

SOLOS INCORPORADOS DE VINHAÇA E SEU TEOR DE BASES

OCTAVIO VALSECHI
e
FREDERICO PIMENTEL GOMES

Trabalho apresentado ao
2.º Congresso Panamericano de Agronomia

ÍNDICE

1 — Introdução	136
2 — Material e Métodos	136
3 — Resultados Obtidos	139
4 — Discussão	152
5 — Resumo	154
6 — Conclusões	155
7 — Abstract	156
8 — Agradecimentos	157
9 — Bibliografia	157

1 — INTRODUÇÃO

A incorporação de vinhaça, resíduo da destilação de álcool, ao solo, determina um aumento no seu teor de bases trocáveis assim como de sua capacidade total de troca, isto é, de seus valores "S" e "T" respectivamente.

Algumas dúvidas surgiram em relação à determinação desses valores. Solos tratados com altas doses de vinhaça, apresentavam "T" (todo) menor do que "S" (parte). Algumas modificações nos métodos foram sugeridas para evitar isso, mas se ignorava se dariam ou não resultado. Por essa razão resolveram os autores empreender a presente investigação para esclarecer o assunto.

Sentir-se-ão satisfeitos se este fim fôr alcançado.

2 — MATERIAL E MÉTODOS

2.1. — *Planejamento e execução* : — Tomou-se do campo experimental da Seção Técnica de Química Agrícola da Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz" de Piracicaba, cerca de um metro cúbico de solo, que, depois de seco à sombra, foi uniformizado e passado em peneira de 2 mm.

A seguir, 20 vasos de ferro zincado, numerados de 1 a 20 e munidos dos respectivos coletores, receberam terra na proporção de 6 quilos cada um. Isto feito, foram os vasos divididos em 5 grupos, sendo reservado a cada um deles tratamento adequado, como se segue :

Primeiro grupo (vasos 1, 2, 3 e 4) : testemunhas;

Segundo grupo (vasos 5, 6, 7 e 8) : incorporação de vinhaça em volume equivalente a 250.000 litros por hectare;

Terceiro grupo (vasos 9, 10, 11 e 12) : idem ao anterior, aumentando a dose para 500.000 litros;

Quarto grupo (vasos 13, 14, 15 e 16) : idem, com 750.000 litros;

Quinto grupo (vasos 17, 18, 19 e 20) : idem, com 1.000.000 litros.

O volume de vinhaça introduzido em cada vaso foi calculado segundo a técnica usada por ROCHA DE ALMEIDA e colaboradores (1). Tais volumes foram : 0,0 ml; 785,0 ml; 1.570,0 ml; 2.355,0 ml e 3.140,0 ml, respectivamente, para cada vaso do primeiro, segundo, terceiro, quarto e quinto grupos.

Afim de uniformizar o volume de líquido a incorporar em cada vaso, completou-se o mesmo em todos os casos (exceto o quinto) com água destilada, a 3.140,0 ml.

Efetuiu-se a adição do volume total de líquido nos vasos, tendo havido em todos êles percolação para o coletor correspondente. Quanto mais concentrado em vinhaça era o líquido a incorporar mais demorado era o tempo de percolação. Tôdas as manhãs, procedia-se à devolução do percolado à parte superior do vaso respectivo. Essa devolução foi repetida até que a impregnação completa da vinhaça pelos 6 quilos de terra se verificasse. O trabalho foi iniciado em 18-8-1952, tendo a terra sido retirada dos vasos em 2-12 do mesmo ano (106 dias após) e posta a secar em bandejas de ferro zincado até 12-12 (10 dias). Tanto a incorporação da vinhaça nos vasos como a sua posterior secagem, efetuou-se sempre à sombra.

Depois de seca ao ar, a terra foi de novo peneirada, agora em peneira de 0,5mm, e posta em vidros etiquetados para as devidas análises.

Para cada determinação retirou-se dos vidros correspondentes, 4 amostras. Por êsse processo, portanto teve-se 4 repetições para cada tipo de tratamento e 4 determinações, dentro de cada repetição, num total de 16 análises por tratamento.

2.2. — Métodos químicos empregados :

2.2.1. — *Método baseado na lixiviação com cloreto de bário normal* : As determinações por êsse processo foram baseadas nas técnicas recomendadas por PARKER (8).

2.2.2. — *Método baseado na lixiviação com cloreto de amônio normal* : Desejando os autores obter o valor de "T" também por destilação a partir da terra tratada como no método de Parker, imaginaram lavar o excesso de NH_4Cl do solo amônio-saturado da última fase do processo anterior (2.2.1.), com álcool de 90° G. L. Isto conseguido, o solo foi pôsto num balão de Kjeldahl de destilação, sendo tratado como para 1.47 de A. O. A. C. (2) adiante referido.

2.2.3. — *Método baseado na lixiviação com acetato de amônio neutro e normal* : — As técnicas seguidas foram as recomendadas por A. O. A. C. (2) em 1.33, 1.34, 1.45, 1.46, 1.47 e 1.48. Para maior segurança, no processo de destilação (1.46 de A. O. A. C.) em corrente de vapor, o balão de Kjeldahl, em vez de se ligar diretamente ao condensador por meio de um tubo simples, foi munido de um bulbo de conexão, como se pode observar na fotografia n. 1.

2.2.4. — *Sais solúveis em álcool a 40° G.L.* : — Uma série de análises foi efetuada, segundo os mesmos processos indicados em (2.2.3.), tendo-se porém o cuidado de efetuar antes uma lavagem da terra com álcool a 40° G.L. Para tanto, séries de 10 g de terra, em balões Erlenmeyer de 300 ml, foram tratadas

com 100 ml de álcool a 40° G.L., por uma hora e com agitações de 15 em 15 minutos. A seguir o conteúdo de cada vaso Erlenmeyer foi passado quantitativamente através de funil de filtração, lavando-se o seu conteúdo com álcool a 40° G.L. O filtrado recebido em vaso Pyrex, de forma alta, de 400 ml, até um volume de 250 ml, foi cuidadosamente evaporado a seco em chapa quente. A matéria orgânica foi queimada em forno elétrico

a 550°C. O resíduo foi dissolvido com HCl $\frac{N}{10}$ e titulado o ex-

cesso com NaOH $\frac{N}{10}$, como o indicado em 1.34 de A. O. A. C.

(2). Os resultados expressos em miliequivalentes para 100 g de terra, representam os sais desse solo.

2.2.5. — *Sais solúveis em água*: — Levando ao exagêro as considerações relativas a (2.2.4.), uma outra série de análises foi realizada, lavando-se antes a terra com água (mesmo processo anterior) e depois com álcool a 40° G.L. Os resultados expressos em miliequivalentes para 100 g de solo foram tomados em separado, como sais solúveis em água e sais solúveis em álcool a 40° G.L.

2.2.6. — *Valor índice pH*: — Afim de verificar se havia alguma correlação entre os valores "T" obtidos por destilação, que, em alguns casos, eram menores do que "S", e os do índice pH, esta análise foi feita, usando-se o processo eletrométrico, com o potenciômetro Cambridge, de eletrodo de vidro, segundo a técnica internacional (4).

2.2.7. — *Pesquisa de amoníaco*: — Tendo suposto os autores que nos solos tratados com vinhaça e que apresentassem pH correspondente à faixa alcalina, houvesse durante a fase de lavagem com álcool a 90° G.L., na determinação de "T" (1.47 de A. O. A. C.) (2), uma perda de amoníaco para a atmosfera, improvisaram um aparelho (fotografia n.2) no qual essa lavagem era efetuada de modo tal que qualquer gás desprendido fosse obrigado a borbulhar em reativo de Nessler.

2.2.8. — *Preparo de soluções*: Os reativos necessários a cada série de análises foram preparados em volume suficiente para tôdas as determinações, de modo a evitar possíveis influências devidas a mínimas diferenças de concentração dos mesmos.

2.3. — *Métodos estatísticos*: — O experimento tinha 5 tratamentos, com 4 repetições, num total de 20 parcelas (vasos), dispostos inteiramente ao acaso. Daí decorreu a técnica segui-

da para a análise da variância. Para o estudo do efeito dos tratamentos, pareceu conveniente determinar as equações de regressão, o que foi feito pelo método clássico dos polinômios ortogonais, tal como está exposto por FISHER (5) e FISHER e YATES (6). Para as componentes da variância, o método corrente foi utilizado, tal como foi apresentado, por exemplo, por KEMPTHORNE (7).

3 — RESULTADOS OBTIDOS

3.1. — *Resultados gerais médios*: — Constam do quadro I as médias dos tratamentos estudados. Cada média foi calculada a partir de 16 dados, correspondentes a 4 determinações feitas em cada uma das 4 repetições.

3.2 — *Resultados relativos a "T"*: — Pelo exposto em 2.2. e seguintes verifica-se que no presente trabalho os valores de "T" foram conseguidos por diversos processos. Por essa razão diversas classes de valores "T" foram obtidas e estudadas separadamente, como se pode ver adiante.

3.2.1. — *Resultados Relativos a "T" obtidos pelo método de Parker*: — A análise de variância dos dados de "T" obtidos pelo método de Parker, nos possibilitou a apresentação do quadro II contendo o seu resumo estatístico.

QUADRO II

Causa de Variação	G. L.	S. Q.	Q. M.
Componente linear	1	284,6223	284,622 ***
" quadrática	1	0,1716	0,172
" de 3º grau	1	5,0056	5,006 ***
" de 4º grau	1	0,0605	0,061
Tratamentos	(4)	(289,86)	—
Erro (a)	15	0,93	0,0620
Vasos	(19)	(290,79)	—
Erro (b)	60	1,83	0,0305
Total	79	292,62	—

A observação dos dados do quadro II nos revela uma significância das componentes linear e de 3º grau, de um por mil. Deixando de lado, entretanto a componente de 3º grau que é, no caso, pouco importante, pode-se apresentar a equação:

$$Y = 4,85 + 1,334x$$

na qual Y representa o valor "T" procurado e x , que assume os valores $-2, -1, 0, 1$ e 2 , corresponde ao tratamento proporcionado, ou seja :

$x = -2 =$	0 l de vinhaça por hectare = testemunha
$x = -1 =$	250.000 l de vinhaça por hectare
$x = 0 =$	500.000 l de vinhaça por hectare
$x = 1 =$	750.000 l de vinhaça por hectare
$x = 2 =$	1.000.000 l de vinhaça por hectare

Pela equação acima nota-se que o valor "T", neste caso, cresce constantemente com a quantidade de vinhaça adicionada ao solo. Se incluímos as componentes de 2º e 3º grau a equação será :

$$Y = 4,906 + 1,935x - 0,028x^2 - 0,177x^3.$$

Verifica-se então que o valor de "T" tende a estabilizar-se nas proximidades de $x = -2$ e $x = 2$, crescendo bastante entre estes valores.

A análise da variância dada acima pressupõe o modelo matemático

$$Y_{ijk} = g + t_i + e_{ij} + e_{ijk}$$

em que g é a média geral, t_i é o efeito dos tratamentos, e_j é uma variável aleatória normalmente distribuída com média zero e variância σ_1^2 , e, e_{ijk} é uma variável, também aleatória, com distribuição normal, de média zero e variância σ^2 . Então o quadrado médio correspondente ao erro (a), igual a 0,0620, é uma estimativa de $\sigma^2 + 4\sigma_1^2$ e o erro (b), que é igual a 0,0305, estima σ^2 . Segue-se que :

$$\hat{\sigma}^2 = 0,0305,$$

$$\hat{\sigma}_1^2 = \frac{0,0620 - 0,0305}{4} = 0,0079.$$

Usamos o circunflexo para indicar que se trata de estimativa.

As estimativas obtidas para as duas componentes do erro nos permitem calcular que com uma só determinação por vaso, o erro (a) será :

$$4\sigma^2 + 4\sigma_1^2 = 0,1536.$$

Com duas determinações, teríamos para o erro (a) :

$$2\sigma^2 + 4\sigma_1^2 = 0,0926 .$$

Com quatro determinações, como no presente caso, temos :

$$\sigma^2 + 4\sigma_1^2 = 0,0620 .$$

Verifica-se, pois, que com duas determinações por vaso e até com uma só teríamos um experimento bastante preciso e muito menos trabalhoso.

3.2.2. — *Resultados relativos a "T" obtidos pelo método de Parker modificado* : — Como para o caso anterior pudemos organizar o quadro III.

QUADRO III

Causa de Variação	G. L.	S. Q.	Q. M.
Componente linear	1	47,0890	47,089 ***
" quadrática	1	2,4864	2,486 ***
" de 3° e 4° grau	2	0,0946	0,047
Tratamentos	(4)	(49,67)	—
Erro (a)	15	1,67	0,1113
Vasos	(19)	(51,34)	—
Erro (b)	60	2,12	0,0353
Total	79	53,46	—

Do exposto pode-se verificar que apresentam significância sômente as componentes de 1° e de 2° grau. A equação é :

$$Y = 3,46 + 0,543x - 0,0105x^2 .$$

Sendo a semi-soma das raízes igual a 2,58, nota-se que o valor de "T" tende a estabilizar-se, depois de crescer com as doses de vinhaça.

Como estimativas das componentes de variância temos :

$$\hat{\sigma}^2 = 0,0353 \text{ e}$$

$$\hat{\sigma}_1^2 = 0,0190 .$$

3.2.3. — *Resultados relativos a "T" obtidos pelo método A. O. A. C.* : — Os dados do quadro IV apresentam o resumo estatístico da presente análise.

QUADRO IV

Causa de Variação	G. L.	S. Q.	Q. M.
Componente linear	1	22,2010	22,201 ***
" quadrática	1	0,5402	0,540
" de 3º e 4º grau	2	0,5588	0,279
Tratamentos	(4)	(23,30)	—
Erro (a)	15	2,59	0,173
Vasos	(19)	(25,89)	—
Erro (b)	60	1,90	0,0317
Total	79	27,79	—

Nêste caso sômente a componente linear é significante. A equação representativa será :

$$Y = 4,01 + 0,373x .$$

As estimativas das componentes da variância são :

$$\hat{\sigma}^2 = 0,0317 \text{ e}$$

$$\hat{\sigma}_1^2 = 0,0371 .$$

Verifica-se, fãcilmente, que uma só determinação por vaso seria suficiente.

3.2.4. — *Resultados relativos a "T" obtidos pelo método A. O. A. C. tendo-se lavado antes o solo com álcool etílico a 40º G.L. :* — O quadro V contém o resumo estatístico da presente análise.

QUADRO V

Causa de Variação	G. L.	S. Q.	Q. M.
Componente linear	1	22,8010	22,801 ***
" quadrática	1	3,3029	3,303 ***
" de 3º e 4º grau	2	0,4061	0,203
Tratamentos	(4)	(26,51)	—
Erro (a)	15	2,01	0,134
Vasos	(19)	(28,52)	—
Erro (b)	60	4,04	0,067
Total	79	32,56	—

A equação representativa é dada pela fórmula :

$$Y = 4,29 + 0,378x - 0,121x^2 .$$

A semi-soma das raízes é igual a 1,56; logo, também neste caso o valor de "T" cresce com as doses aplicadas de vinhaça, mas tende a estabilizar-se posteriormente.

Ainda temos :

$$\hat{\sigma}^2 = 0,067 \text{ e}$$

$$\hat{\sigma}_1^2 = 0,017 .$$

3.2.5. — *Resultados relativos a "T" obtidos pelo método A. O. A. C. tendo-se lavado antes o solo com água e com álcool etílico a 40° G.L. : — Como para os casos anteriores temos o quadro VI.*

QUADRO VI

Causa de Variação	G. L.	S. Q.	Q. M.
Componente linear	1	13,4560	13,456 ***
" quadrática	1	1,4145	1,415 ***
" de 3º e 4º grau	2	0,8295	0,415 ***
Tratamentos	(4)	(15,70)	—
Erro (a)	15	0,43	0,0287
Vascs	(19)	(16,13)	—
Erro (b)	60	0,71	0,0118
Total	79	16.84	—

Nota-se que todas as componentes são significantes, sendo porém de importância mínima as componentes de 3º e 4º grau em relação às de 1º e 2º grau. Por isso a equação representativa pode ser dada por :

$$Y = 4,34 + 0,290x - 0,079x^2 .$$

Como a semi-soma das raízes deste trinômio é igual a 1,84, pode-se inferir que o valor de "T" tende a estabilizar-se quando cresce a quantidade de vinhaça aplicada ao solo. Evidentemente o valor "T" cresce antes do aparecimento da tendência de estabilização.

Temos ainda :

$$\hat{\sigma}^2 = 0,0118 \text{ e}$$

$$\hat{\sigma}_1^2 = 0,0042 .$$

3.3. — *Resultados relativos a "S"* : — Como para o caso anterior, obtivemos diversas classes de valores "S" que serão expostas a seguir.

3.3.1. — *Resultados relativos a "S" obtidos pelo método de Paker* : — O quadro VII adiante exposto resume o obtido na presente análise.

QUADRO VII

Causa de Variação	G. L.	S. Q.	Q. M.
Componente linear	1	447,5610	447,561 ***
" quadrática	1	16,2864	16,286 ***
" de 3º e 4º grau	2	0,3326	0,166
Tratamentos	(4)	(464,18)	—
Erro (a)	15	0,94	0,0627
Vasos	(19)	(465,12)	—
Erro (b)	60	1,85	0,0308
Total	79	466,97	—

A observação dos dados do quadro acima nos indica ter havido significância tanto para a componente linear como para a quadrática. A equação representativa é dada pela fórmula:

$$Y = 4,953 + 1,673x - 0,270x^2 .$$

A semi-soma das raízes é igual a 3,10, mostrando que há uma tendência de estabilização para as doses maiores de vinhaça, crescendo, porém, até o fim.

Temos ainda :

$$\hat{\sigma}^2 = 0,0308 \text{ e}$$

$$\hat{\sigma}_1^2 = 0,0080 .$$

3.3.2. — *Resultados relativos a "S" obtidos pelo método A. O. A. C.* : — Para os resultados de "S" obtidos pelo processo A. O. A. C., organizamos o quadro VIII que vai adiante exposto.

QUADRO VIII

Causa de Variação	G. L.	S. Q.	Q. M.
Componente linear	1	1021,6257	1021,626 ***
” quadrática	1	2,5929	2,593 ***
” de 3º e 4º grau	2	0,1614	0,081
Tratamentos	(4)	(1024,38)	—
Erro (a)	15	1,11	0,0740
Vasos	(19)	(1025,49)	—
Erro (b)	60	0,76	0,0127
Total	79	1026,25	—

A equação é :

$$Y = 5,905 + 2,527x - 0,108x^2 .$$

A semi-soma das raízes é, aqui, 11,74, de sorte que nenhuma estabilização se manifesta.

As estimativas das componentes são :

$$\hat{\sigma}^2 = 0,0127 \text{ e}$$

$$\hat{\sigma}_1^2 = 0,0153 .$$

3.3. — *Resultados relativos a “S” obtidos pelo processo A. O. A. C. tendo-se lavado antes o solo com álcool etílico a 40º G.L. :* — No quadro IX resumimos os resultados da análise da variância dos dados obtidos nesta série.

QUADRO IX

Causa de Variação	G. L.	S. Q.	Q. M.
Componente linear	1	883,1395	883,140 ***
” quadrática	1	9,0002	9,000 ***
” de 3º e 4º grau	2	0,5603	0,280 **
Tratamentos	(4)	(892,70)	—
Erro (a)	15	0,54	0,0360
Vasos	(19)	(893,24)	—
Erro (b)	60	0,71	0,0118
Total	79	893,95	—

Observa-se que as componentes de 3º e de 4º grau, embora significativas, em conjunto, são de tão pequena importância em

relação às componentes linear e quadrática que não hesitamos em deixá-las de lado. A equação representativa fica então :

$$Y = 5,804 + 2,349x - 0,200x^2 .$$

A semi-soma das raízes é igual a 5,87, passando aí a função por um máximo. Este está bastante afastado do intervalo (-2,2) que nos interessa, de sorte que, no caso, pouca ou nenhuma importância terá.

Temos ainda :

$$\hat{\sigma}^2 = 0,0118 \text{ e}$$

$$\hat{\sigma}_1^2 = 0,0065 .$$

3.3.4. — *Resultados relativos a "S" obtidos pelo processo A. O. A. C. tendo-se lavado o solo com água e com álcool étílico a 40° G.L. :* — O quadro X tem a mesma finalidade dos anteriores.

QUADRO X

Causa de Variação	G. L.	S. Q.	Q. M.
Componente linear	1	484,4160	484,416 ***
" quadrática	1	10,1150	10,115 **
" de 3° e 4° grau	2	0,0390	0,020
Tratamentos	(4)	(494,57)	—
Erro (a)	15	0,91	0,0607
Vasos	(19)	(495,48)	—
Erro (b)	60	0,54	0,0090
Total	79	496,02	—

A equação é :

$$Y = 5,05 + 1,740x - 0,213x^2 .$$

Como a semi-soma das raízes é 4,08, pouco se nota o fenómeno de estabilização de "S" para as maiores doses de vinhaça.

As estimativas das componentes são :

$$\hat{\sigma}^2 = 0,0090 \text{ e}$$

$$\hat{\sigma}_1^2 = 0,0129 .$$

3.4. — *Resultados relativos a "H" :* — Embora, na maioria dos casos, "H" seja obtido por diferença, também faremos, a-

quí, o estudo particular de cada série. E' preciso entretanto que se faça uma ressalva: nos casos em que "T" foi menor que "S" a única possibilidade do estudo estatístico de "H" foi representá-lo por um número negativo, o que, evidentemente, é um artifício puramente matemático e que tem a finalidade de mostrar o quanto "S" foi maior ou menor do que "T".

3.4.1. — *Resultados relativos a "H" obtidos pelo processo de Parker*: — Os dados obtidos não permitiram a análises da variância pois que em quatro dos tratamentos o êrro (a) e o êrro (b) foram nulos. Só se poderia calcular um êrro para o primeiro tratamento mas, os dados são tão sugestivos, como se pode observar no quadro XI, que as conclusões se tornam evidentes sem qualquer análise.

QUADRO XI

Dados relativos a "H" obtidos pelo processo de Parker

N. do Vaso	AMOSTRA			
	I	II	III	IV
1	1,8	1,8	1,8	1,8
2	1,8	1,7	1,9	1,9
3	1,7	1,8	1,8	1,7
4	1,8	1,8	1,8	1,8
5	0,1	0,1	0,1	0,1
6	0,1	0,1	0,1	0,1
7	0,1	0,1	0,1	0,1
8	0,1	0,1	0,1	0,1
9	0,1	0,1	0,1	0,1
10	0,1	0,1	0,1	0,1
11	0,1	0,1	0,1	0,1
12	0,1	0,1	0,1	0,1
13	0,1	0,1	0,1	0,1
14	0,1	0,1	0,1	0,1
15	0,1	0,1	0,1	0,1
16	0,1	0,1	0,1	0,1
17	0,0	0,0	0,0	0,0
18	0,0	0,0	0,0	0,0
19	0,0	0,0	0,0	0,0
20	0,0	0,0	0,0	0,0

3.4.2. — *Resultados relativos a "H" obtidos pelo processo A. O. A. C.:* — Os dados relativos a análise de variância desta série encontram-se no quadro XII.

QUADRO XII

Causa de Variação	G. L.	S. Q.	Q. M.
Componente linear	1	742,1823	742,182 ***
" quadrática	1	0,7779	0,778 *
" de 3º e 4º grau	2	0,6898	0,345
Tratamentos	(4)	(743,65)	—
Erro (a)	15	1,63	0,1087
Vasos	(19)	(745,28)	—
Erro (b)	60	2,50	0,0417
Total	79	747,78	—

A equação é :

$$Y = -1,796 - 2,154x + 0,059x^2 .$$

e, como a semi-soma das raízes é 18,25, nenhum efeito de estabilização se nota.

Temos ainda :

$$\hat{\sigma}^2 = 0,0417 \text{ e}$$

$$\hat{\sigma}_1^2 = 0,0168 .$$

3.4.3. — *Resultados relativos a "H" obtidos pelo processo A. O. A. C. tendo-se lavado antes o solo com álcool etílico a 40º G.L.:* — O quadro XIII resume os dados desta série.

QUADRO XIII

Causa de Variação	G. L.	S. Q.	Q. M.
Componente linear	1	614,2656	614,266 ***
" quadrática	1	1,7325	1,733 **
" de 3º e 4º grau	2	1,1419	0,571 *
Tratamentos	(4)	(617,14)	—
Erro (a)	15	1,65	0,1100
Vasos	(19)	(618,79)	—
Erro (b)	60	4,75	0,0792
Total	79	623,54	—

Sendo as componentes de 3º e 4º grau de pouca importância, a equação representativa será :

$$Y = -1,522 - 1,959x + 0,088x^2 .$$

A semi-soma das raízes é igual a 11,13, o que não demonstra tendência de estabilização.

Temos ainda :

$$\hat{\sigma}^2 = 0,0792 \text{ e}$$

$$\hat{\sigma}_1^2 = 0,0075 .$$

3.4.4. — *Resultados relativos a "H" obtidos pelo processo A. O. A. C. tendo-se lavado antes o solo com água e com álcool etílico a 40º G.L. :* — O quadro XIV resume os dados obtidos na análise de variância desta série.

QUADRO XIV

Causa de Variação	G. L.	S. Q.	Q. M.
Componente linear	1	336,9803	336,980 ***
" quadrática	1	3,8064	3,806 ***
" de 3º e 4º grau	2	1,0033	0,502 **
Tratamentos	(4)	(341,79)	—
Erro (a)	15	0,84	0,0560
Vasos	(19)	(342,63)	—
Erro (b)	60	1,07	0,0178
Total	79	343,70	—

Nêste caso as componentes de 3º e 4º grau são significantes para 1%. Entretanto como o seu valor é mínimo relativamente às outras duas efetuamos o cálculo levando em consideração apenas estas.

Então :

$$Y = 0,705 - 1,451x + 0,1304x^2 .$$

sendo a semi-soma das raízes 5,56, o que não indica tendência de estabilização.

Temos ainda como estimativas :

$$\hat{\sigma}^2 = 0,0178 \text{ e}$$

$$\hat{\sigma}_1^2 = 0,0096 .$$

3.5. — *Resultados relativos a sais solúveis :*

3.5.1. — *Resultados relativos a sais solúveis em álcool etílico a 40° G.L. :* — Os dados relativos a esta série encontram-se no quadro XV.

QUADRO XV

Causa de Variação	G. L.	S. Q.	Q. M.
Componente linear	1	12,7690	12,769 ***
" de 2°, 3° e 4° grau	3	0,1410	0,047
Tratamentos	(4)	(12,91)	—
Erro (a)	15	0,20	0,0133
Vasos	(19)	(13,11)	—
Erro (b)	60	0,34	0,0056
Total	79	13,45	—

Sendo insignificantes as variações devidas às componentes de 2°, 3° e 4° grau preferimos para maior facilidade reuni-las numa só. Neste caso a equação é :

$$Y = 0,588 + 0,283x,$$

com $x = -2, -1, 0, 1$ e 2 , de sorte que o teor de sais solúveis em álcool cresce proporcionalmente com a quantidade de vinhaça adicionada ao solo. As estimativas das componentes são :

$$\hat{\sigma}^2 = 0,0056 \text{ e}$$

$$\hat{\sigma}_1^2 = 0,0019 .$$

3.5.2. — *Resultados relativos a sais solúveis em água :* — A análise de variância destes dados encontra-se resumida no quadro XVI.

QUADRO XVI

Causa de Variação	G. L.	S. Q.	Q. M.
Componente linear	1	81,2250	81,225 ***
" quadrática	1	3,6522	3,652 ***
" de 3° e 4° grau	2	0,0428	0,021
Tratamentos	(4)	(84,92)	—
Erro (a)	15	0,57	0,0380
Vasos	(19)	(85,49)	—
Erro (b)	60	0,32	0,0053
Total	79	85,81	—

A equação é :

$$Y = 1,218 + 0,713x + 0,128x^2 .$$

A semi-soma das raízes é igual a $-2,79$, onde a função tem um mínimo.

Temos ainda :

$$\hat{\sigma}^2 = 0,0053 \text{ e}$$

$$\hat{\sigma}_1^2 = 0,0082 .$$

3.5.3. — *Resultados relativos a sais solúveis em álcool a 40° G.L., depois da retirada dos solúveis em água* : — O quadro XVII resume os dados obtidos da análise de variância desta série.

QUADRO XVII

Causa de Variação	G. L.	S. Q.	Q. M.
Componente linear	1	0,0490	0,049 *
” quadrática	1	0,0114	0,011
” de 3° grau	1	0,0360	0,036 *
	1	0,0136	0,014
Tratamentos	(4)	(0,11)	—
Erro (a)	15	0,08	0,0053
Vasos	(19)	(0,19)	—
Erro (b)	60	0,12	0,0020
Total	79	0,31	—

Nêste caso vê-se que as componentes polinomiais são mal definidas e de importância relativamente pequena. As componentes da variância são :

$$\hat{\sigma}^2 = 0,0020 \text{ e}$$

$$\hat{\sigma}_1^2 = 0,0008 .$$

3.6 — *Resultados relativos ao valor índice pH* : — Os dados do valor índice pH também foram analisados estatisticamente e o resumo dos resultados encontrados acha-se no quadro XVIII.

QUADRO XVIII

Causa de Variação	G. L.	S. Q.	Q. M.
Componente linear	1	150,1563	150,156 ***
" quadrática	1	14,2380	14,238 ***
" de 3° e 4° gráu	2	0,8829	0,442 ***
Tratamentos	(4)	(165,28)	—
Erro (a)	15	0,13	0,0088
Vasos	(19)	(165,41)	—
Erro (b)	60	0,63	0,0105
Total	79	166,04	—

Embora sejam significativas a componentes de 3° e 4° gráu, sendo seu valor mínimo em relação às de 1° e 2° gráu, preferimos para maior facilidade considerar apenas as duas primeiras. Então, a equação representativa será :

$$Y = 7,15 + 0,969x - 0,252x^2 .$$

A semi-soma das raízes é igual a 1,92, que é um número muito próximo do último da série de valores assumido pela variável x. Conclui-se, por isso, que o índice pH tende a estabilizar-se para as últimas doses de vinhaça.

Para a estimativa das componentes de variância obtivemos:

$$\hat{\sigma}^2 = 0,0105 \text{ e}$$

$$\hat{\sigma}_1^2 = -0,0004 .$$

Mas, como σ_1^2 é essencialmente positivo, tomamos, como é usual :

$$\hat{\sigma}^2 = 0,0105 .$$

$$\hat{\sigma}_1^2 = 0 .$$

3.7. — *Resultados relativos a amoníaco* : — Os resultados relativos a esta pesquisa foram absolutamente nulos : não há perda sensível de amoníaco durante o processo de lavagem do solo com álcool a 90° G.L., para a retirada do excesso de reativo.

4 — DISCUSSÃO

Pela observação dos resultados expostos nos itens anteriores ressalta, antes de mais nada, que alguns valores de "T", quando obtidos de solos tratados com altas doses de vinhaça

podem ser menores do que "S". Tais valores, assim se apresentam nos casos em que o solo tendo sido amônio-saturado (cloreto ou acetato de amônio) sofrem posterior destilação (método de Parker modificado e A. O. A. C., sem ou com lavagem anterior com álcool diluído, água, etc).

Observa-se ainda que os resultados de "T", assim obtidos, são praticamente equivalentes, muito especialmente aqueles provenientes da lixiviação com acetato de amônio, não importando que o solo tenha sido ou não lavado anteriormente com álcool diluído, água, etc.

O mesmo fato se repete em relação aos valores "S", obtidos de modo semelhante.

Isto vem provar que embora os solos tratados com altas doses de vinhaça apresentem certo teor em sais, como se pode inferir dos resultados relativos a 3.5.1., 3.5.2. e 3.5.3., não é esta a única causa de "T" ter-se apresentado menor do que "S".

PEECH (9), baseado em observação de BOWER (3), afirma que a causa dos valores baixos de "T" em solos orgânicos, quando obtidos por processo de lixiviação com acetato de amônio, é devida à peptisação e solubilização de apreciáveis quantidades de matéria orgânica.

Este processo, portanto, quando aplicado em solos ricos de matéria orgânica, faria com que o pesquisador incorresse em grave erro: a obtenção de um "T" aquém de seu valor real.

E' isto, aliás, o que parece ter acontecido com os valores "T" de nossas pesquisas, quando foram obtidos pelo processo de lixiviação com acetato de amônio. Por outro lado, tais resultados foram confirmados quando êsses mesmos valores foram determinados pela lixiviação com cloreto de amônio (método de Parker modificado), demonstrando a decisiva interferência do radical amônio.

E' ainda o próprio PEECH (9) quem recomenda para tais casos o emprêgo de metais bivalentes, como o cálcio e o bário.

Em uma série de nossas pesquisas empregamos o cloreto de bário — método de Parker. Os resultados obtidos revelam valores mais elevados para "T", do que os obtidos nos processos de amônio-saturação. Este fato está de acôrdo com o que já

foi referido. Aliás, nesta série, como não poderia deixar de acontecer, "S" mostrou-se menor do que "T", uma vez que êle foi obtido por diferença, da equação :

$$T = S + H .$$

A suposição de que tivesse havido uma perda de amoníaco por volatilização durante o processo de lavagem dos solos tornados alcalinos pela adição de vinhaça, na determinação de "T", como exposto em 2.2.7. é infundada : os resultados obtidos foram nulos. Esta, portanto, não era, como pensavam os autores, uma das causas da obtenção do valor "T" menor do que "S".

5 — RESUMO

A presente pesquisa foi realizada visando esclarecer dúvidas surgidas quando da determinação dos valores "T" (capacidade total do solo para bases de dupla troca), "S" (bases suscetíveis de dupla troca) e "H" (hidrogênio suscetível de dupla troca) de solos que receberam altas doses de vinhaça

Tais valores, quando determinados pelo processo recomendado por A O. A. C. (2), desviam-se dos normais passando "S" (parte) a ser maior do que "T" (todo).

Diversas porções de um mesmo solo depois de convenientemente preparadas foram tratadas em vasos de ferro zincado com doses crescentes de vinhaça como segue :

Primeiro grupo (vasos 1, 2, 3 e 4) : testemunhas;

Sgundo grupo (vasos 5, 6, 7 e 8) : incorporação de vinhaça em volume equivalente a 250.000 l por hectare;

Terceiro grupo (vasos 9, 10, 11 e 12) : idem ao anterior aumentando as doses para 500.000 l;

Quarto grupo (vasos 13, 14, 15 e 16) : idem com 750.000 l;

Quinto grupo (vasos 17, 18, 19 e 20) : idem com 1.000.000 l.

Efetuada a incorporação e depois de sêcos os solos à sombra, dos mesmos foram retiradas amostras (4 para cada tipo) para as respectivas análises. Estas compreenderam determinações de "T", "S" e "H" por diversos processos, baseados em lixiviação com acetato de amônio neutro e normal, com cloreto

de amônio normal e cloreto de bário normal. Foram, ainda, efetuadas determinações para verificação de sais solúveis. Também foram verificados os índices pH e a possibilidade de volatilização de amoníaco durante os processos de lavagem dos solos com álcool concentrado para a retirada de excesso de reativo.

Os resultados obtidos foram estudados estatisticamente revelando principalmente que a incorporação de vinhaça ao solo determina neste um aumento de seus valores "T", "S" e índice pH, e diminuição de "H". Revelaram ainda que nos solos tratados com altas doses de vinhaça o valor "T" não deve ser determinado com processos ligados a amônio-saturação (cloreto), uma vez que este radical peptizando e solubilizando a matéria orgânica do solo faz com que se consigam valores aquém dos reais. Esta interferência é tão grande que pode conduzir ao absurdo de se ter "S" maior do que "T".

Os catiônios bivalentes como cálcio e bário, apesar dos inconvenientes que apresentam, são os recomendados para este caso.

6 — CONCLUSÕES

6.1 — A incorporação de vinhaça ao solo determina um acréscimo significativo dos seus valores "S" e "T", com apreciável diminuição do valor "H".

6.2. — Altas doses de vinhaça aplicadas ao solo concorrem para um aumento do seu teor em sais.

6.3. — O aumento do índice pH do solo, quando a este é adicionado vinhaça, tende a se estabilizar com doses mais elevadas desse resíduo.

6.4. — A determinação do valor "T" dos solos tratados com vinhaça não deve ser efetuada por processos que impliquem em amônio-saturação, devendo tais solos ser considerados mais como uma excessão à regra no uso do método oficial (lixiviação com acetato de amônio, neutro e normal).

6.5. — Os valores de "T" determinados segundo o item 6.4., apresentam números abaixo da realidade.

7 — ABSTRACT

This research aims to elucidate some doubts concerning the determination of the "T" value (total capacity of exchangeable base), the "S" value (exchangeable bases) and the "H" value (exchangeable hydrogen) in soils receiving heavy amounts of vinasse (waste product obtained in distilleries after the alcohol has been distilled off).

In fact, it is known that in this case the values of "S" are sometimes larger than the corresponding values of "T", which is clearly absurd.

Vinasse was applied to equal amounts of soil kept in iron pots. Four replications of the following treatments were obtained:

- 1st treatment: Control;
- 2nd treatment: Equivalent to 250.000 liters of vinasse per hectare;
- 3rd treatment: Equivalent to 500.000 liters of vinasse per hectare;
- 4th treatment: Equivalent to 750.000 liters of vinasse per hectare;
- 5th treatment: Equivalent to 1.000.000 liters of vinasse per hectare;

Four samples were obtained from each of the 20 pots; after the soil was dried up in the shade "T", "S" and "H" were determined in each sample, by research methods including leaching with normal solution of ammonium acetate, ammonium chloride and barium chloride. Soluble salts and pH were determined also, and the possibility of loss of NH_3 when washing the soil with alcohol was checked up and recognized to be non-existent.

The data thus obtained were submitted to statistical analysis, which showed that indeed the values of "T", "S" and pH do augment with increasing amounts of vinasse, while "H" decreases. The authors concluded also that the methods using ammonium saturation (either with ammonium acetate or ammonium chloride) should not be used for soils receiving large amounts of vinasse, since the peptization and solubilization of abundant

organic matter leads then to underestimation of the value of "T". This underestimation is so serious that sometimes the value of "T" obtained is less than the corresponding value of "S". Therefore, bivalents cations like calcium and barium are recommended for this case, notwithstanding their defects.

8 — AGRADECIMENTOS

A execução do presente trabalho exigiu a ajuda de muitos; dentre os recorridos não podemos deixar de ressaltar :

a) Prof. Jayme Rocha de Almeida, pelo incentivo e sugestões;

b) Dr. Tufi Coury, pelas sugestões e pelo alto espírito de cooperação pondo-nos à disposição laboratórios e auxiliares;

c) Drs. Guido Ranzani, Eurípedes Malavolta e Jorge Leme Junior, pelas sugestões;

d) Srs. Armando Porta e Santo Pavan, por haverem trabalhado além do exigido e sem a ajuda dos quais a execução deste trabalho teria sido impossível!

A todos, pois, nossos sinceros agradecimentos.

9 — BIBLIOGRAFIA

- 9.1. — ALMEIDA, Jayme Rocha, Guido Ranzani e Octavio Valsechi. 1950 — La Vinasse Dans L'Agriculture — VIIIe Congrès International des Industries Agricoles — Bruxelles — Publicação n. 1 do I. Z. da Esc. Sup. de Agric. "Luiz de Queiroz" — Piracicaba — S. P. — Brasil.
- 9.2. — ASSOCIATION OF OFFICIAL AGRICULTURAL CHEMISTS (A. O. A. C.). 1945 — Official And Tentative Methods Of Analysis — 6a. Ed. Washington 4, D. C. — U. S. A.
- 9.3. — BOWER, C. A. e E. Truog. 1942 — Base Exchange Capacity Determination As Salt — Soil Sci. Soc. Amer. Proc. (1940), 5: 86-89 — U. S. A.

-
- 9.4. — CATANI, R. A. e A. Kupper. 1946 — pH International e Sua Determinação — Bragantia. 6: 148-149. Campinas. S. Paulo — Brasil.
- 9.5. — FISHER, R. A. 1934 — Statistical Methods For Research Workers — Oliver and Boyd Ltd. 5a. Ed. Londres — Inglaterra.
- 9.6. — FISHER, R. A. e F. Yates. 1943 — Statistical Tables For Biological, Agricultural And Medical Research. — Oliver and Boyd Ltd. — Londres, Inglaterra.
- 9.7. — KEMPTHORNE, O. 1952 — The Design And Analysis Of Experiments — John Wiley & Sons. New York — U. S.A.
- 9.8. — PARKER, F. W. 1929 — Total Exchangeable Bases — Journal Amer. Soc. Agron. 21: 1030-1039 — U.S.A.
- 9.9. — PEECH, Michel. 1948 — Chemical Methods For Assessing Soil Fertility — Chp. I Of Diagnostic Techniques For Soils And Crops — Herminie Broedel Kitchen — Washington 6, D. C. — U.S.A.

m e %

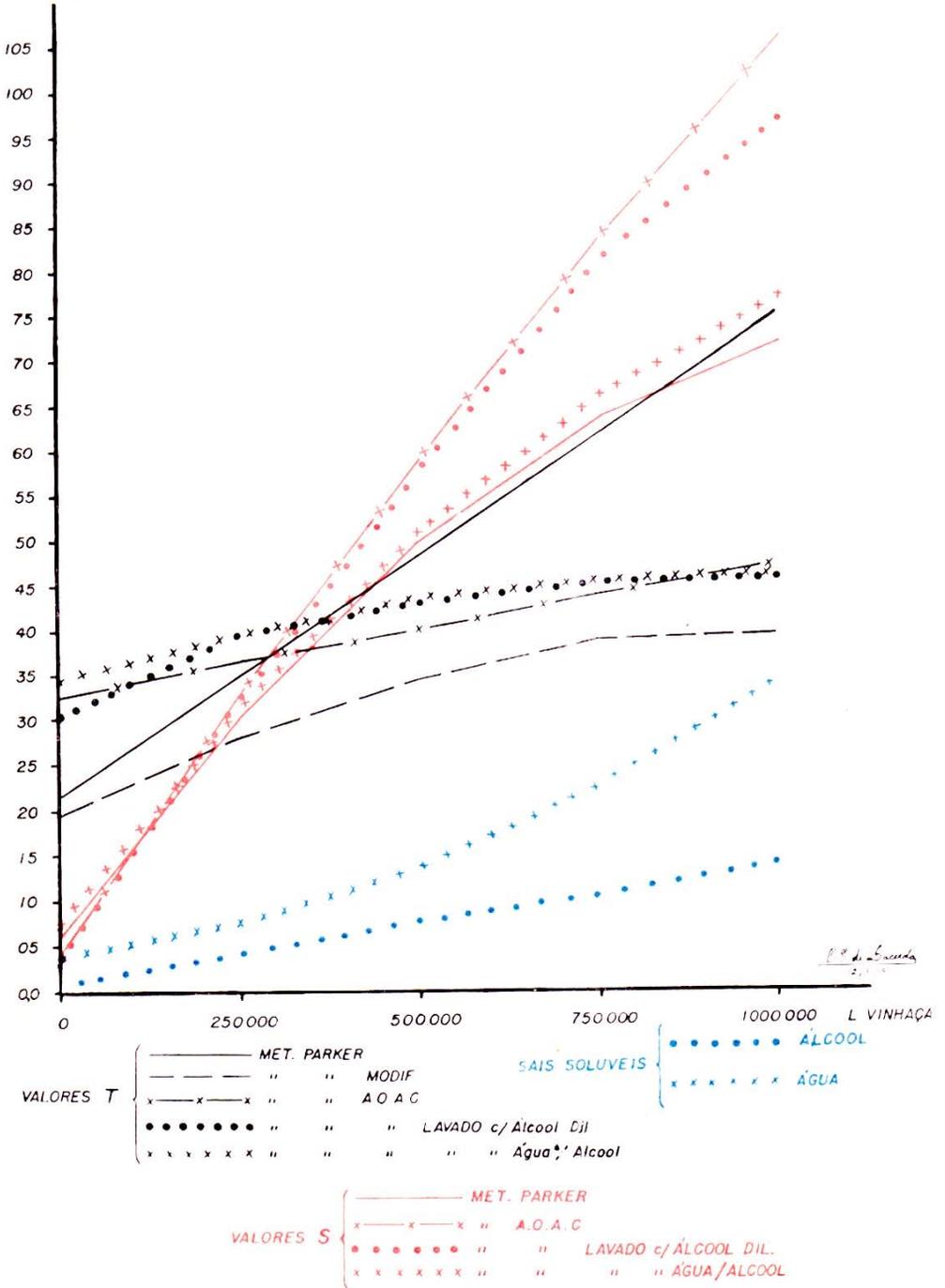
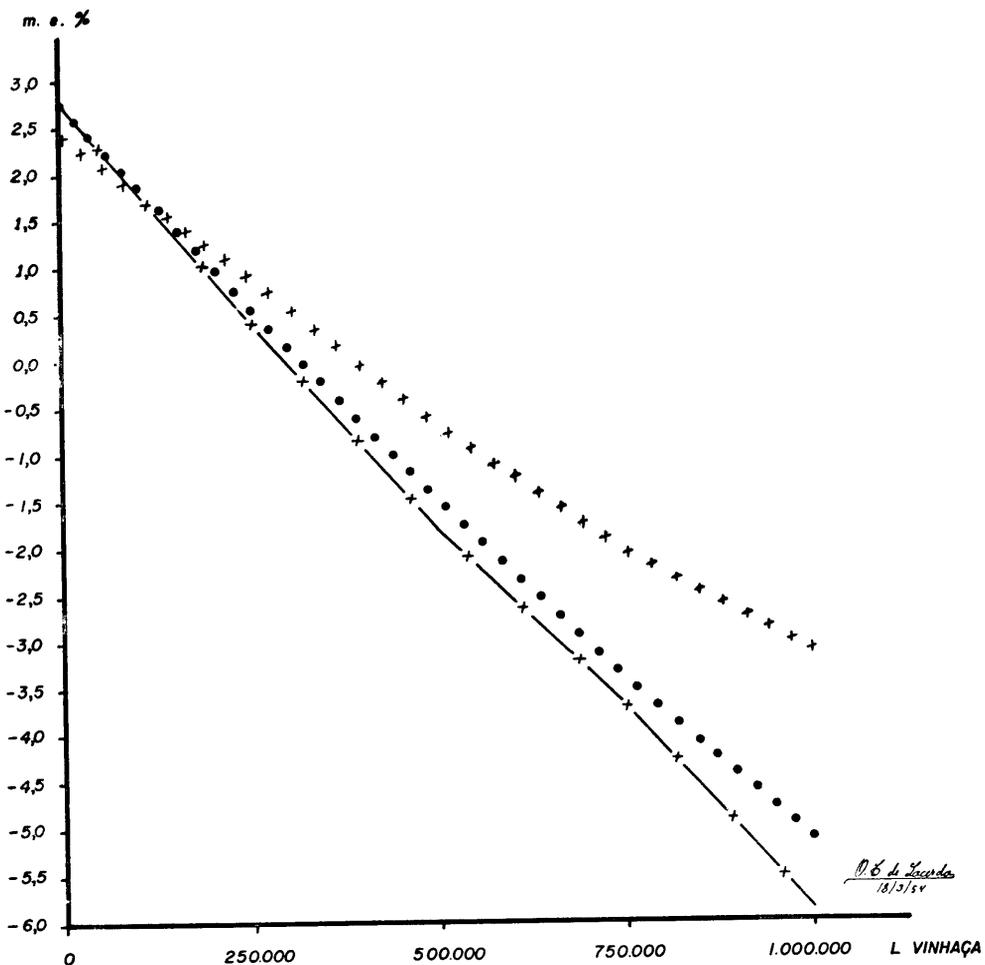


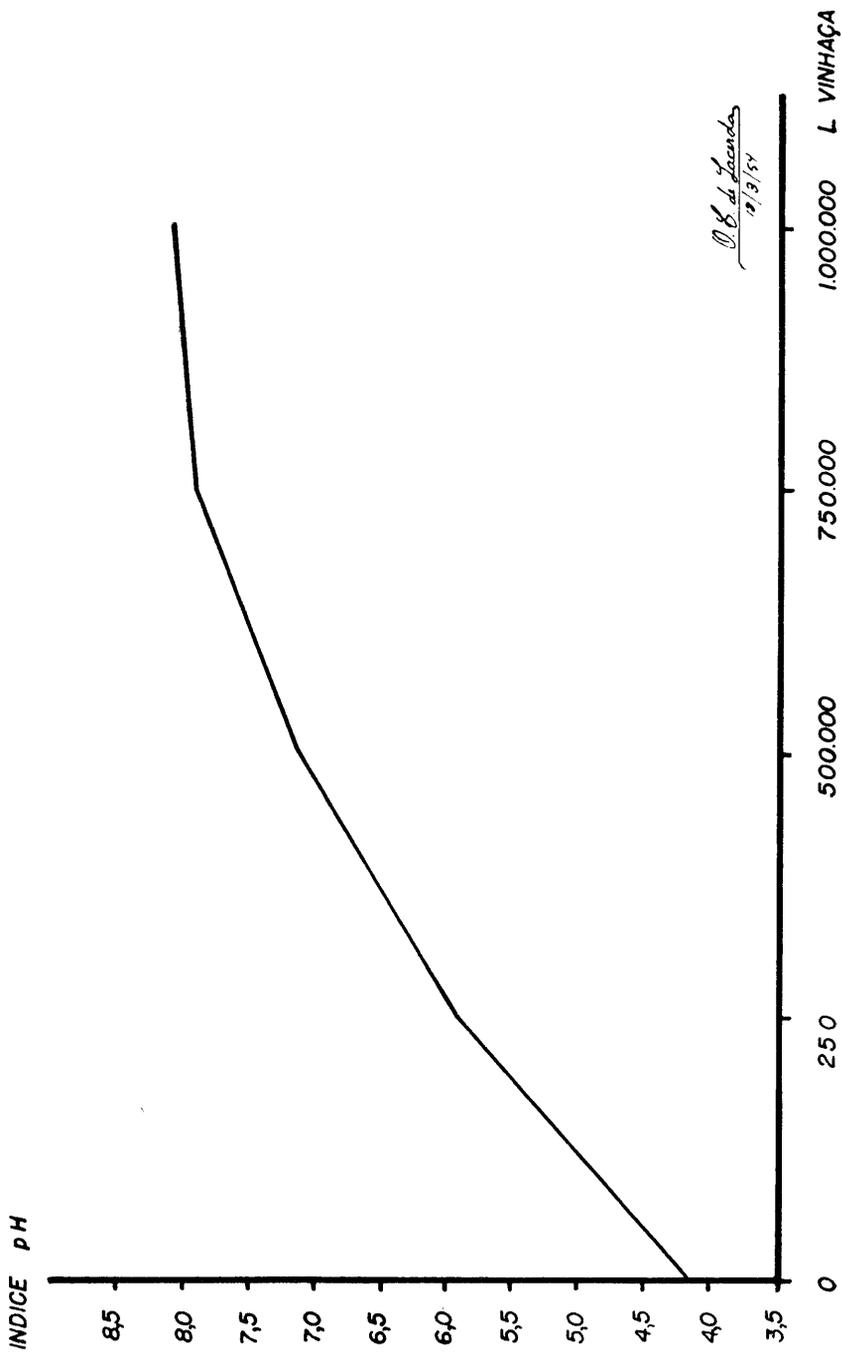
Gráfico n. 1



VALORES $H = T - S$

{	x — x — x	MÉTODO	A.O.A.C.
	• • • • •	"	" LAVADO c/ ÁLCOOL DILUIDO
	x x x x x x x x x x	"	" " ÁGUA / ÁLCOOL

Gráfico n. 2



O. B. de Saavedra
12/3/54

Gráfico n. 3

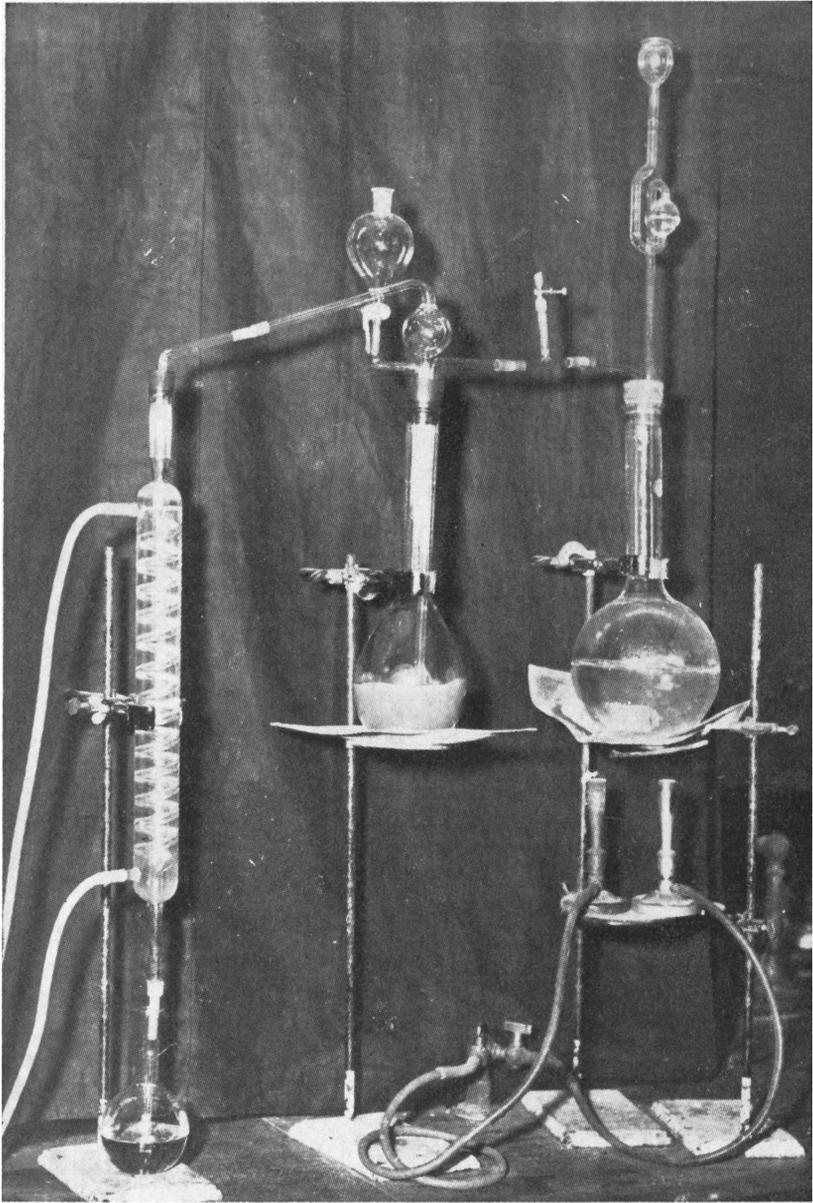


Foto 1

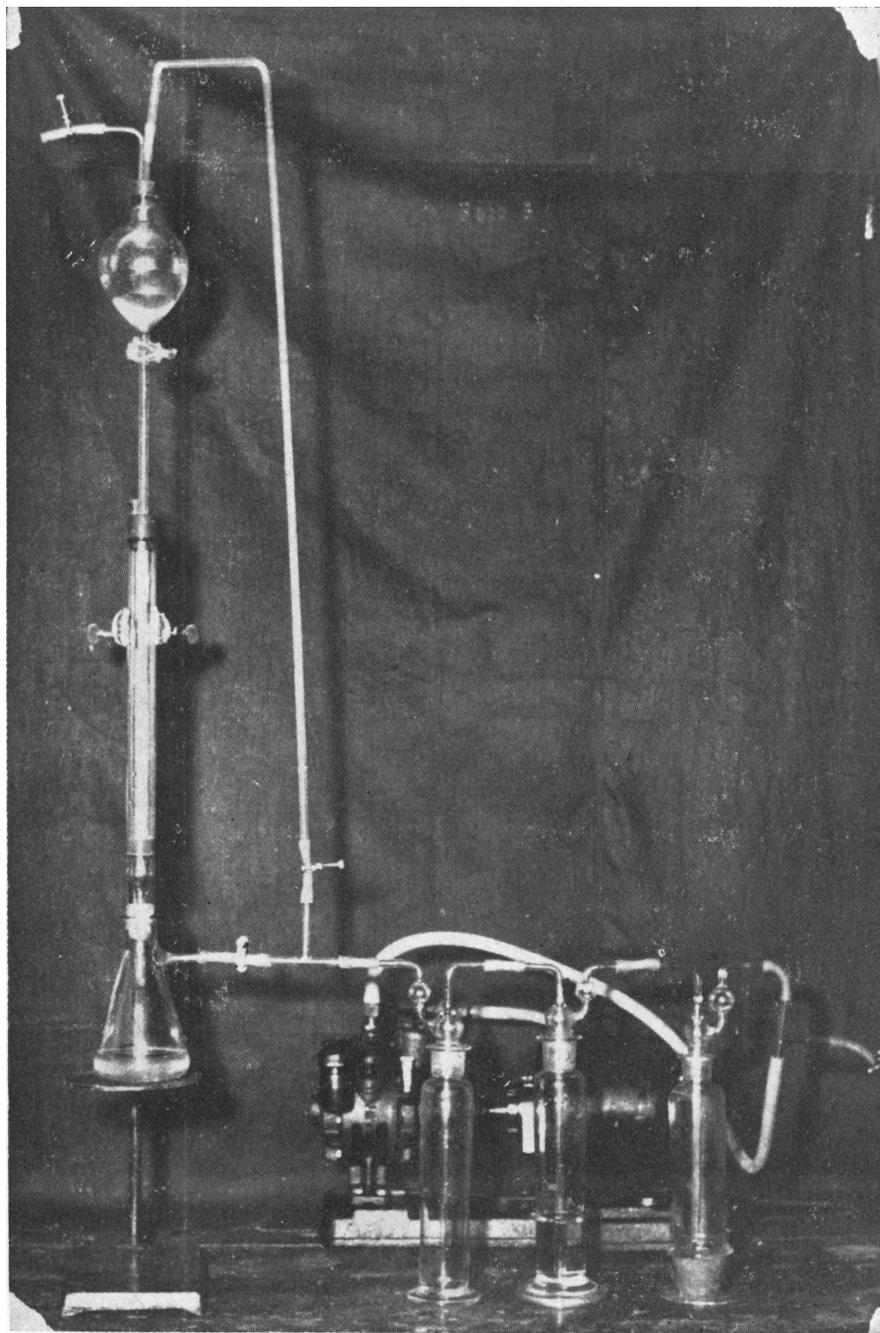


Foto 2