aplicada) de cada coluna e nos seus efluentes do Primeiro (T_0) e do Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.



- Alumínio, Bário, Manganês, Zinco e Ferro**

As Figuras 48, 50, 52, 54 e 56 apresentam os valores médios obtidos para as concentrações de Al, Ba, Mn, Zn e Fe, respectivamente, nos dois volumes percolados coletados das colunas com as diferentes doses de vinhaça aplicadas. As Figuras 49, 51, 53, 55 e 57 apresentam os valores médios das massas específicas equivalentes de Al, Ba, Mn, Zn e Fe, respectivamente, presentes nas doses de vinhaça aplicadas em cada coluna (vinhaça influente) e nos seus efluentes correspondentes ao Primeiro (T_0) e ao Segundo (T_{31}) volume percolado, adicionalmente, também são apresentadas as respectivas porcentagens de retenção nas colunas após a percolação de T_0 e T_{31} , calculadas com base na estimativa das respectivas massas existentes em cada coluna ensaiada.

Quanto alumínio, a avaliação conjunta das Figuras 48 e 49 mostra que nas amostras de efluentes das colunas com as doses de 55, e 80 m³/ha, e consequente aporte de 0,004 e 0,006 mg de alumínio (respectivamente), as concentrações detectadas foram inferiores as obtidas nas amostras (T_0 e T_{31}) da coluna testemunho, indicando que a aplicação destas doses possivelmente aumentou a capacidade de retenção do solo. Conforme pode ser observado na Figura 49, a partir da dose de 400 m³/ha houve uma queda abrupta da taxa de retenção, tendo

sido lixiviada toda a dose aplicada. Salienta-se que, embora o alumínio tenha sido detectado em todas as amostras (Tabela 17), apresentou concentrações superiores ao VPM da "Tabela de Padrão Organoléptico de Potabilidade" do Ministério da Saúde (2017) apenas nas amostras de vinhaça *in natura* e nas amostras coletadas da coluna com a dose de 400 m³/ha em T₃₁ e da coluna com a dose de 800 m³/ha em T₀.

Figura 48 - Valores médios da concentração de Alumínio (mg/L) *versus* doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T₀) e no Segundo (T₃₁) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.

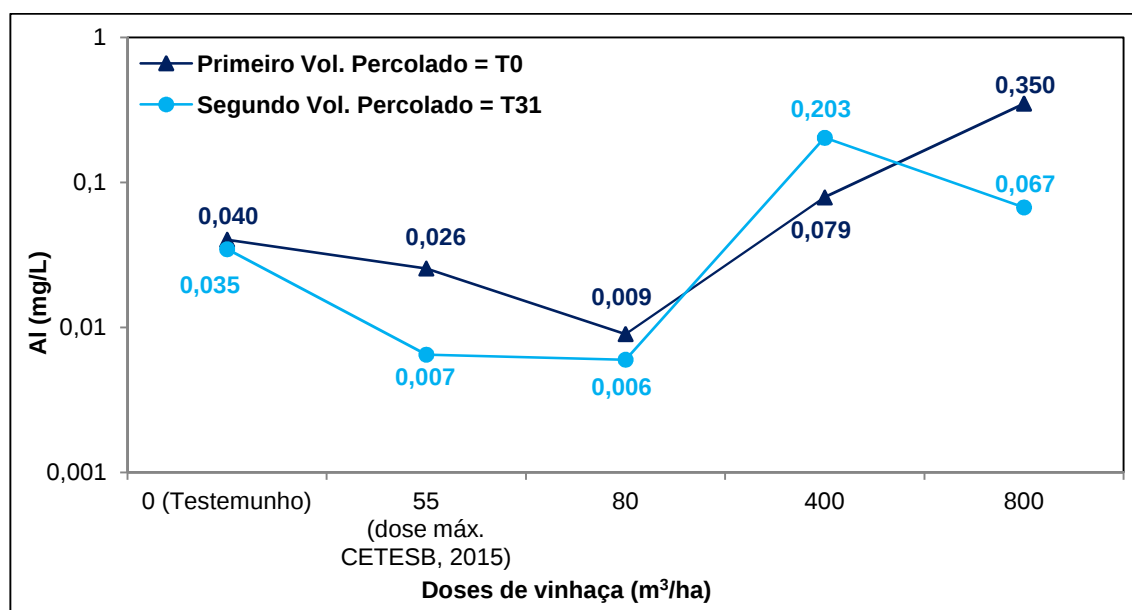
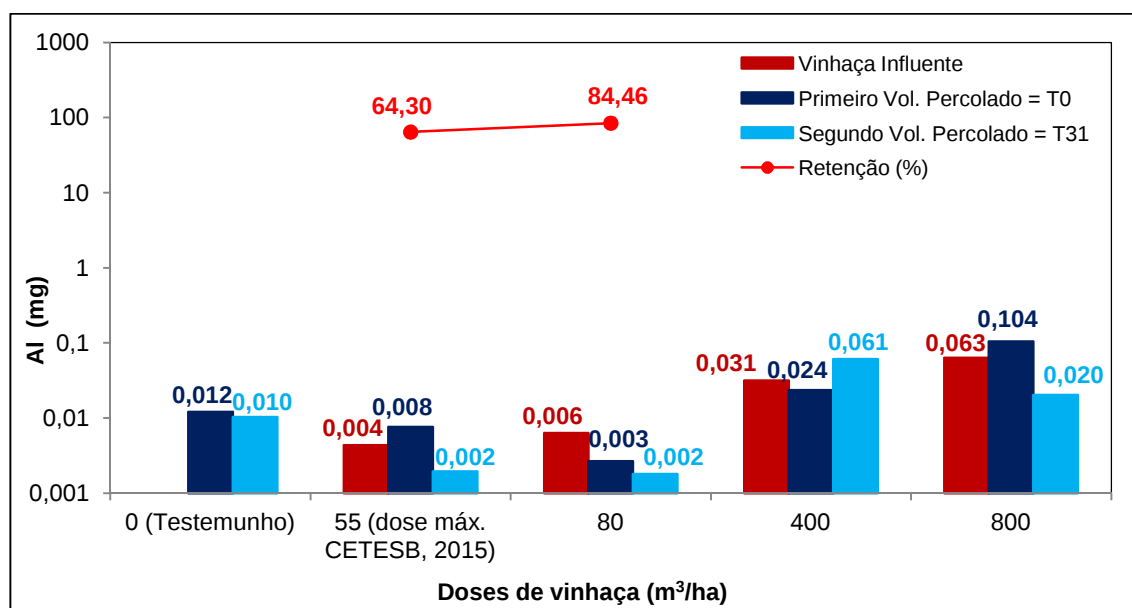
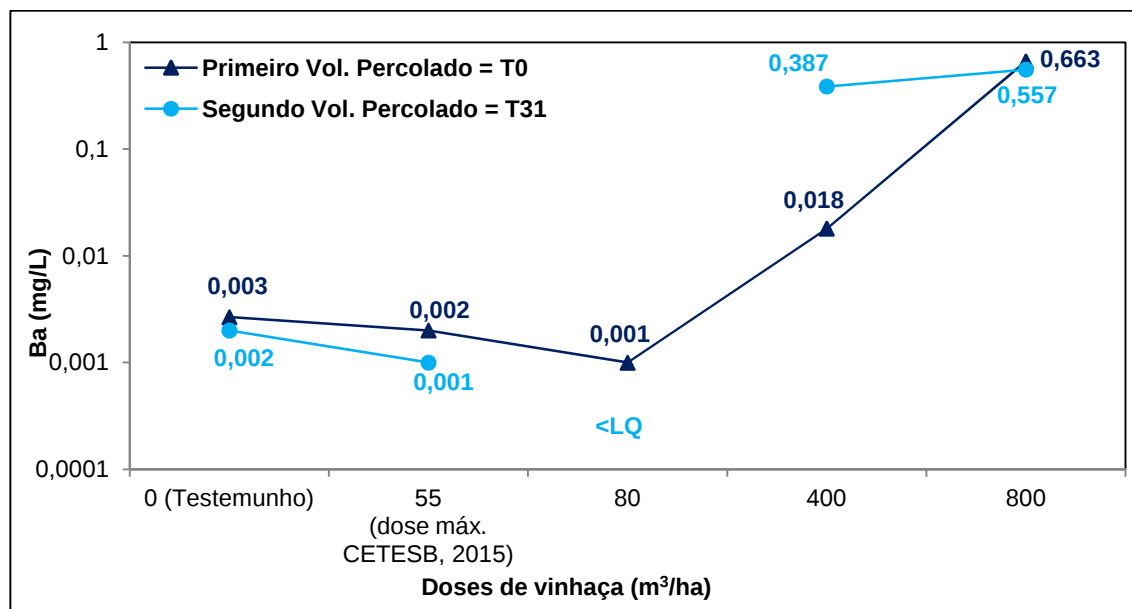


Figura 49 - Valores médios da massa equivalente de Alumínio (mg) na Vinhaça influente (dose de vinhaça aplicada) de cada coluna e nos seus efluentes do Primeiro (T₀) e do Segundo (T₃₁) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.



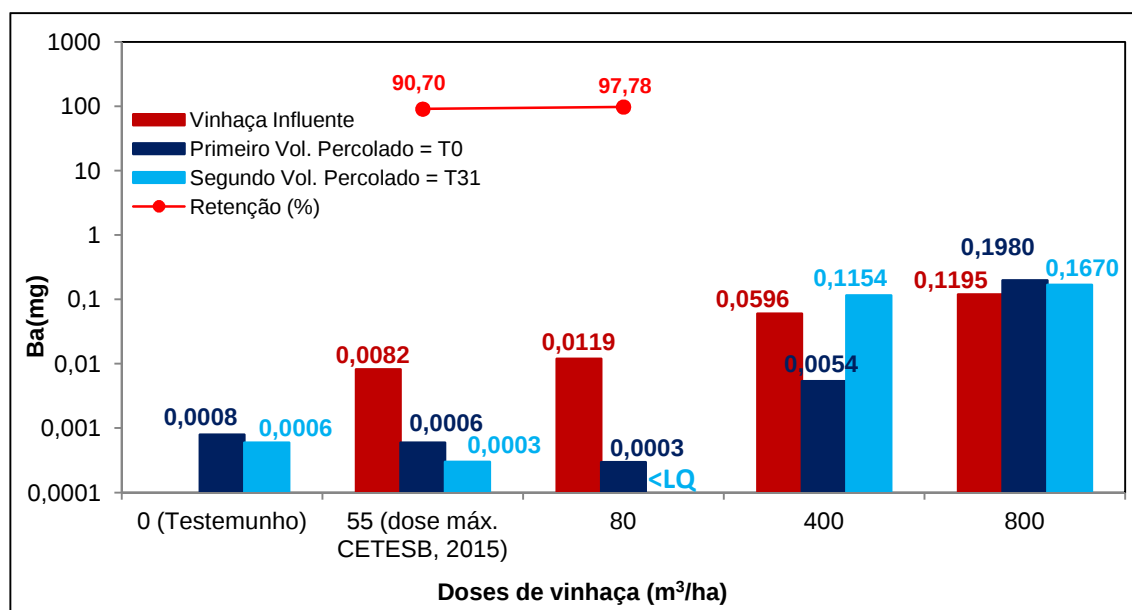
Quanto ao bário (Figura 50), assim como observado para o alumínio, as concentrações detectadas nas amostras das colunas com as doses de 55 e 80 m³/ha estão inferiores às detectadas na coluna testemunho.

Figura 50 - Valores médios da concentração de Bário (mg/L) *versus* doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T₀) e no Segundo (T₃₁) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.



A análise da Figura 51 mostra que nas colunas com as doses de 55 e 80 m³/ha as taxas de retenção de bário foram elevadas (90,70 e 97,78%, respectivamente), no entanto, nas colunas com as doses de 400 e 800 m³/ha as massas de bário lixiviadas foram superiores à soma do *background* com as respectivas massas aplicadas nestas doses. Conforme apresentado na Tabela 17, a concentração de bário detectada na amostra de vinhaça *in natura* apresentou valor superior ao VMP da "Tabela de Padrão de Potabilidade para Substâncias Químicas que Representam Risco à Saúde" do Ministério da Saúde (2017) e ao VI estabelecido pela CETESB (2016), no entanto, nas demais amostras, as concentrações de Bário apresentaram valores inferiores aos referidos VPM e VI.

Figura 51 - Valores médios da massa equivalente de Bário (mg) na Vinhaça influente (dose de vinhaça aplicada) de cada coluna e nos seus efluentes do Primeiro (T_0) e do Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.



Quanto ao manganês (Figuras 52 e 53), de forma similar ao observado para o alumínio e bário, as concentrações detectadas nos efluentes percolados das colunas com as doses de 55 e 80 m³/ha estão um pouco inferiores as detectadas na coluna testemunho, no entanto, com a aplicação das doses de 400 e 800 m³/ha, ocorre uma queda abrupta na taxa de retenção, passando a predominar apenas lixiviação. Como resultado deste incremento na taxa de lixiviação, nas amostras das colunas com as doses de 400 e 800 m³/ha (de T_0 e T_{31}), assim como na amostra de vinhaça *in natura*, as concentrações de manganês estão superiores ao VPM da "Tabela de Padrão Organoléptico de Potabilidade" do Ministério da Saúde (2017).

Figura 52 - Valores médios da concentração de Manganês (mg/L) *versus* doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.

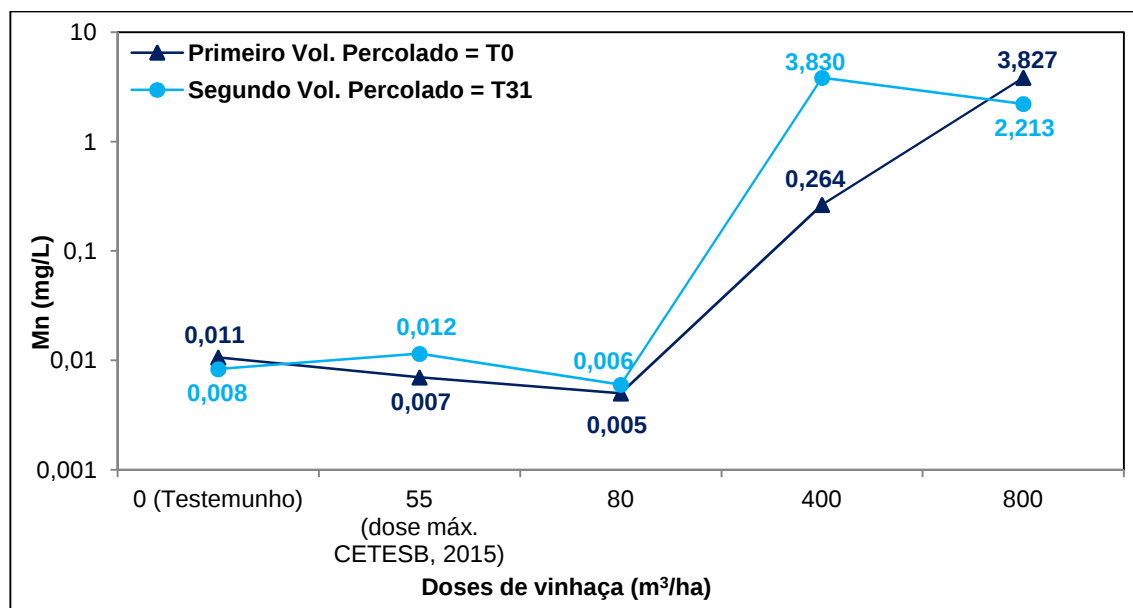
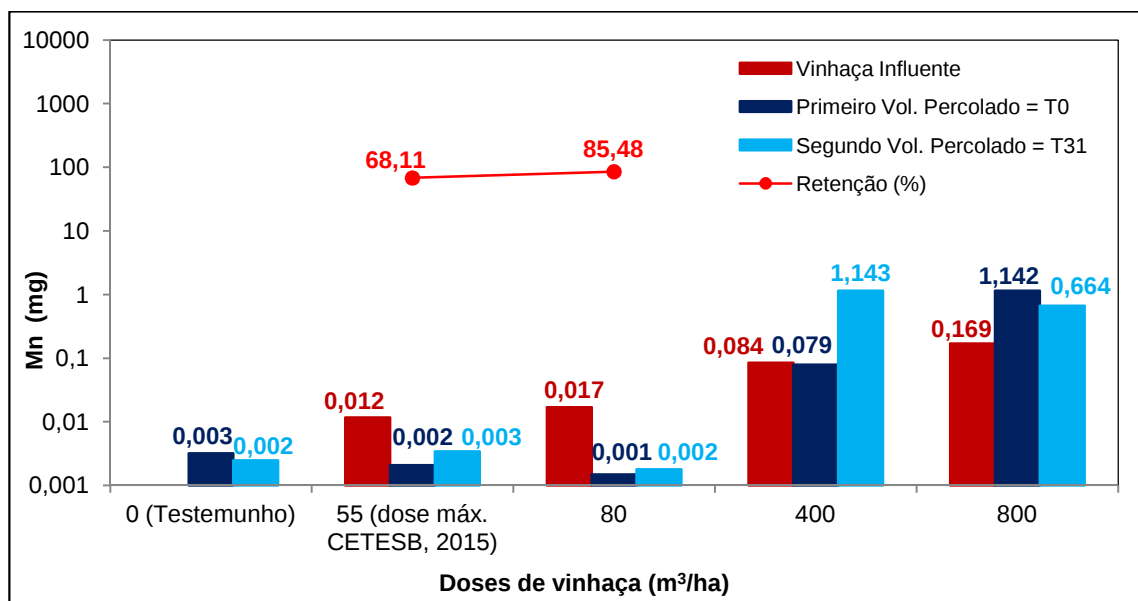


Figura 53 - Valores médios da massa equivalente de Manganês (mg) na Vinhaça influente (dose de vinhaça aplicada) de cada coluna e nos seus efluentes do Primeiro (T_0) e do Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.



O zinco (Tabela 17 e Figuras 54 e 55) apresentou concentrações em todas as amostras, estando superiores ao VI (CETESB, 2016) apenas nas amostras referentes às doses de 400 e 800 m³/ha do segundo volume percolado que apresentaram um incremento considerável nos teores deste metal estando suas concentrações, inclusive, superiores às da vinhaça *in natura*. Salienta-se que, de uma forma geral, seu comportamento foi similar ao do alumínio, bário e manganês.

Figura 54 - Valores médios da concentração de Zinco (mg/L) *versus* doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T₀) e no Segundo (T₃₁) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.

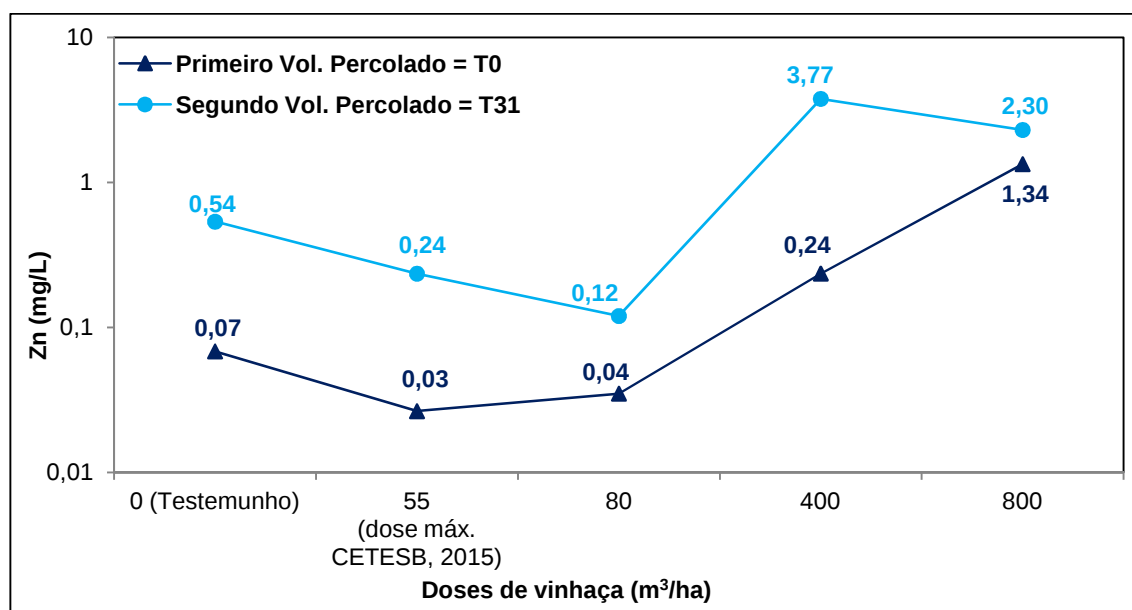
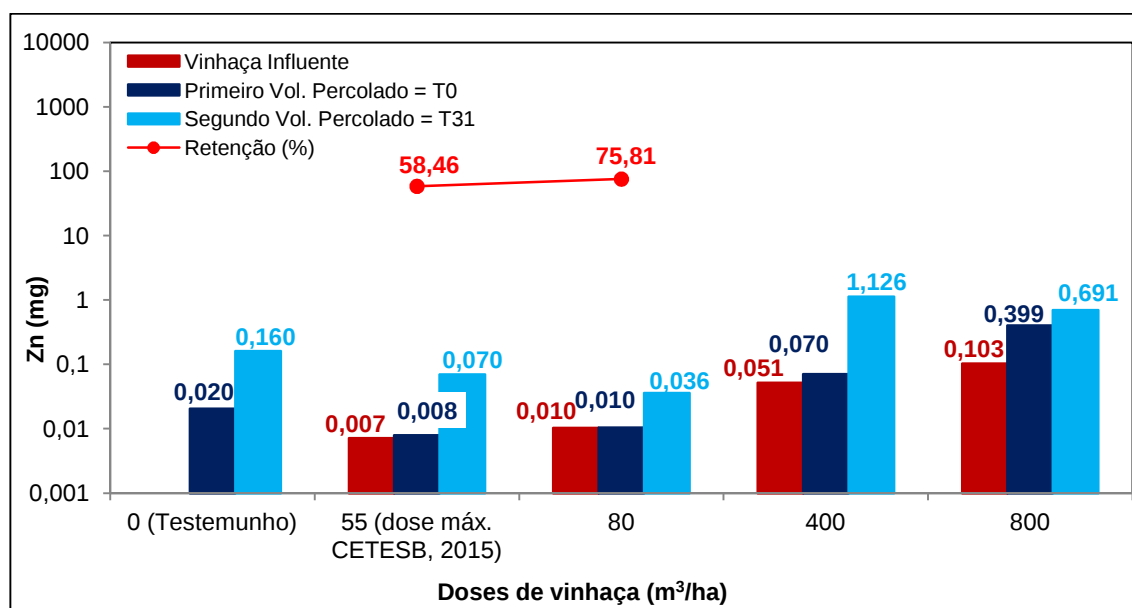


Figura 55 - Valores médios da massa equivalente de Zinco (mg) na Vinhaça influente (dose de vinhaça aplicada) de cada coluna e nos seus efluentes do Primeiro (T₀) e do Segundo (T₃₁) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.



O ferro (Figuras 56 e 57), não foi detectado em todas as amostras, mas de forma similar ao Zinco, observa-se um incremento de seu teor na amostra referente à dose de 800 m³/ha do segundo volume percolado que apresentou concentração superior a da vinhaça *in natura*.

Figura 56 - Valores médios da concentração de Ferro (mg/L) *versus* doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T₀) e no Segundo (T₃₁) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.

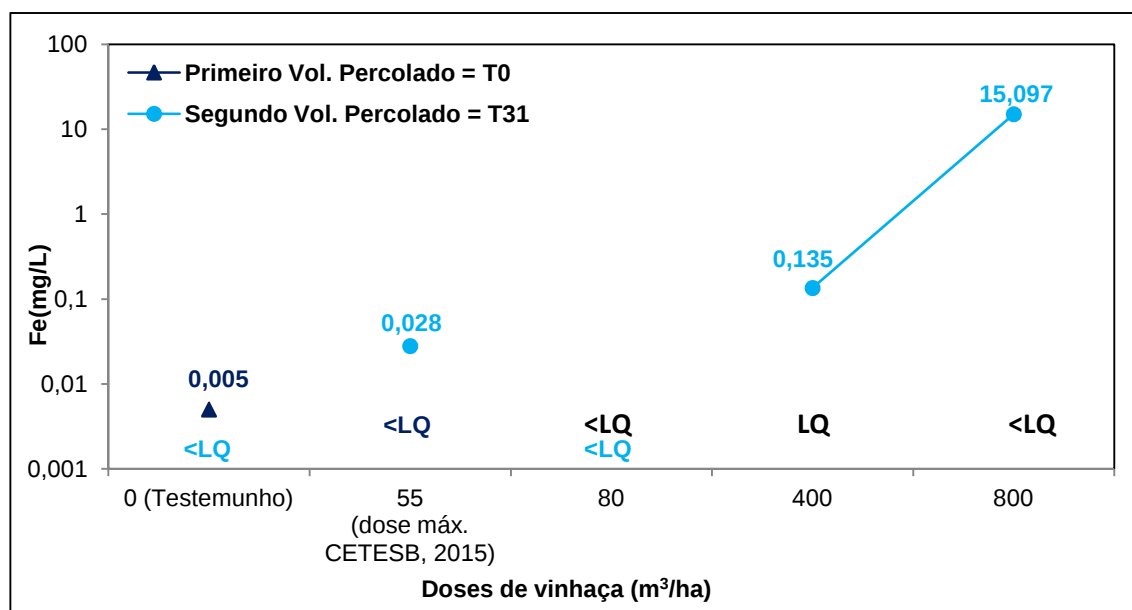
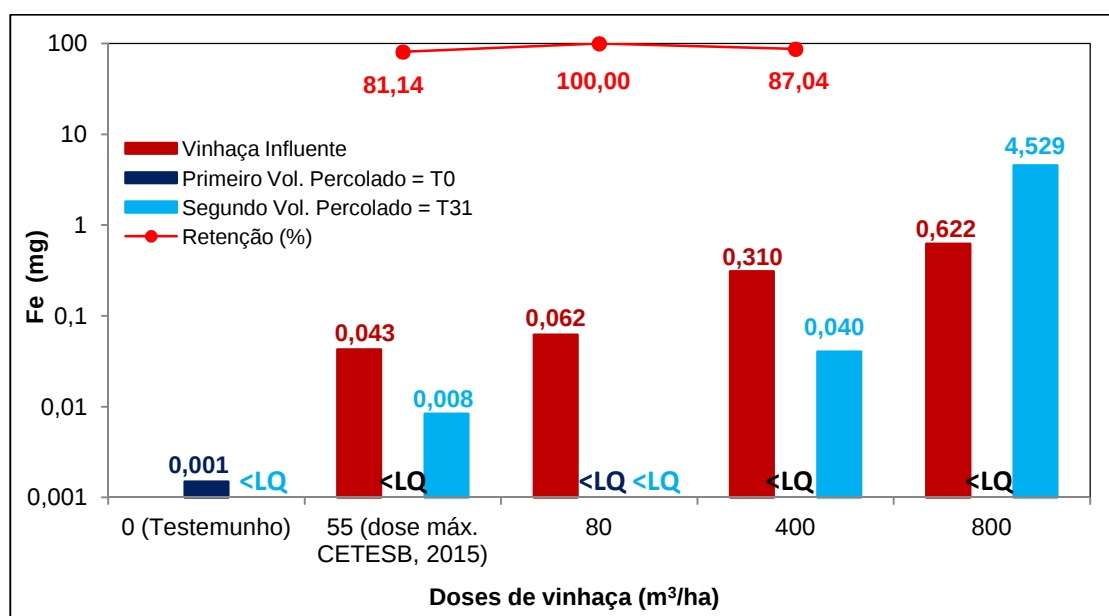


Figura 57 - Valores médios da massa equivalente de Ferro (mg) na Vinhaça influente (dose de vinhaça aplicada) de cada coluna e nos seus efluentes do Primeiro (T₀) e do Segundo (T₃₁) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.



De uma forma geral, os resultados obtidos para os metais alumínio, bário, manganês, zinco e ferro indicam que com a aplicação das doses de 55 e 80 m³/ha o solo arenoso da Formação Rio Claro apresentou um aumento na capacidade de retenção do solo. Entretanto, com a aplicação de doses elevadas como as de 400 e 800 m³/ha observa-se uma queda abrupta nas taxas de retenção, ocorrendo predomínio de lixiviação e, conseqüentemente, possível comprometimento da qualidade das águas subterrâneas, conforme constatado pela ocorrência de concentrações superiores aos padrões de qualidade ambiental adotados.

Salienta-se que, quanto às concentrações anômalas de alumínio, bário, manganês, zinco e ferro detectadas nos efluentes das colunas com as doses de 400 e 800 m³/ha, uma possível explicação seria a mobilização destes metais do solo, que nas condições sem vinhaça não foram lixiviados.

8.2.3.6 Sílica (SiO₂)

O composto químico dióxido de silício, também conhecido como sílica, é um dos óxidos mais abundantes na crosta terrestre, dentre suas formas cristalinas é encontrado como quartzo, mineral presente na constituição do solo estudado (Tabela 11).

A Figura 58 apresenta os valores médios obtidos para as concentrações de sílica nos percolados coletados das colunas com as diferentes doses de vinhaça. Na Figura 59 estão apresentados os valores médios das massas equivalentes de sílica presentes nas doses de vinhaça aplicadas em cada coluna (vinhaça influente) e nos seus efluentes correspondentes ao Primeiro (T₀) e ao Segundo (T₃₁) volume percolado, adicionalmente, também são apresentadas as porcentagens de retenção de sílica nas colunas após a percolação de T₀ e T₃₁, calculadas com base na estimativa das massas existentes em cada coluna ensaiada.

Conforme pode ser observado na Figura 58, em T₀ as concentrações obtidas nos efluentes das colunas com as doses de 0, 55 e 80 m³/ha apresentaram valores similares, no entanto, a partir da dose de 400 m³/ha houve um incremento destas concentrações; em T₃₁, nota-se que as concentrações de sílica obtidas nas amostras de todas as colunas foram superiores às obtidas em T₀. Na Figura 59, tem-se que, dadas às baixas taxas de retenção (que oscilou entre 2,49 e 24,72%,

não apresentando tendência clara com as doses aplicadas), praticamente toda a sílica presente na dose aplicada foi lixiviada.

Figura 58 - Valores médios da concentração de Sílica (mg/L) *versus* doses de vinhaça aplicadas - valores obtidos no Primeiro (T_0) e no Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.

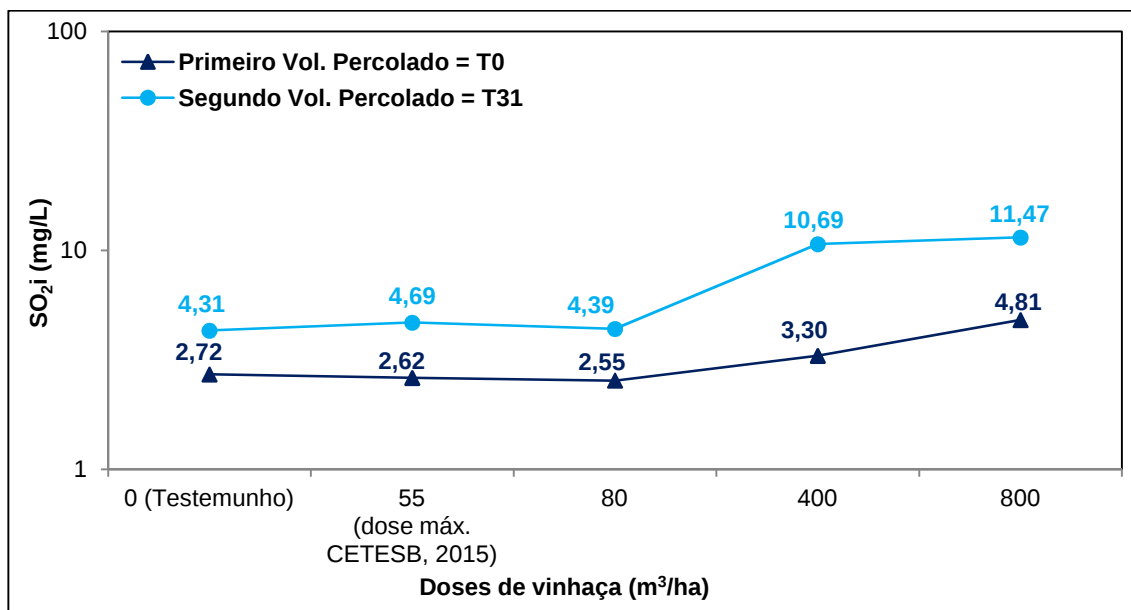
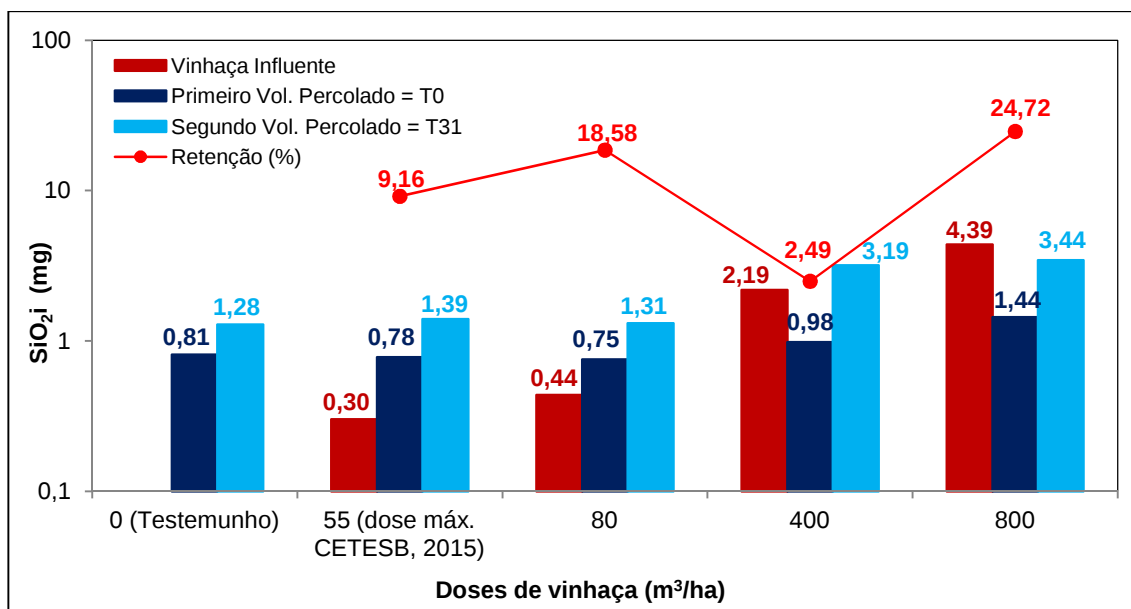


Figura 59 - Valores médios da massa equivalente de Sílica (mg) na Vinhaça influente (dose de vinhaça aplicada) de cada coluna e nos seus efluentes do Primeiro (T_0) e do Segundo (T_{31}) volume percolado dos Ensaios 1 a 3.



9 CONCLUSÃO

Diante dos resultados obtidos na presente pesquisa, para o solo arenoso da Formação Rio Claro, pode-se concluir que:

Quanto à condutividade hidráulica saturada os valores obtidos em T_0 e T_{31} para a coluna com a dose de $55 \text{ m}^3/\text{ha}$, que equivale à dose máxima permitida pela norma P4.231 da CETESB (2015), foram muito similares aos obtidos na coluna sem aplicação de vinhaça (Testemunho), indicando que para o solo estudado esta dosagem não trouxe nenhuma alteração significativa, no entanto, com o aumento das dosagens houve uma redução gradual destes valores.

Os parâmetros físico-químicos (CE, pH e Eh) e os resultados analíticos obtidos nas amostras de solo e de percolado das colunas com as doses de 55 e $80 \text{ m}^3/\text{ha}$ (equivalente a 1,5 vezes a dose máxima permitida pela norma P4.231 da CETESB, 2015) tiveram comportamentos semelhantes entre si em T_0 e T_{31} , não ocorrendo incrementos significativos de seus valores no lixiviado, que se mantiveram similares aos resultados obtidos nas amostras coletadas da coluna testemunho. De uma forma geral, os resultados obtidos com a aplicação das doses de 55 e $80 \text{ m}^3/\text{ha}$ indicam que com a aplicação destas doses houve um aumento na capacidade de retenção do solo, fator este positivo tanto para o aspecto fertilidade do solo quanto ao ambiental.

A aplicação de vinhaça com doses de 400 e $800 \text{ m}^3/\text{ha}$ (equivalentes a 7,3 e 14,6 vezes, respectivamente, a dose máxima permitida pela norma P4.231 da CETESB, 2015) proporcionou o aumento dos teores de potássio no solo. Adicionalmente, gerou uma queda progressiva na sua capacidade de retenção, implicando em perdas por lixiviação e consequente aumento nas concentrações de sólidos totais dissolvidos, cloreto, fluoreto, acetato, carbono orgânico total, alumínio, ferro, manganês e zinco, que em algumas amostras apresentaram concentrações superiores aos valores de referência ambiental e de potabilidade adotados podendo, portanto, gerar riscos à qualidade do solo e da água subterrânea tornando-a imprópria para consumo humano.

Assim, com base nos resultados obtidos para a configuração dos testes laboratoriais em colunas submetidas a carga constante de fluxo de água, pode-se afirmar que, a aplicação de vinhaça na dose máxima estabelecida pela norma

P4.231 CETESB (2015) não apresentaria riscos à qualidade do solo estudado (arenoso da Formação Rio Claro) e da água subterrânea.

Embora os resultados obtidos na presente pesquisa tenham ajudado no entendimento da avaliação da mobilidade de íons e metais da vinhaça com diferentes dosagens aplicadas em solo da Formação Rio Claro, contribuindo na aplicação de práticas seguras que evitem riscos a qualidade das águas, abaixo seguem sugestões para pesquisas futuras:

- desenvolver estes ensaios com dosagens intermediárias entre 80 e 400 m³/ha (incluindo a de 400 m³/ha);
- desenvolver estes ensaios com outros tipos de solo que também sejam representativos de áreas onde ocorrem fertilização com vinhaça;
- desenvolver estes ensaios com um maior número de volumes percolados e tempo de incubação;
- simulação com métodos numéricos para transporte de contaminantes.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALCARDE, J. C. (2009). **Manual de Análise de Fertilizantes**. Fundação de Estudos Agrários Luiz de Queiroz, Piracicaba - SP.

ALMEIDA, J. R. (1955). **O Problema da Vinhaça**. Instituto do Açúcar e do Alcool, Rio de Janeiro, p. 5-18.

I

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 6457:2016 Versão Corrigida:2016 - Amostras de solo — Preparação para ensaios de compactação e ensaios de caracterização**. 2. ed., Rio de Janeiro, 8 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 6458:2016 Versão Corrigida 2:2017 - Grãos de pedregulho retidos na peneira de abertura 4,8 mm - Determinação da massa específica, da massa específica aparente e da absorção de água**. 2. ed., Rio de Janeiro, 10 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7181:2016 Versão Corrigida:2017 - Solo - Análise granulométrica**. 2. ed., Rio de Janeiro, 12 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7182:2016 - Solo - Ensaio de compactação**. 2. ed., Rio de Janeiro, 9 p.

BASSO, J.B.; ALFARO SOTO, M.A.; CHANG, H.K. (2017). **Percolação de vinhaça em coluna de solo arenoso da formação Rio Claro**. Águas Subterrâneas, 31(1): 52-65.

BITTENCOURT, V.C.; DE CASTRO, L.J.B.; FIGUEIREDO, A.A.M.; PAIXÃO, A.C.S.; POLLI, D.M. (1978). **Composição da vinhaça**. Brasil Açucareiro, n.4 (p.217), p.25-36.

BREMNER, J.M. (1965). **Inorganic forms of nitrogen**. In: C.A. Black (ed.) Methods of soil analysis. Part 2 . Chemical and microbiological properties. American Society of Agronomy, Madison - WI, p.1179-1237.

BRITO, F. L.; ROLIM. M. M. (2005). **Comportamento do efluente e do solo fertirrigado com vinhaça**. Agropecuária Técnica, Areia-PB, v.26, n.1, p. 60-67.

CAMHI, J.D. (1979). **Tratamento do vinhoto subproduto da destilação de álcool**. Brasil Açucareiro, n.1 (p.18), p.18-23.

COMPANHIA AMBIENTAL DO ESTADO DE SÃO PAULO. (2015). **Decisão de Diretoria Nº 045/2015/C: Norma Técnica P4.231: Vinhaça – Critérios e procedimentos para aplicação no solo agrícola**. 3.ed, 2.versão, 15 p.

COMPANHIA AMBIENTAL DO ESTADO DE SÃO PAULO. (2016). **Decisão de Diretoria Nº 256/2016/E: Valores Orientadores para Solos e Águas Subterrâneas no Estado de São Paulo**. São Paulo, 5 p.

COMPANHIA NACIONAL DE ABASTECIMENTO. (2018). **Acompanhamento da safra brasileira - Cana-de-açúcar, Safra 2018/19**, v. 5, n. 1, primeiro levantamento - maio 2018, 66 p.

DEMATTE, J.L.I. (2015). "**Nutrição complementar em área de vinhaça**". Seminário STAB Regional Sul, 23ª edição da Fenasucro & Agrocana, Sertãozinho - SP. Disponível em: http://www.stab.org.br/vinhaca_fenasucro_2015/vinhaca_dematte_2015.pdf. Acesso em: 25 maio 2018.

EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA - SOLOS. (2011). **Manual de métodos de análise de solo**. 2. ed. revista, Rio de Janeiro, RJ, 230p.

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

GLOEDEN, E.; CUNHA, R. C. A.; FRACCAROLI, M. J. B.; CLEARY, R. W. (1991). **The behaviour of vinasse constituents in the unsaturated and saturated zones in the Botucatu Aquifer recharge area**. Water Science & Technology, Vol. 24, Nº. 11, p.147-157.

GLÓRIA, N. A. (1975). **Utilização agrícola da vinhaça**. Brasil Açucareiro, n.5 (p.397), p.11-17.

HASSUDA, S.; REBOUÇAS, A. DA C.; CUNHA, R. C. DE A. (1990). **Aspectos qualitativos da infiltração da vinhaça de cana no Aquífero Bauru**. Revista IG, São Paulo, SP, Vol. 11(2), p.5-20.

LOBATO, E. J. V.; LIBARDI, P. L.; CAMARGO, O. A. (1998). **Condutividade hidráulica de amostras remoldadas de um Latossolo Roxo Distrófico tratado com água/vinhaça**. R. Bras. Ci. Solo, 22, p.181-188.

MATTIAZO, M.E.; GLÓRIA, N. A. (1987). **Effect of vinasse on soil acidity**. Water Science & Technology. Rio, vol. 19 (7), p.1293-1296;

MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO (2014). **Manual de métodos analíticos oficiais para fertilizantes minerais, orgânicos, organominerais e corretivos**. Brasília - DF, 141p.

MINISTÉRIO DA SAÚDE. (2017). **Portaria de Consolidação Nº 5 - Consolidação das normas sobre as ações e os serviços de saúde do Sistema Único de Saúde**. Capítulo V - Do Padrão de Potabilidade, 825 p.

Miyamoto, T.; Kameyama, K.; Nakajima, T. (2012). **Reduction in Saturated and Unsaturated Hydraulic Conductivities of an Andisol by Vinasse Application**. Soil Science Society of America Journal, 77, p.1-7.

OLIVA, A. (2006). **Estudo Hidrofaciológico do Aquífero Rio Claro no Município de Rio Claro - SP**. Tese (Doutorado) - Curso de Geociências e Meio Ambiente, IGCE, Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, Rio Claro, SP, 244 f.

PRADO, H.; OLIVEIRA, J. B.; ALMEIDA, C. L. F. (1981). **Levantamento Pedológico Semidetalhado do Estado de São Paulo. Quadrícula de São Carlos**. Escala 1:100.000. Instituto Agrônômico de Campinas.

RAIJ, B.V.; ANDRADE, J.C.; CANTARELLA, H.; QUAGGIO, J.A. (2001). **Análise química para avaliação da fertilidade de solos tropicais**. Instituto Agrônômico de Campinas, Campinas - SP, 285 p.

RIBEIRO, A.C.; NOVAIS, R.F.; BAHIA FILHO, A.F.C. (1983). **Efeitos da vinhaça sobre a dispersão de argila de amostras de latossolos**. Revista Ceres, Viçosa-MG, 30 (167), p.12-18.

RODELLA, A.A.; FERRARI, S.E. (1977). **A composição da vinhaça e efeitos de sua aplicação como fertilizante na cana-de-açúcar**. Brasil Açucareiro, n.7 (p.380), p.6-13.

SHACKELFORD C.D. (1995). **Column testing for geoenvironmental applications**. In: Deo-Environmental Issues (Faing the Americas) ASCE, Sp. Publ. Nº47, p.117-125.

SILVA, F. C. (2009). **Manual de análises químicas de solos, plantas e fertilizantes**. - Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária - Brasília, DF.

STANDARD METHODS FOR THE EXAMINATION OF WATER AND WASTEWATER (2017) - **Method 2510 B - Conductivity - Laboratory Method**. 23ª Edição.

STANDARD METHODS FOR THE EXAMINATION OF WATER AND WASTEWATER (2017). **Method 3120 B - Metals by Plasma Emission Spectroscopy**. 23ª Edição.

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY (1993). **Method 300.0: Determination of inorganic anions by ion chromatography**. Revision 21, Cincinnati, OH.

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY (1997). **Method 300.1: Determination of Inorganic Anions in Drinking Water by Ion Chromatography**. Revision 1.0. Cincinnati, OH.

UYEDA, C. A. (2009). **Influência da aplicação de vinhaça na condutividade hidráulica do solo saturado e no escoamento**. Tese (Doutorado) - Curso de Agronomia - Área de concentração: Irrigação e Drenagem, Universidade de São Paulo Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Piracicaba, SP, 67 p.

ZAINE, J. E. (1994). **Geologia da Formação Rio Claro na Folha Rio Claro (SP)**. Dissertação (Mestrado) - Curso de Geociências, Instituto de Geociências e Ciências Exatas, Univ. Estadual Paulista, Rio Claro, 98 p.

**APÊNDICE A - Parâmetros físico-químicos e hidráulicos das colunas
ensaiadas - Ensaios 1 a 3**

PARÂMETROS FÍSICO-QUÍMICOS MEDIDOS NAS AMOSTRAS ENVIADAS PARA O LABORATÓRIO				
ENSAIO	AMOSTRA	pH	CE (µs/cm)	Eh (mV)
Ensaio 1	Vinhaça 1	4,38	16080	220
	RC1-C1-Vv1	4,36	21,2	351
	RC1-C2-Vv1	4,64	10,59	335
	RC1-C3-Vv1	4,32	75,6	349
	RC1-C4-Vv1	4,44	1288	325
	RC1-C1-Vv2	6,08	9,12	218
	RC1-C2-Vv2	5,38	6,97	225
	RC1-C3-Vv2	4,18	666	167
	RC1-C4-Vv2	5,39	1565	60
	Vinhaça 2	4,76	16040	203
Ensaio 2	RC2-C5-Vv1	4,48	12,51	335
	RC2-C6-Vv1	5,6	6,43	289
	RC2-C7-Vv1	4,33	18,35	345
	RC2-C8-Vv1	4,91	823	266
	RC2-C5-Vv2	4,97	11,14	272
	RC2-C6-Vv2	5,24	6,64	232
	RC2-C7-Vv2	4,29	718	137
	RC2-C8-Vv2	5,24	1796	37
Ensaio 3	Vinhaça 3	4,53	15800	173
	RC3-C1-Vv1	4,41	11,34	348
	RC3-C2-Vv1	3,80	13,66	351
	RC3-C3-Vv1	4,10	60,70	333
	RC3-C4-Vv1	4,36	1060,00	319
	RC3-C1-Vv2	5,01	7,61	270
	RC3-C2-Vv2	5,12	7,56	197
	RC3-C3-Vv2	4,28	674	148
	RC3-C4-Vv2	5,19	1668	48

Onde: pH = Potencial hidrogeniônico; CE = Condutividade elétrica; e Eh Potencial de Óxido-redução;

ENSAIO 1 - Coluna 1 - Dose de 0 m³/ha													
DADOS DO EXPERIMENTO									VALORES CALCULADOS				
Leitura	Data	Hora	nº dias	VOLUME Percolado (mL = cm³)	Temp. (°C)	pH	CE (µs/cm)	Eh (mV)	k (cm/s)	k ₂₀ (cm/s)	VOLUME Acumulado (cm³)	T	T acumulado
Início - T zero	17/03/17	10:45:24	0	0,0	19,8				0,00E+00	0,00E+00	0	0,0	0,00
T zero - 1	17/03/17	10:50:58	0	44,0	19,8	4,13	31,6	368	1,23E-03	1,23E-03	44,0	0,1	0,15
T zero - 2	17/03/17	10:57:33	0	49,0	19,8	4,43	17,40	356	1,16E-03	1,16E-03	93,0	0,2	0,32
T zero - 3	17/03/17	11:04:24	0	50,0	19,8	4,56	11,44	349	1,13E-03	1,14E-03	143,0	0,2	0,48
T zero - 4	17/03/17	11:11:14	0	50,0	19,8	4,72	10,46	348	1,14E-03	1,14E-03	193,0	0,2	0,65
T zero - 5	17/03/17	11:18:09	0	51,0	19,8	4,59	9,46	342	1,14E-03	1,15E-03	244,0	0,2	0,83
T zero - 6	17/03/17	11:25:06	0	52,0	19,8	4,71	8,74	338	1,16E-03	1,17E-03	296,0	0,2	1,00
Início - T31 ⁽¹⁾	17/04/17		31	0,0	17,2						296,0	0,0	1,00
T 31 - 7	17/04/17		0	43,5	17,3	5,40	9,15	213			339,5	0,1	1,15
T 31 - 8	17/04/17		0	42,5	17,3	5,44	8,09	213			382,0	0,1	1,29
T 31 - 9	17/04/17		0	42,5	17,3	5,54	7,14	221			424,5	0,1	1,44
T 31 - 10	17/04/17		0	42,5	17,3	6,12	5,93	223			467,0	0,1	1,58
T 31 - 11	17/04/17		0	42,5	17,5	6,13	5,67	224			509,5	0,1	1,73
T 31 - 12	17/04/17		0	42,5	17,5	6,23	4,92	215			552,0	0,1	1,87
T 31 - 13	17/04/17		0	40,5	17,6	6,69	4,95	217			592,5	0,1	2,01
Fim do ensaio													

Fim do ensaio

⁽¹⁾Devido a problemas com o cronômetro não foi possível calcular K em T₃₁. Onde: pH = Potencial hidrogeniônico; CE = Condutividade elétrica; Eh Potencial de Óxido-redução; K = Condutividade hidráulica saturada; K₂₀ = Condutividade hidráulica saturada a 2

ENSAIO 1 - Coluna 2 - Dose de 80 m ³ /ha													
DADOS DO EXPERIMENTO									VALORES CALCULADOS				
Leitura	Data	Hora	nº dias	Volume Percolado (mL = cm ³)	Temp. (°C)	pH	CE (ms/cm)	Eh (mv)	k (cm/s)	k ₂₀ (cm/s)	Volume Acumulado (cm ³)	T	T acumulado
Início - T zero	17/03/17	11:52:31	0	0	20,1				0,00E+00	0,00E+00	0,0	0,0	0,00
T zero - 1	17/03/17	11:58:59	0	42,5	20,1	4,52	19,77	354	1,02E-03	1,01E-03	42,5	0,1	0,14
T zero - 2	17/03/17	12:06:35	0	51,5	20,2	4,63	9,07	334	1,05E-03	1,04E-03	94,0	0,2	0,32
T zero - 3	17/03/17	12:12:39	0	40,0	20,3	5,01	7,15	330	1,02E-03	1,01E-03	134,0	0,1	0,45
T zero - 4	17/03/17	12:18:44	0	40,5	20,3	5,07	6,50	332	1,03E-03	1,02E-03	174,5	0,1	0,59
T zero - 5	17/03/17	12:24:50	0	40,5	20,6	5,12	6,34	332	1,03E-03	1,02E-03	215,0	0,1	0,73
T zero - 6	17/03/17	12:30:53	0	40,5	20,8	5,04	6,23	329	1,03E-03	1,02E-03	255,5	0,1	0,86
T zero - 7	17/03/17	12:36:56	0	40,0	20,9	5,08	6,25	323	1,02E-03	1,00E-03	295,5	0,1	1,00
Início - T 31	17/04/17	10:37:54	31	0	17,8						295,5	0,0	1,00
T 31 - 8	17/04/17	10:43:02	0	42,5	17,9	5,26	9,72	264	1,28E-03	1,35E-03	338,0	0,1	1,14
T 31 - 9	17/04/17	10:48:13	0	42,5	17,9	5,44	6,38	228	1,27E-03	1,33E-03	380,5	0,1	1,29
T 31 - 10	17/04/17	10:53:33	0	43,0	17,9	5,82	6,18	216	1,25E-03	1,31E-03	423,5	0,1	1,43
T 31 - 11	17/04/17	10:58:50	0	42,5	18,0	5,60	5,46	221	1,24E-03	1,31E-03	466,0	0,1	1,57
T 31 - 12	17/04/17	11:04:05	0	42,5	18,0	5,77	5,38	222	1,25E-03	1,31E-03	508,5	0,1	1,72
T 31 - 13	17/04/17	11:09:22	0	42,5	18,0	5,68	5,09	226	1,24E-03	1,31E-03	551,0	0,1	1,86
T 31 - 14	17/04/17	11:14:44	0	42,5	18,0	5,77	4,90	230	1,22E-03	1,29E-03	593,5	0,1	2,01
Fim do ensaio													

Onde: pH = Potencial hidrogeniônico; CE = Condutividade elétrica; Eh Potencial de Óxido-redução; K = Condutividade hidráulica saturada; K₂₀ = Condutividade hidráulica saturada a 20°C; e T = número de volume de vazios percolados.

ENSAIO 1 - Coluna 3 - Dose de 400 m ³ /ha													
DADOS DO EXPERIMENTO									VALORES CALCULADOS				
Leitura	Data	Hora	nº dias	Volume Percolado (mL = cm ³)	Temp. (°C)	pH	CE (ms/cm)	Eh (mv)	k (cm/s)	k ₂₀ (cm/s)	Volume Acumulado (cm ³)	T	T acumulado
Início - T zero	17/03/16	12:47:08	0	0	21,0				0,00E+00	0,00E+00	0	0,0	0
T zero - 1	17/03/16	12:55:27	0	43,0	21,0	3,98	34,10	366	8,06E-04	7,87E-04	43,00	0,1	0,1
T zero - 2	17/03/16	13:03:48	0	42,5	21,0	4,18	22,60	357	7,94E-04	7,75E-04	85,50	0,1	0,3
T zero - 3	17/03/16	13:12:22	0	43,0	21,1	4,36	18,57	352	7,83E-04	7,63E-04	128,50	0,1	0,4
T zero - 4	17/03/16	13:20:44	0	42,5	21,1	4,39	17,23	350	7,92E-04	7,72E-04	171,00	0,1	0,6
T zero - 5	17/03/16	13:29:07	0	41,5	21,4	4,53	16,22	340	7,72E-04	7,47E-04	212,50	0,1	0,7
T zero - 6	17/03/16	13:37:53	0	42,7	21,5	4,49	25,20	340	7,59E-04	7,33E-04	255,20	0,1	0,9
T zero - 7	17/03/16	13:46:37	0	42,9	21,6	4,16	334	344	7,66E-04	7,38E-04	298,10	0,1	1,0
Início - T 31	17/04/16	11:22:06	31	0,0	18,0						298,10	0,0	1,0
T 31 - 8	17/04/16	11:28:44	0	42,5	18,0	4,56	885	115	9,99E-04	1,05E-03	340,60	0,1	1,2
T 31 - 9	17/04/16	11:35:39	0	42,5	18,1	4,47	741	118	9,58E-04	1,00E-03	383,10	0,1	1,3
T 31 - 10	17/04/16	11:42:35	0	42,5	18,1	4,44	649	127	9,56E-04	1,00E-03	425,60	0,1	1,4
T 31 - 11	17/04/16	11:49:29	0	42,5	18,1	4,53	578	128	9,60E-04	1,01E-03	468,10	0,1	1,6
T 31 - 12	17/04/16	11:56:22	0	42,5	18,2	4,46	547	135	9,63E-04	1,01E-03	510,60	0,1	1,7
T 31 - 13	17/04/16	12:03:16	0	42,5	18,3	4,30	571	139	9,60E-04	1,00E-03	553,10	0,1	1,9
T 31 - 14	17/04/16	12:10:08	0	42,5	18,4	4,55	664	142	9,65E-04	1,00E-03	595,60	0,1	2,01
Fim do ensaio													

Onde: pH = Potencial hidrogeniônico; CE = Condutividade elétrica; Eh Potencial de Óxido-redução; K = Condutividade hidráulica saturada; K₂₀ = Condutividade hidráulica saturada a 20°C; e T = número de volume de vazios percolados.

ENSAIO 1 - Coluna 4 - Dose de 800 m ³ /ha													
DADOS DO EXPERIMENTO									VALORES CALCULADOS				
Leitura	Data	Hora	nº dias	Volume Percolado (mL = cm ³)	Temp. (°C)	pH	CE (ms/cm)	Eh (mV)	k (cm/s)	k ₂₀ (cm/s)	Volume Acumulado (cm ³)	T	T acumulado
Início - T zero	17/03/17	14:06:07	0	0	22,0				0,00E+00	0,00E+00	0	0,0	0,00
T zero - 1	17/03/17	14:15:16	0	42,5	22,0	4,58	21,90	343	7,12E-04	6,79E-04	42,5	0,1	0,14
T zero - 2	17/03/17	14:24:34	0	42,5	22,1	4,72	16,59	341	7,01E-04	6,67E-04	85,0	0,1	0,29
T zero - 3	17/03/17	14:34:51	0	45,0	22,1	4,80	14,72	336	6,71E-04	6,38E-04	130,0	0,2	0,44
T zero - 4	17/03/17	14:44:54	0	42,5	22,2	4,89	14,13	328	6,48E-04	6,16E-04	172,5	0,1	0,58
T zero - 5	17/03/17	14:54:13	0	40,0	22,5	5,13	54,40	337	6,58E-04	6,21E-04	212,5	0,1	0,71
T zero - 6	17/03/17	15:03:55	0	40,5	22,6	4,30	1736	321	6,40E-04	6,02E-04	253,0	0,1	0,85
T zero - 7	17/03/17	15:15:02	0	45,0	22,7	4,56	5098	336	6,21E-04	5,82E-04	298,0	0,2	1,00
Início - T 31	17/04/17	14:47:21	31	0	19,2						298,0	0,0	1,00
T 31 - 8	17/04/17	14:55:48	0	42,5	19,2	4,90	2320	226	7,71E-04	7,87E-04	340,5	0,1	1,14
T 31 - 9	17/04/17	15:04:56	0	42,5	19,3	5,16	1741	129	7,13E-04	7,26E-04	383,0	0,1	1,29
T 31 - 10	17/04/17	15:14:09	0	42,5	19,5	4,90	1530	53	7,07E-04	7,16E-04	425,5	0,1	1,43
T 31 - 11	17/04/17	15:23:20	0	42,5	19,5	5,23	1345	38	7,09E-04	7,18E-04	468,0	0,1	1,57
T 31 - 12	17/04/17	15:32:19	0	42,5	19,5	5,07	1383	35	7,25E-04	7,34E-04	510,5	0,1	1,71
T 31 - 13	17/04/17	15:41:03	0	42,5	19,5	5,37	1394	31	7,46E-04	7,55E-04	553,0	0,1	1,86
T 31 - 14	17/04/17	15:50:01	0	45,0	19,6	5,55	1267	22	7,69E-04	7,77E-04	598,0	0,2	2,01
Fim do ensaio													

Onde: pH = Potencial hidrogeniônico; CE = Condutividade elétrica; Eh Potencial de Óxido-redução; K = Condutividade hidráulica saturada; K₂₀ = Condutividade hidráulica saturada a 20°C; e T = número de volume de vazios percolados.

ENSAIO 2 - Coluna 5 - Dose de 0 m ³ /ha													
DADOS DO EXPERIMENTO									VALORES CALCULADOS				
Leitura	Data	Hora	n° dias	Volume Percolado (mL = cm ³)	Temp. (°C)	pH	CE (µs/cm)	Eh (mv)	k (cm/s)	k ₂₀ (cm/s)	Volume Acumulado (cm ³)	T	T acumulado
Início - T zero	24/04/17	9:55:44	0	0	17,3				0,00E+00	0,00E+00	0	0,0	0
T zero - 1	24/04/17	10:02:12	0	42,5	17,4	4,40	18,03	351	1,02E-03	1,08E-03	43	0,1	0,14
T zero - 2	24/04/17	10:09:03	0	45,0	17,4	4,59	11,34	341	1,02E-03	1,08E-03	88	0,2	0,30
T zero - 3	24/04/17	10:15:58	0	45,0	17,5	4,70	9,58	340	1,01E-03	1,07E-03	133	0,2	0,45
T zero - 4	24/04/17	10:22:06	0	40,0	17,5	4,79	9,01	332	1,01E-03	1,07E-03	173	0,1	0,58
T zero - 5	24/04/17	10:28:38	0	42,5	17,6	4,77	8,55	338	1,01E-03	1,07E-03	215	0,1	0,73
T zero - 6	24/04/17	10:35:06	0	42,5	17,6	4,79	8,22	330	1,02E-03	1,08E-03	258	0,1	0,87
T zero - 7	24/04/17	10:41:16	0	40,0	17,7	4,79	7,71	325	1,00E-03	1,06E-03	298	0,1	1,00
Início - T 31	25/05/17	9:36:53	31	0,0	17,9						298	0,0	1,00
T 31 - 8	25/05/17	9:41:46	0	42,7	17,9	5,33	12,16	287	1,35E-03	1,43E-03	340	0,1	1,15
T 31 - 9	25/05/17	9:46:47	0	42,5	17,9	5,25	9,48	282	1,31E-03	1,38E-03	383	0,1	1,29
T 31 - 10	25/05/17	9:51:54	0	42,6	18,0	5,07	7,83	285	1,29E-03	1,35E-03	425	0,1	1,44
T 31 - 11	25/05/17	9:57:02	0	42,5	18,0	5,11	6,32	283	1,28E-03	1,35E-03	468	0,1	1,58
T 31 - 12	25/05/17	10:02:09	0	42,5	18,0	5,09	6,11	270	1,29E-03	1,35E-03	510	0,1	1,72
T 31 - 13	25/05/17	10:07:16	0	42,5	18,1	5,19	5,66	272	1,29E-03	1,35E-03	553	0,1	1,87
T 31 - 14	25/05/17	10:12:25	0	42,5	18,2	5,23	5,30	268	1,28E-03	1,34E-03	595	0,1	2,01
Fim do ensaio													

Onde: pH = Potencial hidrogeniônico; CE = Condutividade elétrica; Eh Potencial de Óxido-redução; K = Condutividade hidráulica saturada; K₂₀ = Condutividade hidráulica saturada a 20°C; e T = número de volume de vazios percolados.

ENSAIO 2 - Coluna 6 - dose de 55 m ³ /ha													
DADOS DO EXPERIMENTO									VALORES CALCULADOS				
Leitura	Data	Hora	nº dias	Volume Percolado (mL = cm ³)	Temp. (°C)	pH	CE (µs/cm)	Eh (mv)	k (cm/s)	k ₂₀ (cm/s)	Volume Acumulado (cm ³)	T	T acumulado
Início - T zero	24/04/17	11:17:30	0	0	17,9				0,00E+00	0,00E+00	0	0,0	0,00
T zero - 1	24/04/17	11:23:57	0	45,0	17,9	5,47	7,87	294	1,06E-03	1,12E-03	45	0,2	0,15
T zero - 2	24/04/17	11:30:13	0	42,5	17,9	5,75	5,26	277	1,03E-03	1,09E-03	88	0,1	0,30
T zero - 3	24/04/17	11:36:47	0	45,0	17,9	5,90	4,09	275	1,04E-03	1,10E-03	133	0,2	0,45
T zero - 4	24/04/17	11:42:37	0	40,0	17,9	5,77	3,92	290	1,05E-03	1,10E-03	173	0,1	0,58
T zero - 5	24/04/17	11:48:28	0	40,0	17,9	5,77	4,03	289	1,04E-03	1,10E-03	213	0,1	0,72
T zero - 6	24/04/17	11:54:19	0	40,0	18,0	5,79	4,01	295	1,04E-03	1,10E-03	253	0,1	0,85
T zero - 7	24/04/17	12:00:55	0	45,0	18,0	5,46	3,95	286	1,04E-03	1,09E-03	298	0,2	1,00
Início - T 31	25/05/17	10:57:45	31	0,0	18,8						298	0,0	1,00
T 31 - 8	25/05/17	11:02:19	0	42,5	18,9	5,23	7,40	240	1,42E-03	1,46E-03	340	0,1	1,15
T 31 - 9	25/05/17	11:07:06	0	42,5	18,9	5,56	5,40	228	1,35E-03	1,39E-03	383	0,1	1,29
T 31 - 10	25/05/17	11:11:53	0	42,6	18,9	5,45	4,98	228	1,36E-03	1,39E-03	425	0,1	1,44
T 31 - 11	25/05/17	11:16:41	0	42,6	19,0	5,49	4,81	237	1,35E-03	1,39E-03	468	0,1	1,58
T 31 - 12	25/05/17	11:21:30	0	42,6	19,0	5,16	4,68	231	1,35E-03	1,38E-03	510	0,1	1,72
T 31 - 13	25/05/17	11:26:20	0	42,5	19,0	5,32	4,60	230	1,34E-03	1,37E-03	553	0,1	1,87
T 31 - 14	25/05/17	11:31:11	0	42,6	19,0	5,14	4,57	234	1,34E-03	1,37E-03	595	0,1	2,01
Fim do ensaio													

Onde: pH = Potencial hidrogeniônico; CE = Condutividade elétrica; Eh Potencial de Óxido-redução; K = Condutividade hidráulica saturada; K₂₀ = Condutividade hidráulica saturada a 20°C; e T = número de volume de vazios percolados.

ENSAIO 2 - Coluna 7 - Dose de 400 m ³ /ha													
DADOS DO EXPERIMENTO									VALORES CALCULADOS				
Leitura	Data	Hora	nº dias	Volume Percolado (mL = cm ³)	Temp. (°C)	pH	CE (µs/cm)	Eh (mv)	k (cm/s)	k ₂₀ (cm/s)	Volume Acumulado (cm ³)	T	T acumulado
Início - T zero	25/04/17	9:40:22	0	0	23,2				0,00E+00	0,00E+00	0	0,0	0,00
T zero - 1	25/04/17	9:47:20	0	42,5	23,2	4,22	26,80	353	9,25E-04	8,58E-04	43	0,1	0,14
T zero - 2	25/04/17	9:54:30	0	42,5	23,1	4,37	19,30	348	8,99E-04	8,36E-04	85	0,1	0,29
T zero - 3	25/04/17	10:01:53	0	42,5	23,0	4,43	16,47	348	8,73E-04	8,14E-04	128	0,1	0,43
T zero - 4	25/04/17	10:09:29	0	42,5	22,9	4,49	14,27	343	8,48E-04	7,92E-04	170	0,1	0,57
T zero - 5	25/04/17	10:17:11	0	42,5	22,8	4,60	13,21	344	8,37E-04	7,84E-04	213	0,1	0,72
T zero - 6	25/04/17	10:24:56	0	42,5	22,7	4,63	10,96	338	8,32E-04	7,80E-04	255	0,1	0,86
T zero - 7	25/04/17	10:32:42	0	42,5	22,6	4,64	18,54	338	8,30E-04	7,81E-04	298	0,1	1,00
Início - T 31	26/05/17	10:05:10	31	0,0	18,3						298	0,0	1,00
T 31 - 8	26/05/17	10:10:58	0	42,5	18,4	4,06	845	169	1,11E-03	1,16E-03	340	0,1	1,14
T 31 - 9	26/05/17	10:17:01	0	42,5	18,5	3,93	809	173	1,07E-03	1,11E-03	383	0,1	1,29
T 31 - 10	26/05/17	10:23:07	0	42,5	18,6	4,07	710	176	1,06E-03	1,09E-03	425	0,1	1,43
T 31 - 11	26/05/17	10:29:13	0	42,5	18,7	3,96	639	178	1,06E-03	1,09E-03	468	0,1	1,57
T 31 - 12	26/05/17	10:35:22	0	42,5	18,8	4,08	615	156	1,05E-03	1,08E-03	510	0,1	1,72
T 31 - 13	26/05/17	10:41:25	0	42,5	18,9	4,14	639	120	1,07E-03	1,09E-03	553	0,1	1,86
T 31 - 14	26/05/17	10:47:22	0	42,5	18,9	4,01	707	106	1,08E-03	1,01E-03	595	0,1	2,00
Fim do ensaio													

Onde: pH = Potencial hidrogeniônico; CE = Condutividade elétrica; Eh Potencial de Óxido-redução; K = Condutividade hidráulica saturada; K₂₀ = Condutividade hidráulica saturada a 20°C; e T = número de volume de vazios percolados.

ENSAIO 2 - Coluna 8 - Dose de 800 m ³ /ha													
DADOS DO EXPERIMENTO									VALORES CALCULADOS				
Leitura	Data	Hora	nº dias	Volume Percolado (mL = cm ³)	Temp. (°C)	pH	CE (µs/cm)	Eh (mv)	k (cm/s)	k ₂₀ (cm/s)	Volume Acumulado (cm ³)	T	T acumulado
Início - T zero	25/04/17	11:06:11	0	0	22,1				0,00E+00	0,00E+00	0	0,0	0,00
T zero - 1	25/04/17	11:12:51	0	42,5	22,1	4,75	14,59	322	9,71E-04	9,24E-04	43	0,1	0,14
T zero - 2	25/04/17	11:19:46	0	42,5	22,0	4,80	10,08	309	9,36E-04	8,93E-04	85	0,1	0,29
T zero - 3	25/04/17	11:26:51	0	42,5	22,0	4,93	8,20	303	9,14E-04	8,72E-04	128	0,1	0,43
T zero - 4	25/04/17	11:34:11	0	42,5	22,0	5,35	7,20	230	8,83E-04	8,42E-04	170	0,1	0,57
T zero - 5	25/04/17	11:41:36	0	42,5	21,9	5,16	20,10	237	8,73E-04	8,34E-04	213	0,1	0,72
T zero - 6	25/04/17	11:49:16	0	42,5	21,9	4,60	879	266	8,44E-04	8,07E-04	255	0,1	0,86
T zero - 7	25/04/17	11:57:01	0	42,5	21,8	4,46	4380	286	8,35E-04	8,00E-04	298	0,1	1,00
Início - T 31	26/05/17	11:07:35	31	0,0	19,1						298	0,0	1,00
T 31 - 8	26/05/17	11:13:25	0	42,5	19,1	4,69	2930	42	1,11E-03	1,13E-03	340	0,1	1,15
T 31 - 9	26/05/17	11:19:47	0	42,5	19,2	4,75	2290	27	1,02E-03	1,04E-03	383	0,1	1,29
T 31 - 10	26/05/17	11:26:08	0	42,5	19,3	5,02	1857	17	1,02E-03	1,04E-03	425	0,1	1,44
T 31 - 11	26/05/17	11:32:27	0	42,5	19,4	5,11	1500	16	1,02E-03	1,04E-03	468	0,1	1,58
T 31 - 12	26/05/17	11:38:40	0	42,5	19,4	5,34	1432	13	1,04E-03	1,06E-03	510	0,1	1,72
T 31 - 13	26/05/17	11:44:47	0	42,5	19,5	5,32	1433	10	1,06E-03	1,07E-03	553	0,1	1,87
T 31 - 14	26/05/17	11:50:59	0	45,0	19,6	5,62	1297	6	1,11E-03	1,12E-03	598	0,2	2,02
Fim do ensaio													

Onde: pH = Potencial hidrogeniônico; CE = Condutividade elétrica; Eh Potencial de Óxido-redução; K = Condutividade hidráulica saturada; K₂₀ = Condutividade hidráulica saturada a 20°C; e T = número de volume de vazios percolados.

ENSAIO 3 - Coluna 1 - Dose de 0 m ³ /ha													
DADOS DO EXPERIMENTO									VALORES CALCULADOS				
Leitura	Data	Hora	nº dias	Volume Percolado (mL = cm ³)	Temp. (°C)	pH	CE (µs/cm)	Eh (mV)	k (cm/s)	k ₂₀ (cm/s)	Volume Acumulado (cm ³)	T	T acumulado
Início - T zero	29/05/17	10:26:18	0	0	18,1				0,00E+00	0,00E+00	0	0,0	0
T zero - 1	29/05/17	10:33:46	0	42,5	18,2	4,22	14,07	377	8,78E-04	9,18E-04	43	0,1	0,1
T zero - 2	29/05/17	10:41:09	0	42,5	18,3	4,37	9,22	365	8,88E-04	9,26E-04	85	0,1	0,3
T zero - 3	29/05/17	10:48:32	0	42,5	18,4	4,45	7,68	358	8,88E-04	9,23E-04	128	0,1	0,4
T zero - 4	29/05/17	10:56:01	0	42,5	18,5	4,42	7,08	349	8,76E-04	9,09E-04	170	0,1	0,6
T zero - 5	29/05/17	11:03:33	0	42,5	18,6	4,45	6,78	342	8,70E-04	9,00E-04	213	0,1	0,7
T zero - 6	29/05/17	11:11:12	0	42,5	18,7	4,42	7,40	334	8,57E-04	8,85E-04	255	0,1	0,9
T zero - 7	29/05/17	11:18:49	0	42,5	18,8	4,49	6,45	331	8,60E-04	8,86E-04	298	0,1	1,0
Início - T 31	29/06/17	10:47:17	31	0,0	18,0						298	0,0	1,0
T 31 - 8	29/06/17	10:51:46	0	42,5	18,0	5,25	7,07	281	1,46E-03	1,54E-03	340	0,1	1,2
T 31 - 9	29/06/17	10:56:28	0	42,5	18,0	5,35	5,60	282	1,39E-03	1,46E-03	383	0,1	1,3
T 31 - 10	29/06/17	11:01:15	0	42,5	18,1	5,23	5,19	277	1,37E-03	1,44E-03	425	0,1	1,4
T 31 - 11	29/06/17	11:06:00	0	42,5	18,1	5,29	5,16	281	1,38E-03	1,45E-03	468	0,1	1,6
T 31 - 12	29/06/17	11:10:49	0	42,5	18,2	5,28	5,00	273	1,36E-03	1,42E-03	510	0,1	1,7
T 31- 13	29/06/17	11:15:44	0	42,5	18,3	5,25	4,76	274	1,33E-03	1,39E-03	553	0,1	1,9
T 31 - 14	29/06/17	11:20:53	0	45,0	18,4	4,76	5,40	275	1,35E-03	1,40E-03	598	0,2	2,0
Fim do ensaio													

Onde: pH = Potencial hidrogeniônico; CE = Condutividade elétrica; Eh Potencial de Óxido-redução; K = Condutividade hidráulica saturada; K₂₀ = Condutividade hidráulica saturada a 20°C; e T = número de volume de vazios percolados.

ENSAIO 3 - Coluna 2 - Dose de 55 m ³ /ha													
DADOS DO EXPERIMENTO									VALORES CALCULADOS				
Leitura	Data	Hora	nº dias	Volume Percolado (mL = cm ³)	Temp. (°C)	pH	CE (µs/cm)	Eh (mV)	k (cm/s)	k ₂₀ (cm/s)	Volume Acumulado (cm ³)	T	T acumulado
Início - T zero	29/05/17	11:55:54	0	0	19,1				0,00E+00	0,00E+00	0	0,0	0
T zero - 1	29/05/17	12:01:51	0	42,5	19,2	3,63	22,00	363	1,10E-03	1,12E-03	43	0,1	0,1
T zero - 2	29/05/17	12:08:07	0	42,5	19,3	3,90	15,25	352	1,05E-03	1,06E-03	85	0,1	0,3
T zero - 3	29/05/17	12:14:30	0	42,5	19,3	4,03	11,13	352	1,03E-03	1,04E-03	128	0,1	0,4
T zero - 4	29/05/17	12:20:51	0	42,5	19,4	4,04	9,19	344	1,03E-03	1,05E-03	170	0,1	0,6
T zero - 5	29/05/17	12:27:10	0	42,5	19,5	4,20	8,42	342	1,04E-03	1,05E-03	213	0,1	0,7
T zero - 6	29/05/17	12:33:29	0	42,5	19,6	4,34	7,81	337	1,04E-03	1,05E-03	255	0,1	0,9
T zero - 7	29/05/17	12:39:47	0	42,5	19,7	4,46	7,41	339	1,04E-03	1,05E-03	298	0,1	1,0
Início - T 31	29/06/17	12:23:13	31	0,0	18,6						298	0,0	1,0
T 31- 8	29/06/17	12:28:11	0	50,0	18,6	5,09	8,48	197	1,55E-03	1,61E-03	348	0,2	1,2
T 31 - 9	29/06/17	12:32:54	0	42,5	18,7	5,13	7,15	190	1,39E-03	1,43E-03	390	0,1	1,3
T 31 - 10	29/06/17	12:37:39	0	42,5	18,8	4,90	6,68	193	1,38E-03	1,42E-03	433	0,1	1,5
T 31 - 11	29/06/17	12:42:29	0	42,5	18,8	5,16	6,39	193	1,36E-03	1,40E-03	475	0,1	1,6
T 31 - 12	29/06/17	12:47:14	0	42,5	18,8	5,10	5,89	200	1,38E-03	1,42E-03	518	0,1	1,7
T 31 - 13	29/06/17	12:51:28	0	37,5	18,8	5,07	5,81	196	1,37E-03	1,41E-03	555	0,1	1,9
T 31 - 14	29/06/17	12:56:00	0	40,0	18,8	5,16	5,76	198	1,36E-03	1,40E-03	595	0,1	2,0
Fim do ensaio													

Onde: pH = Potencial hidrogeniônico; CE = Condutividade elétrica; Eh Potencial de Óxido-redução; K = Condutividade hidráulica saturada; K₂₀ = Condutividade hidráulica saturada a 20°C; e T = número de volume de vazios percolados.

ENSAIO 3 - Coluna 3 - Dose de 400 m ³ /ha													
DADOS DO EXPERIMENTO									VALORES CALCULADOS				
Leitura	Data	Hora	nº dias	Volume Percolado (mL = cm ³)	Temp. (°C)	pH	CE (µs/cm)	Eh (mV)	k (cm/s)	k ₂₀ (cm/s)	Volume Acumulado (cm ³)	T	T acumulado
Início - T zero	30/05/17	10:26:52	0	0	18,4				0,00E+00	0,00E+00	0	0,0	0
T zero - 1	30/05/17	10:32:57	0	45,0	18,5	4,04	27,20	353	1,14E-03	1,19E-03	45	0,2	0,2
T zero - 2	30/05/17	10:39:05	0	42,5	18,5	4,25	16,75	339	1,07E-03	1,11E-03	88	0,1	0,3
T zero - 3	30/05/17	10:45:27	0	42,5	18,6	4,29	13,73	339	1,03E-03	1,07E-03	130	0,1	0,4
T zero - 4	30/05/17	10:51:56	0	42,5	18,7	4,36	12,46	332	1,01E-03	1,05E-03	173	0,1	0,6
T zero - 5	30/05/17	10:58:28	0	42,5	18,8	4,42	11,79	333	1,01E-03	1,04E-03	215	0,1	0,7
T zero - 6	30/05/17	11:05:02	0	42,5	18,8	4,29	68,50	333	1,00E-03	1,03E-03	258	0,1	0,9
T zero - 7	30/05/17	11:11:12	0	40,0	18,9	4,11	266,00	334	1,00E-03	1,03E-03	298	0,1	1,0
Início - T 31	30/06/17	10:42:19	31	0	17,3						298	0,0	1,0
T 31 - 8	30/06/17	10:47:32	0	42,5	17,4	4,48	757	176	1,26E-03	1,34E-03	340	0,1	1,1
T 31 - 9	30/06/17	10:53:01	0	42,5	17,5	4,49	700	176	1,20E-03	1,28E-03	383	0,1	1,3
T 31 - 10	30/06/17	10:58:31	0	42,5	17,5	4,59	639	177	1,20E-03	1,27E-03	425	0,1	1,4
T 31 - 11	30/06/17	11:04:01	0	42,5	17,6	4,58	586	163	1,20E-03	1,27E-03	468	0,1	1,6
T 31 - 12	30/06/17	11:09:31	0	42,5	17,7	4,58	586	121	1,20E-03	1,27E-03	510	0,1	1,7
T 31 - 13	30/06/17	11:14:58	0	42,5	17,8	4,60	661	112	1,21E-03	1,27E-03	553	0,1	1,9
T 31 - 14	30/06/17	11:20:43	0	45,00	17,9	4,53	713	111	1,21E-03	1,28E-03	598	0,2	2,0
Fim do ensaio													

Onde: pH = Potencial hidrogeniônico; CE = Condutividade elétrica; Eh Potencial de Óxido-redução; K = Condutividade hidráulica saturada; K₂₀ = Condutividade hidráulica saturada a 20°C; e T = número de volume de vazios percolados.

ENSAIO 3 - Coluna 4 - Dose de 800 m ³ /ha													
DADOS DO EXPERIMENTO									VALORES CALCULADOS				
Leitura	Data	Hora	nº dias	Volume Percolado (mL = cm ³)	Temp. (°C)	pH	CE (µs/cm)	Eh (mV)	k (cm/s)	k ₂₀ (cm/s)	Volume Acumulado (cm ³)	T	T acumulado
Início - T zero	30/05/17	11:57:44	0	0	19,2				0,00E+00	0,00E+00	0	0,0	0
T zero - 1	30/05/17	12:07:53	0	42,5	19,3	3,88	28,70	360	6,48E-04	6,61E-04	43	0,1	0,1
T zero - 2	30/05/17	12:18:11	0	42,5	19,4	4,23	16,81	338	6,38E-04	6,49E-04	85	0,1	0,3
T zero - 3	30/05/17	12:28:47	0	42,5	19,5	4,40	13,20	333	6,20E-04	6,29E-04	128	0,1	0,4
T zero - 4	30/05/17	12:39:41	0	42,5	19,5	4,37	11,70	329	6,03E-04	6,11E-04	170	0,1	0,6
T zero - 5	30/05/17	12:50:46	0	42,5	19,6	4,48	156,30	334	5,93E-04	6,01E-04	213	0,1	0,7
T zero - 6	30/05/17	13:02:05	0	42,5	19,7	4,18	1446,00	338	5,81E-04	5,87E-04	255	0,1	0,9
T zero - 7	30/05/17	13:14:10	0	45,0	19,9	4,32	4970,00	330	5,76E-04	5,78E-04	300	0,2	1,0
Início - T 31	30/06/17	12:22:51	31	0	18,2						300	0,0	1,0
T 31 - 8	30/06/17	12:29:18	0	42,5	18,3	4,66	2410	117	1,02E-03	1,06E-03	343	0,1	1,2
T 31 - 9	30/06/17	12:36:14	0	42,5	18,4	4,64	2040	57	9,48E-04	9,86E-04	385	0,1	1,3
T 31 - 10	30/06/17	12:43:12	0	42,5	18,4	5,01	1694	43	9,43E-04	9,81E-04	428	0,1	1,4
T 31 - 11	30/06/17	12:50:04	0	42,5	18,5	5,21	1461	43	9,57E-04	9,93E-04	470	0,1	1,6
T 31 - 12	30/06/17	12:56:51	0	42,5	18,5	5,12	1402	33	9,69E-04	1,01E-03	513	0,1	1,7
T 31 - 13	30/06/17	13:03:26	0	42,5	18,5	5,34	1399	32	9,98E-04	1,04E-03	555	0,1	1,9
T 31 - 14	30/06/17	13:10:18	0	45,0	18,6	5,65	1265	27	1,01E-03	1,05E-03	600	0,2	2,0
Fim do ensaio													

Onde: pH = Potencial hidrogeniônico; CE = Condutividade elétrica; Eh Potencial de Óxido-redução; K = Condutividade hidráulica saturada; K₂₀ = Condutividade hidráulica saturada a 20°C; e T = número de volume de vazios percolados.

ANEXO A - Resultados analíticos da caracterização do solo e da vinhaça



Material:
Solos

[illegible][illegible]

ESALQ


Sr. Luiz Antônio Silva Júnior
Responsável Técnico

Número: 0009251.1-N - O.S.: 5397
Data de Finalização: 13/09/2017



Proprietário:	Propriedade:
Fundação para o Desenvolvimento da Un	Unesp - RAIH/LEBAC Rio Claro SP

Material:
Solos

[illegible][illegible]

Os resultados deste relatório se referem apenas às amostras enviadas ao laboratório.

SIGNATÁRIO AUTORIZADO


Sr. Luiz Antônio Silva Júnior
Responsável Técnico



Número: 0009048.1-N - O.S.: 5289
Data de Finalização: 23/08/2017



Material:
Solos

Nº LAB	IDENTIFICAÇÃO DA AMOSTRA
14035	Am RC1-C2; (não informada)
14036	Am RC2-C5; (não informada)
14037	Am RC2-C6; (não informada)
14038	Am RC2-C7; (não informada)
14039	Am RC2-C8; (não informada)

[illegible]

Os resultados deste relatório se referem apenas às amostras enviadas ao laboratório.

SIGNATÁRIO AUTORIZADO


Sr. Luiz Antônio Silva Júnior
Responsável Técnico





Material:
Mat. Org. vinhaça

[illegible][illegible]

ESALQ

**ANEXO B - Resultados analíticos das amostras de vinhaça (vinhaça influente)
e dos efluentes percolados (vinhaça efluente) - Ensaios 1 a 3**

RELATÓRIO DE ANÁLISES QUÍMICAS– Nº 006/17

Interessado: Thelma – IGCE – UNESP – Campus Rio Claro

Material Entregue Declarado: Água

Natureza do Trabalho: Diversas Determinações

Referência: 03 amostras, abaixo identificadas Data Entrada: 20/03/2017, 25/04/2017 e 31/05/2017

RESULTADOS:

H ₂ L	Amostra	Temp.	Cond.
No.	Identif.	°C	µS/cm
	LQ		
015/17	Vinhaça 1	25	16110
029/17	Vinhaça 2	25	16400
071/17	Vinhaça 3	25	16109

H ₂ L	Amostra	F ⁻	Cl ⁻	NO ₂ ⁻	NO ₃ ⁻	SO ₄ ²⁻	Acetato	Br ⁻
No.	Identif.	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L
	LQ	0,010	0,010	0,020	0,040	0,020	0,10	0,030
015/17	Vinhaça 1	< 0,010	2687	< 0,020	< 0,040	1970	575	< 0,030
029/17	Vinhaça 2	< 0,010	2656	< 0,020	< 0,040	1975	498	< 0,030
071/17	Vinhaça 3	< 0,010	2692	< 0,020	< 0,040	1893	663	< 0,030

H ₂ L	Amostra	Li	Na	NH ₄	K	Al	Ba	Be	Ca
No.	Identif.	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L
	LQ	0,010	0,10	0,050	0,10	0,005	0,001	0,005	0,003
015/17	Vinhaça 1	NA	30,0	NA	7770	0,85	0,80	< 0,005	854
029/17	Vinhaça 2	NA	49,1	NA	6892	1,06	2,37	< 0,005	925
071/17	Vinhaça 3	NA	49,2	NA	7628	1,00	2,34	< 0,005	919

H ₂ L	Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Fe	Mg	Mn
No.	Identif.	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L
	LQ	0,005	0,003	0,003	0,004	0,005	0,002	0,001
015/17	Vinhaça 1	< 0,005	0,019	0,031	0,13	8,75	492	2,30
029/17	Vinhaça 2	< 0,005	0,024	0,034	0,16	9,71	550	2,70
071/17	Vinhaça 3	< 0,005	0,025	0,036	0,16	10,2	549	2,79

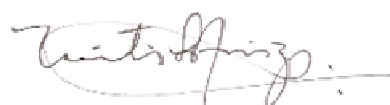
H ₂ L	Amostra	Mo	Ni	P	Pb	Si	Sn	Sr	V	Zn
No.	Identif.	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L
	LQ	0,005	0,003	0,005	0,005	0,060	0,005	0,005	0,003	0,005
015/17	Vinhaça 1	< 0,005	0,038	18,9	0,048	27,9	0,018	1,94	0,046	0,89
029/17	Vinhaça 2	< 0,005	0,043	20,5	0,053	32,1	0,022	2,47	0,048	2,11
071/17	Vinhaça 3	< 0,005	0,044	19,2	0,057	34,5	0,021	2,57	0,049	1,76

LQ= limite de quantificação < LQ: valor não quantificado Branco de análise: < LQ

NA = não analisado

Parâmetro Analítico	Método Analítico
Alumínio, Bário, Berílio, Cálcio, Cádmio, Cobalto, Crômio, Cobre, Ferro, Magnésio, Manganês, Molibdênio, Níquel, Fósforo, Chumbo, Silício, Estanho, Estrôncio, Vanádio, Zinco.	SMEWW 3120B
Fluoreto, Cloreto, Nitrito, Nitrato, Fosfato, Sulfato, Brometo	EPA 300.0 – 300.1
pH (a 25°C)	SMEWW 4500 H B
Alcalinidade	SMEWW 2320B
Dureza	SMEWW 2340B
Cor	SMEWW 2120C
Turbidez	SMEWW 2130B
Condutividade	SMEWW 2510B

Rio Claro, 17 de julho de 2017.



Mirtis I. A. Malagutti
Química – CRQ: PR 23.478/81

RELATÓRIO DE ANÁLISES QUÍMICAS– Nº 002/17

Interessado: Thelma – IGCE – UNESP – Campus Rio Claro

Material Entregue Declarado: Solução de Vinhaça Percolada

Natureza do Trabalho: Diversas Determinações

Referência: 11 amostras, abaixo identificadas Data Entrada: 13/02/2017, 20/03/2017 e 25/04/2017

RESULTADOS:

H ₂ L	Amostra	Temp.	Cond.
No.	Identif.	°C	µS/cm
	LQ		
011/17	RC1 – C1 – Vv1	25	23,8
012/17	RC1 – C2 – Vv1	25	11,0
013/17	RC1 – C3 – Vv1	25	71,8
014/17	RC1 – C4 – Vv1	25	1219
018/17	RC1 – C1 – Vv2	25	8,88
019/17	RC1 – C2 – Vv2	25	7,17
020/17	RC1 – C3 – Vv2	25	637
021/17	RC1 – C4 – Vv2	25	1500
025/17	RC2 – C5 – Vv1	25	12,1
026/17	RC2 – C6 – Vv1	25	6,05
027/17	RC2 – C7 – Vv1	25	18,0
028/17	RC2 – C8 – Vv1	25	802

H ₂ L	Amostra	F ⁻	Cl ⁻	NO ₂ ⁻	NO ₃ ⁻	SO ₄ ²⁻	Acetato	Br ⁻
No.	Identif.	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L
	LQ	0,010	0,010	0,020	0,040	0,020	0,10	0,030
011/17	RC1 – C1 – Vv1	< 0,010	2,93	< 0,020	0,22	< 0,020	6,35	< 0,030
012/17	RC1 – C2 – Vv1	< 0,010	0,94	< 0,020	0,21	< 0,020	1,13	< 0,030
013/17	RC1 – C3 – Vv1	< 0,010	13,2	< 0,020	4,79	< 0,020	11,3	< 0,030
014/17	RC1 – C4 – Vv1	< 0,010	374	< 0,020	24,9	0,64	17,9	< 0,030
018/17	RC1 – C1 – Vv2	0,015	1,18	< 0,020	0,24	0,092	0,30	< 0,030
019/17	RC1 – C2 – Vv2	0,020	0,95	0,028	0,25	0,061	< 0,10	< 0,030
020/17	RC1 – C3 – Vv2	< 0,010	175	< 0,020	1,13	0,36	13,1	< 0,030
021/17	RC1 – C4 – Vv2	5,00	183	< 0,020	< 0,040	7,94	259	< 0,030
025/17	RC2 – C5 – Vv1	0,038	0,72	< 0,020	0,14	0,065	3,39	< 0,030
026/17	RC2 – C6 – Vv1	0,071	0,88	< 0,020	0,22	0,055	< 0,10	< 0,030
027/17	RC2 – C7 – Vv1	< 0,010	0,97	< 0,020	0,26	0,060	8,99	< 0,030
028/17	RC2 – C8 – Vv1	< 0,010	246	< 0,020	4,28	< 0,020	14,2	< 0,030

H ₂ L	Amostra	Li	Na	NH ₄	K	Al	Ba	Be	Ca
No.	Identif.	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L
	LQ	0,010	0,10	0,050	0,10	0,005	0,001	0,005	0,003
011/17	RC1 – C1 – Vv1	< 0,010	0,90	0,10	3,11	0,013	0,004	< 0,005	0,29
012/17	RC1 – C2 – Vv1	< 0,010	0,93	< 0,050	0,85	0,009	0,001	< 0,005	0,21
013/17	RC1 – C3 – Vv1	< 0,010	1,75	0,42	0,71	0,085	0,020	< 0,005	4,75
014/17	RC1 – C4 – Vv1	< 0,010	6,09	4,30	70,0	0,26	0,72	< 0,005	91,6
018/17	RC1 – C1 – Vv2	< 0,010	0,72	0,54	1,34	0,094	< 0,001	< 0,005	0,15
019/17	RC1 – C2 – Vv2	< 0,010	0,93	0,35	0,88	0,006	< 0,001	< 0,005	0,076
020/17	RC1 – C3 – Vv2	< 0,010	2,92	8,27	59,3	0,14	0,26	< 0,005	34,9
021/17	RC1 – C4 – Vv2	< 0,010	0,51	9,05	427	0,028	0,38	< 0,005	30,0
025/17	RC2 – C5 – Vv1	< 0,010	0,86	0,074	0,58	0,077	0,002	< 0,005	0,25
026/17	RC2 – C6 – Vv1	< 0,010	1,20	< 0,050	0,93	0,044	< 0,001	< 0,005	0,15
027/17	RC2 – C7 – Vv1	< 0,010	1,05	0,080	0,59	0,058	0,004	< 0,005	0,51
028/17	RC2 – C8 – Vv1	< 0,010	4,40	2,583	41,4	0,26	0,51	< 0,005	47,2

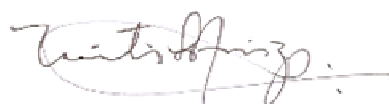
H ₂ L	Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Fe	Mg	Mn
No.	Identif.	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L
	LQ	0,005	0,003	0,003	0,004	0,005	0,002	0,001
011/17	RC1 – C1 – Vv1	< 0,005	< 0,003	< 0,003	< 0,004	< 0,005	0,063	0,013
012/17	RC1 – C2 – Vv1	< 0,005	< 0,003	< 0,003	< 0,004	< 0,005	0,041	0,005
013/17	RC1 – C3 – Vv1	< 0,005	< 0,003	< 0,003	< 0,004	< 0,005	2,02	0,35
014/17	RC1 – C4 – Vv1	< 0,005	0,014	< 0,003	< 0,004	< 0,005	49,7	3,81
018/17	RC1 – C1 – Vv2	< 0,005	< 0,003	< 0,003	< 0,004	< 0,005	0,013	0,006
019/17	RC1 – C2 – Vv2	< 0,005	< 0,003	< 0,003	< 0,004	< 0,005	0,012	0,006
020/17	RC1 – C3 – Vv2	< 0,005	0,010	< 0,003	0,004	0,086	15,6	3,16
021/17	RC1 – C4 – Vv2	< 0,005	0,006	< 0,003	< 0,004	3,59	18,5	1,62
025/17	RC2 – C5 – Vv1	< 0,005	< 0,003	< 0,003	< 0,004	< 0,005	0,045	0,010
026/17	RC2 – C6 – Vv1	< 0,005	< 0,003	< 0,003	< 0,004	< 0,005	0,013	< 0,001
027/17	RC2 – C7 – Vv1	< 0,005	< 0,003	< 0,003	< 0,004	< 0,005	0,10	0,022
028/17	RC2 – C8 – Vv1	< 0,005	0,007	< 0,003	< 0,004	< 0,005	34,9	3,03

H ₂ L	Amostra	Mo	Ni	P	Pb	Si	Sn	Sr	V	Zn
No.	Identif.	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L
	LQ	0,005	0,003	0,005	0,005	0,060	0,005	0,005	0,003	0,005
011/17	RC1 – C1 – Vv1	< 0,005	< 0,003	0,010	< 0,005	1,22	< 0,005	< 0,005	< 0,003	0,12
012/17	RC1 – C2 – Vv1	< 0,005	< 0,003	< 0,005	< 0,005	1,19	< 0,005	< 0,005	< 0,003	0,035
013/17	RC1 – C3 – Vv1	< 0,005	< 0,003	0,007	< 0,005	1,53	< 0,005	0,014	< 0,003	0,53
014/17	RC1 – C4 – Vv1	< 0,005	0,008	0,021	< 0,005	2,35	< 0,005	0,25	< 0,003	3,37
018/17	RC1 – C1 – Vv2	< 0,005	< 0,003	0,011	< 0,005	1,87	< 0,005	< 0,005	< 0,003	0,49
019/17	RC1 – C2 – Vv2	< 0,005	< 0,003	0,013	< 0,005	2,05	< 0,005	< 0,005	< 0,003	0,12
020/17	RC1 – C3 – Vv2	< 0,005	0,004	0,016	< 0,005	4,38	< 0,005	0,11	< 0,003	6,85
021/17	RC1 – C4 – Vv2	< 0,005	0,003	0,031	< 0,005	5,16	< 0,005	0,075	< 0,003	3,66
025/17	RC2 – C5 – Vv1	< 0,005	< 0,003	0,007	< 0,005	1,22	< 0,005	< 0,005	< 0,003	0,051
026/17	RC2 – C6 – Vv1	< 0,005	< 0,003	0,006	< 0,005	1,02	< 0,005	< 0,005	< 0,003	0,012
027/17	RC2 – C7 – Vv1	< 0,005	< 0,003	0,010	< 0,005	1,47	< 0,005	< 0,005	< 0,003	0,056
028/17	RC2 – C8 – Vv1	< 0,005	0,004	0,019	< 0,005	1,87	< 0,005	0,19	< 0,003	0,28

LQ= limite de quantificação < LQ: valor não quantificado Branco de análise: < LQ

Parâmetro Analítico	Método Analítico
Alumínio, Bário, Berílio, Cálcio, Cádmio, Cobalto, Crômio, Cobre, Ferro, Magnésio, Manganês, Molibdênio, Níquel, Fósforo, Chumbo, Silício, Estanho, Estrôncio, Vanádio, Zinco.	SMEWW 3120B
Fluoreto, Cloreto, Nitrito, Nitrato, Fosfato, Sulfato, Brometo	EPA 300.0 – 300.1
pH (a 25°C)	SMEWW 4500 H B
Alcalinidade	SMEWW 2320B
Dureza	SMEWW 2340B
Cor	SMEWW 2120C
Turbidez	SMEWW 2130B
Condutividade	SMEWW 2510B

Rio Claro, 02 de junho de 2017.



Mirtis I. A. Malagutti
Química – CRQ: PR 23.478/81

RELATÓRIO DE ANÁLISES QUÍMICAS– Nº 007/17

Interessado: Thelma – IGCE – UNESP – Campus Rio Claro

Material Entregue Declarado: Solução de Vinhaça Percolada

Natureza do Trabalho: Diversas Determinações

Referência: 12 amostras, abaixo identificadas

Data Entrada: 29/05/2017 e 31/05/2017

RESULTADOS:

H ₂ L	Amostra	Temp.	Cond.
No.	Identif.	°C	µS/cm
	LQ		
063/17	RC2 – C5 – Vv2	25	11,0
064/17	RC2 – C6 – Vv2	25	6,58
065/17	RC2 – C7 – Vv2	25	710
066/17	RC2 – C8 – Vv2	25	1790
067/17	RC3 – C1 – Vv1	25	10,8
068/17	RC3 – C2 – Vv1	25	12,9
069/17	RC3 – C3 – Vv1	25	58,5
070/17	RC3 – C4 – Vv1	25	1038
106/17	RC3 – C1 – Vv2	25	8,32
107/17	RC3 – C2 – Vv2	25	7,55
108/17	RC3 – C3 – Vv2	25	651
109/17	RC3 – C4 – Vv2	25	1642

H ₂ L	Amostra	F ⁻	Cl ⁻	NO ₂ ⁻	NO ₃ ⁻	SO ₄ ²⁻	Acetato	Br ⁻
No.	Identif.	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L
	LQ	0,010	0,010	0,020	0,040	0,020	0,10	0,030
063/17	RC2 – C5 – Vv2	< 0,010	1,37	< 0,020	0,13	0,061	2,08	< 0,030
064/17	RC2 – C6 – Vv2	< 0,010	0,93	< 0,020	0,069	0,071	< 0,10	< 0,030
065/17	RC2 – C7 – Vv2	< 0,010	189	< 0,020	< 0,040	< 0,020	13,2	< 0,030
066/17	RC2 – C8 – Vv2	1,61	271	< 0,020	< 0,040	1,96	349	< 0,030
067/17	RC3 – C1 – Vv1	< 0,010	0,88	< 0,020	0,21	0,069	3,78	< 0,030
068/17	RC3 – C2 – Vv1	0,13	0,63	< 0,020	0,19	0,044	6,45	< 0,030
069/17	RC3 – C3 – Vv1	0,11	11,9	< 0,020	1,11	0,061	9,72	< 0,030
070/17	RC3 – C4 – Vv1	0,93	311	< 0,020	6,48	< 0,020	11,4	< 0,030
106/17	RC3 – C1 – Vv2	0,028	1,22	0,032	0,26	0,066	< 0,10	< 0,030
107/17	RC3 – C2 – Vv2	0,017	0,82	0,090	0,073	0,048	0,67	< 0,030
108/17	RC3 – C3 – Vv2	< 0,010	178	< 0,020	< 0,040	< 0,020	7,96	< 0,030
109/17	RC3 – C4 – Vv2	0,96	261	< 0,020	< 0,040	3,87	321	< 0,030

H ₂ L	Amostra	Li	Na	NH ₄	K	Al	Ba	Be	Ca
No.	Identif.	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L
	LQ	0,010	0,10	0,050	0,10	0,005	0,001	0,005	0,003
063/17	RC2 – C5 – Vv2	< 0,010	0,54	0,77	1,30	< 0,005	0,004	< 0,005	0,12
064/17	RC2 – C6 – Vv2	< 0,010	0,78	0,36	0,78	0,008	< 0,001	< 0,005	0,15
065/17	RC2 – C7 – Vv2	< 0,010	3,39	8,73	82,0	0,22	0,45	< 0,005	27,8
066/17	RC2 – C8 – Vv2	< 0,010	1,07	10,1	486	0,074	0,61	< 0,005	43,0
067/17	RC3 – C1 – Vv1	< 0,010	0,87	0,066	0,90	0,031	0,002	< 0,005	0,16
068/17	RC3 – C2 – Vv1	< 0,010	0,88	0,089	0,51	0,007	0,003	< 0,005	0,23
069/17	RC3 – C3 – Vv1	< 0,010	1,55	0,28	1,32	0,094	0,030	< 0,005	3,06
070/17	RC3 – C4 – Vv1	< 0,010	5,18	2,46	71,6	0,53	0,76	< 0,005	64,8
106/17	RC3 – C1 – Vv2	< 0,010	0,94	0,21	1,27	< 0,005	< 0,001	< 0,005	0,055
107/17	RC3 – C2 – Vv2	< 0,010	1,02	0,33	0,56	< 0,005	0,001	< 0,005	0,098
108/17	RC3 – C3 – Vv2	< 0,010	3,03	2,84	79,4	0,25	0,45	< 0,005	28,6
109/17	RC3 – C4 – Vv2	< 0,010	1,09	4,89	435	0,10	0,68	< 0,005	39,7

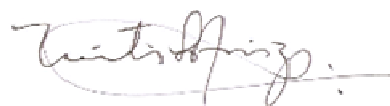
H ₂ L	Amostra	Cd	Co	Cr	Cu	Fe	Mg	Mn
No.	Identif.	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L
	LQ	0,005	0,003	0,003	0,004	0,005	0,002	0,001
063/17	RC2 – C5 – Vv2	< 0,005	< 0,003	< 0,003	< 0,004	< 0,005	0,024	0,013
064/17	RC2 – C6 – Vv2	< 0,005	< 0,003	< 0,003	< 0,004	0,039	0,019	0,010
065/17	RC2 – C7 – Vv2	< 0,005	0,013	< 0,003	0,005	0,18	22,0	4,07
066/17	RC2 – C8 – Vv2	< 0,005	0,008	< 0,003	< 0,004	27,0	29,8	2,61
067/17	RC3 – C1 – Vv1	< 0,005	< 0,003	< 0,003	< 0,004	0,005	0,057	0,009
068/17	RC3 – C2 – Vv1	< 0,005	< 0,003	< 0,003	< 0,004	< 0,005	0,064	0,013
069/17	RC3 – C3 – Vv1	< 0,005	< 0,003	< 0,003	< 0,004	< 0,005	2,14	0,42
070/17	RC3 – C4 – Vv1	< 0,005	0,012	< 0,003	0,005	< 0,005	48,7	4,64
106/17	RC3 – C1 – Vv2	< 0,005	< 0,003	< 0,003	< 0,004	< 0,005	0,014	0,006
107/17	RC3 – C2 – Vv2	< 0,005	< 0,003	< 0,003	< 0,004	0,017	0,019	0,013
108/17	RC3 – C3 – Vv2	< 0,005	0,013	< 0,003	< 0,004	0,14	20,9	4,26
109/17	RC3 – C4 – Vv2	< 0,005	0,008	< 0,003	< 0,004	14,7	27,8	2,41

H ₂ L	Amostra	Mo	Ni	P	Pb	Si	Sn	Sr	V	Zn
No.	Identif.	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L
	LQ	0,005	0,003	0,005	0,005	0,060	0,005	0,005	0,003	0,005
063/17	RC2 – C5 – Vv2	< 0,005	< 0,003	< 0,005	< 0,005	2,15	< 0,005	< 0,005	< 0,003	0,85
064/17	RC2 – C6 – Vv2	< 0,005	< 0,003	< 0,005	< 0,005	2,19	< 0,005	< 0,005	< 0,003	0,11
065/17	RC2 – C7 – Vv2	< 0,005	0,005	< 0,005	< 0,005	5,31	< 0,005	0,15	< 0,003	2,49
066/17	RC2 – C8 – Vv2	< 0,005	0,004	0,010	< 0,005	5,35	< 0,005	0,13	< 0,003	2,00
067/17	RC3 – C1 – Vv1	< 0,005	< 0,003	< 0,005	< 0,005	1,37	< 0,005	< 0,005	< 0,003	0,034
068/17	RC3 – C2 – Vv1	< 0,005	< 0,003	< 0,005	< 0,005	1,43	< 0,005	< 0,005	< 0,003	0,041
069/17	RC3 – C3 – Vv1	< 0,005	< 0,003	< 0,005	< 0,005	1,63	< 0,005	0,015	< 0,003	0,12
070/17	RC3 – C4 – Vv1	< 0,005	0,005	0,005	< 0,005	2,53	< 0,005	0,28	< 0,003	0,36
106/17	RC3 – C1 – Vv2	< 0,005	< 0,003	< 0,005	< 0,005	2,02	< 0,005	< 0,005	< 0,003	0,27
107/17	RC3 – C2 – Vv2	< 0,005	< 0,003	< 0,005	< 0,005	2,19	< 0,005	< 0,005	< 0,003	0,36
108/17	RC3 – C3 – Vv2	< 0,005	0,004	< 0,005	< 0,005	5,30	< 0,005	0,15	< 0,003	1,98
109/17	RC3 – C4 – Vv2	< 0,005	0,004	< 0,005	< 0,005	5,57	< 0,005	0,13	< 0,003	1,25

LQ= limite de quantificação < LQ: valor não quantificado Branco de análise: < LQ

Parâmetro Analítico	Método Analítico
Alumínio, Bário, Berílio, Cálcio, Cádmio, Cobalto, Crômio, Cobre, Ferro, Magnésio, Manganês, Molibdênio, Níquel, Fósforo, Chumbo, Silício, Estanho, Estrôncio, Vanádio, Zinco.	SMEWW 3120B
Fluoreto, Cloreto, Nitrito, Nitrato, Fosfato, Sulfato, Brometo	EPA 300.0 – 300.1
pH (a 25°C)	SMEWW 4500 H B
Alcalinidade	SMEWW 2320B
Dureza	SMEWW 2340B
Cor	SMEWW 2120C
Turbidez	SMEWW 2130B
Condutividade	SMEWW 2510B

Rio Claro, 17 de julho de 2017.



Mirtis I. A. Malagutti
Química – CRQ: PR 23.478/81

RELATÓRIO DE ANÁLISES QUÍMICAS– Nº 011/17

Interessado: Thelma – IGCE – UNESP – Campus Rio Claro

Material Entregue Declarado: Solução de Vinhaça Percolada

Natureza do Trabalho: Determinação de Nitrogênio

Referência: 27 amostras, abaixo identificadas

Data Entrada: 13/02/2017, 20/03/2017, 25/04/2017, 29/05/2017 e 31/05/2017

RESULTADOS:

H ₂ L	Amostra	N (NO ₂)	N (NO ₃)	N (NH ₄)
No.	Identif.	mg/L	mg/L	mg/L
	LQ	0,006	0,009	0,040
011/17	RC1 – C1 – Vv1	< 0,006	0,050	0,078
012/17	RC1 – C2 – Vv1	< 0,006	0,047	< 0,040
013/17	RC1 – C3 – Vv1	< 0,006	1,08	0,33
014/17	RC1 – C4 – Vv1	< 0,006	5,62	3,34
015/17	Vinhaça 1	< 0,006	< 0,009	NA
018/17	RC1 – C1 – Vv2	< 0,006	0,054	0,42
019/17	RC1 – C2 – Vv2	0,008	0,056	0,27
020/17	RC1 – C3 – Vv2	< 0,006	0,26	6,42
021/17	RC1 – C4 – Vv2	< 0,006	< 0,009	7,03
025/17	RC2 – C5 – Vv1	< 0,006	0,032	0,057
026/17	RC2 – C6 – Vv1	< 0,006	0,050	< 0,040
027/17	RC2 – C7 – Vv1	< 0,006	0,059	0,062
028/17	RC2 – C8 – Vv1	< 0,006	0,97	2,01
029/17	Vinhaça 2	< 0,006	< 0,009	NA
063/17	RC2 – C5 – Vv2	< 0,006	0,029	0,60
064/17	RC2 – C6 – Vv2	< 0,006	0,016	0,28
065/17	RC2 – C7 – Vv2	< 0,006	< 0,009	6,78
066/17	RC2 – C8 – Vv2	< 0,006	< 0,009	7,84
067/17	RC3 – C1 – Vv1	< 0,006	0,047	0,051
068/17	RC3 – C2 – Vv1	< 0,006	0,043	0,069
069/17	RC3 – C3 – Vv1	< 0,006	0,25	0,22
070/17	RC3 – C4 – Vv1	< 0,006	1,46	1,91
071/19	Vinhaça 3	< 0,006	< 0,009	NA
106/17	RC3 – C1 – Vv2	0,010	0,059	0,16
107/17	RC3 – C2 – Vv2	0,027	0,016	0,26
108/17	RC3 – C3 – Vv2	< 0,006	< 0,009	2,21
109/17	RC3 – C4 – Vv2	< 0,006	< 0,009	3,80

LQ= limite de quantificação < LQ: valor não quantificado Branco de análise: < LQ

NA = não analisado

Av. 24A nº 1515 - CEP 13506-900 - Rio Claro - SP - Brasil - Cx. Postal, 178 ☎ Fone (19) 3526-9310 Fax (19) 3532-5119

e-mail: lebac@rc.unesp.br

Página 1 de 2

Parâmetro Analítico	Método Analítico
Alumínio, Bário, Berílio, Cálcio, Cádmiu, Cobalto, Crômio, Cobre, Ferro, Magnésio, Manganês, Molibdênio, Níquel, Fósforo, Chumbo, Silício, Estanho, Estrôncio, Vanádio, Zinco.	SMEWW 3120B
Fluoreto, Cloreto, Nitrito, Nitrato, Fosfato, Sulfato, Brometo	EPA 300.0 – 300.1
pH (a 25°C)	SMEWW 4500 H B
Alcalinidade	SMEWW 2320B
Dureza	SMEWW 2340B
Cor	SMEWW 2120C
Turbidez	SMEWW 2130B
Condutividade	SMEWW 2510B

Rio Claro, 19 de julho de 2017.



Mirtis I. A. Malagutti
Química – CRQ: PR 23.478/81

RELATÓRIO DE ANÁLISES QUÍMICAS– Nº 010/17

Interessado: Thelma – IGCE – UNESP – Campus Rio Claro

Material Entregue Declarado: Solução de Vinhaça Percolada

Natureza do Trabalho: Determinação de Sólidos Totais Dissolvidos

Referência: 27 amostras, abaixo identificadas

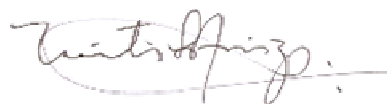
Data Entrada: 13/02/2017, 20/03/2017, 25/04/2017, 29/05/2017 e 31/05/2017

RESULTADOS:

H ₂ L	Amostra	STD
No.	Identif.	mg/L
	LQ	
011/17	RC1 – C1 – Vv1	19,5
012/17	RC1 – C2 – Vv1	8,42
013/17	RC1 – C3 – Vv1	43,7
014/17	RC1 – C4 – Vv1	653
015/17	Vinhaça 1	14474
018/17	RC1 – C1 – Vv2	11,83
019/17	RC1 – C2 – Vv2	8,88
020/17	RC1 – C3 – Vv2	338
021/17	RC1 – C4 – Vv2	960
025/17	RC2 – C5 – Vv1	8,92
026/17	RC2 – C6 – Vv1	5,76
027/17	RC2 – C7 – Vv1	15,9
028/17	RC2 – C8 – Vv1	403
029/17	Vinhaça 2	13657
063/17	RC2 – C5 – Vv2	14,8
064/17	RC2 – C6 – Vv2	9,06
065/17	RC2 – C7 – Vv2	367
066/17	RC2 – C8 – Vv2	1237
067/17	RC3 – C1 – Vv1	11,8
068/17	RC3 – C2 – Vv1	12,9
069/17	RC3 – C3 – Vv1	36,2
070/17	RC3 – C4 – Vv1	535
071/19	Vinhaça 3	14509
106/17	RC3 – C1 – Vv2	10,5
107/17	RC3 – C2 – Vv2	10,5
108/17	RC3 – C3 – Vv2	341
109/17	RC3 – C4 – Vv2	1127

Parâmetro Analítico	Método Analítico
Alumínio, Bário, Berílio, Cálcio, Cádmio, Cobalto, Crômio, Cobre, Ferro, Magnésio, Manganês, Molibdênio, Níquel, Fósforo, Chumbo, Silício, Estanho, Estrôncio, Vanádio, Zinco.	SMEWW 3120B
Fluoreto, Cloreto, Nitrito, Nitrato, Fosfato, Sulfato, Brometo	EPA 300.0 – 300.1
pH (a 25°C)	SMEWW 4500 H B
Alcalinidade	SMEWW 2320B
Dureza	SMEWW 2340B
Cor	SMEWW 2120C
Turbidez	SMEWW 2130B
Condutividade	SMEWW 2510B

Rio Claro, 27 de outubro de 2017.



Mirtis I. A. Malagutti
Química – CRQ: PR 23.478/81

RELATÓRIO DE ANÁLISES QUÍMICAS

Interessado: Thelma Maria Ferreira / Prof. Chang Hung Kiang

Natureza do Trabalho: Análise de Carbono Orgânico Total

Material Entregue Declarado: vinhaça

Referência: 14 amostras, abaixo identificadas

Entrada no laboratório: 17/03/17; 17/04/17; 25/04/17.

RESULTADOS

Amostra / identificação	Resultado mg/L(ppm)
RC1-C1-Vv1	4,54
RC1-C2-Vv1	15,9
RC1-C3-Vv1	188
RC1-C4-Vv1	485
Vinhaça 1	10300
RC1-C1-Vv2	7,85
RC1-C2-Vv2	16,4
RC1-C3-Vv2	63,3
RC1-C4-Vv2	377
RC2-C5-Vv1	7,16
RC2-C6-Vv1	24,1
RC2-C7-Vv1	182
RC2-C8-Vv1	382
Vinhaça 2	9700

Equipamento: Analisador de carbono orgânico total Marca: GE, modelo: Sievers Innovox equipado com amostrador automático (GE- Sievers InnovOx TOC Analyzer with autosampler)

A **Calibração** foi realizada com cinco soluções de biftalato de potássio (*potassium biphthalate* $C_8H_5KO_4$) com os seguintes valores de concentração: 1; 2; 5; 10 e 20ppm.

Rio Claro, 02 de maio de 2017.



Luciana Polese

UNESP-CEA-Lebac

RELATÓRIO DE ANÁLISES QUÍMICAS

Interessado: Thelma Maria Ferreira / Prof. Chang Hung Kiang

Natureza do Trabalho: Análise de Carbono Orgânico Total

Material Entregue Declarado: vinhaça

Referência: 13 amostras, abaixo identificadas

Entrada no laboratório: 26/05/17; 31/05/17; 30/06/17.

RESULTADOS

Amostra / identificação	Resultado mg/L(ppm)
RC2-C5-Vv2	6,3
RC2-C6-Vv2	12,3
RC2-C7-Vv2	88,2
RC2-C8-Vv2	498
RC3-C1-Vv1	6,1
RC3-C2-Vv1	21,9
RC3-C3-Vv1	168
RC3-C4-Vv1	437
Vinhaça 3	10250
RC3-C1-Vv2	8,1
RC3-C2-Vv2	18,7
RC3-C3-Vv2	50,8
RC3-C4-Vv2	323

Equipamento: Analisador de carbono orgânico total Marca: GE, modelo: Sievers Innovox equipado com amostrador automático (GE- Sievers InnovOx TOC Analyzer with autosampler)

A **Calibração** foi realizada com cinco soluções de biftalato de potássio (*potassium biphthalate* $C_8H_5KO_4$) com os seguintes valores de concentração: 1; 2; 5; 10 e 20ppm.

Rio Claro, 31 de julho de 2017.



Luciana Polese

UNESP-CEA-Lebac