

**UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA  
“JÚLIO DE MESQUITA FILHO”  
FACULDADE DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS E VETERINÁRIAS  
CÂMPUS DE JABOTICABAL**

## **EXTRATORES PARA NITROGÊNIO DISPONÍVEL DO SOLO**

**Bruno Boscov Braos**  
Engenheiro Agrônomo

JABOTICABAL – SÃO PAULO – BRASIL

Agosto de 2012

Braos, Bruno Boscov  
B821e Extratores químicos para nitrogênio disponível em solos. --  
Jaboticabal, 2012  
x, 28 f. : il. ; 28 cm

Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual Paulista,  
Faculdade de Ciências Agrárias e Veterinárias, 2010  
Orientador: Manoel Evaristo Ferreira  
Banca examinadora: Willian Natale, Estevão Vicari Melli  
Bibliografia

1. *Análise química*. 2. Matéria orgânica. 3. Mineralização. I. Título. II. Jaboticabal-Faculdade de Ciências Agrárias e Veterinárias.

CDU 631.416

Ficha catalográfica elaborada pela Seção Técnica de Aquisição e Tratamento da Informação – Serviço Técnico de Biblioteca e Documentação - UNESP, Câmpus de Jaboticabal.  
e-mail: arnold@cnpso.embrapa.br

**UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA  
“JÚLIO DE MESQUITA FILHO”  
FACULDADE DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS E VETERINÁRIAS  
CÂMPUS DE JABOTICABAL**

## **EXTRATORES PARA NITROGÊNIO DISPONÍVEL DO SOLO**

**Bruno Boscov Braos**

**Orientador: Prof. Dr. Manoel Evaristo Ferreira**

**Co-orientadora: Profa. Dra. Mara Cristina Pessôa da Cruz**

Dissertação apresentada à Faculdade de Ciências Agrárias e Veterinárias – Unesp, Câmpus de Jaboticabal, como parte das exigências para a obtenção do título de Mestre em Agronomia (Ciência do Solo).

JABOTICABAL – SÃO PAULO – BRASIL  
Agosto de 2012

## **DADOS CURRICULARES DO AUTOR**

**BRUNO BOSCOV BRAOS** – nascido em 18 de janeiro de 1987, na cidade de Cuiabá – MT, graduou-se em Engenharia Agrônômica pela Faculdade de Ciências Agrárias e Veterinárias, em dezembro de 2009. Durante a graduação foi bolsista IC da FAPESP. Em março de 2010 iniciou o curso de Mestrado no Programa de Pós-graduação em Agronomia (Ciência do Solo), na Faculdade de Ciências Agrárias e Veterinárias (FCAV), Unesp, Campus de Jaboticabal – SP. Durante o mestrado foi bolsista da CAPES.

*Devemos ter fé, amor e esperança.*

*Amar e acreditar no próximo.*

*Eduardo Luis Campos Sousa*

A Deus e a Todos que  
Nele acreditam e esperam.

## **OFEREÇO**

Aos meus pais, Ana Bibianne Braos e  
Alcindo Braos Jr., e irmãos, Lucas, e Érica,  
pela força, apoio e união em todos os momentos.  
Essa conquista não foi de uma pessoa só.

**DEDICO**

## AGRADECIMENTOS

A Deus, por iluminar meu caminho.

À Faculdade de Ciências Agrárias e Veterinárias, pela oportunidade concedida.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), pela bolsa de estudos que possibilitou a realização deste trabalho.

À toda minha família, em especial meus irmãos Lucas e Érica, por sempre me incentivar e nunca me deixar desistir dos meus objetivos.

Aos meus pais, Alcindo Braos Padilha Junior e Ana Bibianne Boscov Braos, pois sem eles seria impossível a realização deste sonho.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Manoel Evaristo Ferreira, pelo exemplo de profissionalismo, pela amizade e por acreditar em mim no momento em que eu mesmo duvidei.

À minha co-orientadora, Profa. Dra. Mara Cristina Pessôa da Cruz, pela amizade, pelos conselhos, orientações.

À minha companheira, Anamélia Geraldo Martins, pela força e apoio a todo instante!

À Selma Guimarães Figueiredo, pela amizade e auxílio nas análises de laboratório.

Aos colegas e amigos do Laboratório de Fertilidade do Solo: Felipe Batistella, Juan Gabriel, Fernando Kuhnen, Thiago Sylvestre, Marina, Dayle, Carlos Taniguchi, Thiago Martins e Ana Flávia Gouveia, pela amizade, apoio e inspiração na realização desse trabalho.

Aos amigos Paulo Martins, Fernando Silva, Rodolfo Apolinário, Leandro Reis, Ronny Barbosa, Thiago Ibiapina, Gustavo Claudiano, Paulinho e Elcides, pela amizade e convivência.

Ao amigo Eduardo Luis Campos Sousa, que apesar de nos ter deixado cedo demais, foi muito especial nos momentos compartilhados.

A todos que de alguma maneira contribuíram para a realização deste trabalho.

## SUMÁRIO

	Página
RESUMO .....	vii
SUMMARY .....	viii
1. INTRODUÇÃO .....	1
2. REVISÃO DE LITERATURA .....	3
3. MATERIAL E MÉTODOS .....	10
3.1 Solos .....	10
3.2 Determinação do N potencialmente mineralizável .....	10
3.3 Experimento em casa de vegetação .....	13
3.4 Análises estatísticas .....	15
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	16
5. CONCLUSÕES .....	23
6. REFERÊNCIAS .....	24

## EXTRATORES PARA NITROGÊNIO DISPONÍVEL DO SOLO

**RESUMO** – O uso de métodos químicos para avaliar o N do solo, potencialmente disponível para as plantas, não é uma prática comum no Brasil. Contudo, esta ferramenta, associada a outras, pode auxiliar na utilização mais eficiente de resíduos e adubos nitrogenados. Com o presente trabalho foram testados métodos químicos para extração de N potencialmente disponível. Amostras de 17 solos representativos do Planalto Ocidental do Estado de São Paulo foram coletadas e submetidas à avaliação do N disponível, empregando-se métodos de extração moderada (ISNT-Illinois Soil Nitrogen Test) e branda (água e soluções de KCl 2 mol L<sup>-1</sup> e CaCl<sub>2</sub> 0,01 mol L<sup>-1</sup>, todas com aquecimento). Os teores de N potencialmente disponível obtidos com os métodos químicos foram correlacionados com dados de matéria seca (MS) e N absorvido (N<sub>abs</sub>) por plantas de milho, obtidos em experimento em casa de vegetação, conduzido com os mesmos 17 solos. O ISNT foi o método que apresentou a maior capacidade de extração do N e, a água quente, a menor capacidade, mas muito semelhante à da solução de CaCl<sub>2</sub> 0,01 mol L<sup>-1</sup> a quente. Apesar da diferença na quantidade de N extraída, todos os métodos correlacionaram entre si e com a produção de MS e o N<sub>abs</sub>. O ISNT foi o método que apresentou as menores correlações ( $r_{MS}=0,67^{**}$  e  $r_{N_{abs}}=0,81^{**}$ ). A extração com aquecimento por 8 h usando água, 16 h usando solução de CaCl<sub>2</sub> 0,01 mol L<sup>-1</sup> e 4 h empregando KCl 2 mol L<sup>-1</sup> resultaram em valores de r com MS e N<sub>abs</sub> muito semelhantes e, deste modo, levando em consideração o menor tempo de extração, o método do KCl a quente pode ser indicado como melhor índice para N disponível ( $r_{MS}=0,82^{**}$  and  $r_{N_{abs}}=0,90^{**}$ ).

**Palavras-chave:** análise química, matéria orgânica, mineralização

## CHEMICAL EXTRACTOR TO EVALUATE AVAILABLE SOIL N

**ABSTRACT** - The use of chemical methods to evaluate the potentially available N to plants is not a common practice in Brazil. However, this tool, associated with others, can help in a more efficient use of wastes and nitrogen fertilizers. With the present paper it was tested chemical methods to extract the potentially available N. Samples of 17 soils representative of the Western Plateau of the State of São Paulo were collected and submitted to evaluation of the available N using methods of moderate extraction (ISNT-Illinois Soil Nitrogen Test) and mild (water and solutions of  $2 \text{ mol L}^{-1}$  KCl and  $0.01 \text{ mol L}^{-1}$   $\text{CaCl}_2$ , all heated). The levels of potentially available N obtained with these chemical methods were correlated with dry matter (DM) and N uptake ( $N_{\text{up}}$ ) by maize plants, obtained in a greenhouse experiment conducted with the same 17 soil samples. The ISNT was the method which presented the highest capacity of extraction of the available N and, the hot water, the lowest capacity, but very similar to the hot  $0.01 \text{ mol L}^{-1}$   $\text{CaCl}_2$ . Despite the difference in the quantity of available N extracted, all the methods correlated with each other and with DM and  $N_{\text{up}}$ . The ISNT was the method that presented the lowest correlations ( $r_{\text{MS}}=0,67^{**}$  and  $r_{N_{\text{upe}}}=0,81^{**}$ ). The hot extraction by 8h using water, 16h using  $0.01 \text{ mol L}^{-1}$   $\text{CaCl}_2$  and 4h using  $2 \text{ mol L}^{-1}$  KCl have shown similar r values with DM and  $N_{\text{up}}$  and, thereby, taking into account the lowest extraction delay, the hot KCl method can be indicated as the best index to available soil N ( $r_{\text{DM}}=0,82^{**}$  and  $r_{N_{\text{up}}}=0,90^{**}$ ).

**Key-words:** chemical analysis, organic matter, mineralization

## 1. INTRODUÇÃO

O nitrogênio (N) é o nutriente exigido em maiores quantidades pela maioria das culturas, sendo determinante para a obtenção de alta produtividade. Devido à multiplicidade de transformações químicas e biológicas a que está sujeito no solo e, à dependência destas transformações em relação às condições ambientais, o N é o nutriente que apresenta maiores dificuldades de manejo.

Apenas uma pequena quantidade do N do solo está disponível para absorção pelas plantas, uma vez que a maior parte dele está ligada a compostos orgânicos e precisa ser mineralizada para se tornar disponível. Mesmo em solos que apresentam teores altos de matéria orgânica (MO), é incomum, no Brasil, que apenas a mineralização do N orgânico supra a necessidade das culturas, embora este processo forneça parte importante do N que é exigido pelas culturas. Dessa maneira, a adubação nitrogenada é indispensável para garantir que o desenvolvimento das plantas não seja limitado pela deficiência, deste elemento, exceção feita a algumas leguminosas, para as quais parte do N é suprida pela fixação biológica.

Embora a adubação com N seja fundamental para a obtenção de produtividades elevadas, a recomendação de adubação com este nutriente não é baseada em análise química do solo, como os demais nutrientes (K, P, Ca, Mg, Zn, Mn, B e Cu). A utilização de análise química do solo é necessária para calcular as necessidades das culturas quanto à aplicação de corretivos e adubos.

No Estado de São Paulo, a recomendação de adubação nitrogenada para culturas anuais é baseada na expectativa de produtividade e no histórico de cultivo (RAIJ et al., 1996), enquanto nos Estados do Rio Grande do Sul e de Santa Catarina e na região do Cerrado, é feita com base na expectativa de produtividade, no histórico de cultivo e, também, nos teores de MO do solo (CANTARELLA, 2007).

A adubação com N baseada apenas na expectativa de produção não leva em consideração a dinâmica e nem a capacidade do solo em fornecê-lo. Portanto, para que seja feita adubação mais adequada deve-se avaliar o quanto de N será disponibilizado pelo solo para a cultura, em curto período, e isso pode ser feito usando métodos químicos e biológicos. Os métodos biológicos geralmente envolvem

ensaios de incubação que são lentos e economicamente inviáveis. Os métodos químicos apresentam potencial na avaliação da capacidade do solo em fornecer N, são rápidos e de baixo custo, e podem ser ferramentas complementares aos critérios já em uso de recomendação de adubação.

Dessa maneira, o objetivo com o presente trabalho foi empregar métodos químicos para avaliar o N disponível do solo.

## 2. REVISÃO DE LITERATURA

O manejo do N em sistemas agrícolas deve considerar os elevados riscos ambientais, uma vez que este nutriente está sujeito a perdas por erosão, lixiviação, desnitrificação e volatilização (AMADO; MIELNICZUK; AITA, 2002). O nitrato ( $\text{NO}_3^-$ ) é a principal forma associada à contaminação da água pelas atividades agropecuárias, pois, na solução do solo, fica muito propenso ao processo de lixiviação e, ao longo do tempo, pode haver considerável incremento nas águas profundas (RESENDE, 2002). O óxido nitroso ( $\text{N}_2\text{O}$ ) exerce ação no aquecimento global e provém basicamente da transformação de fertilizantes nitrogenados no solo, de dejetos de animais, de águas contaminadas com  $\text{NO}_3^-$  e, também, da queima da fitomassa (SIQUEIRA et al., 1994). Uma forma de reduzir as perdas é aumentar a eficiência de uso do adubo nitrogenado empregando práticas de manejo que, por exemplo, avaliem a necessidade da cultura e o N que ficará disponível pela mineralização da MO, para então adicionar a quantidade de N que falta através da adubação (WIVSTAD; DAHLIN; GRANT, 2005). Assim, o manejo do N requer minuciosa avaliação do fornecimento de N pela mineralização da MO (ROS; TENNINGHOFF; HOFFLAND, 2010).

Embora as reservas de N na Terra sejam muito importantes, a maior parte está indisponível para a maioria dos organismos vivos. Apenas 0,02% do N terrestre está dentro da biosfera e a maior parte dele está relativamente inerte (94% na MO do solo) (PEOPLES; HERRIDGE; LADHA, 2005). Consequentemente, a capacidade do solo em fornecer N está intimamente associada à dinâmica da MO.

Para estimar a quantidade de N-orgânico mineralizada, num determinado período de tempo, há vários métodos de incubação de solo, podendo ser de curta duração, em condições aeróbicas ou anaeróbicas (KEENEY; BREMNER, 1966), ou de longa duração, em condições aeróbicas (STANFORD; SMITH, 1972).

O método de Stanford e Smith (1972) foi proposto para avaliar a mineralização do N da MO por meio de incubação aeróbia do solo com lixiviação, submetendo a amostra a condições controladas de temperatura e de umidade do solo. Neste método, mistura de solo e areia lavada com solução ácida é colocada

em coluna de percolação e submetida à lixiviação com solução de  $\text{CaCl}_2$   $0,01 \text{ mol L}^{-1}$  para extração do N mineralizado em intervalos de tempo predeterminados. O ajuste dos dados à equação cinética de primeira ordem permite estimar o N potencialmente mineralizável, que pode ser usado como referencial de disponibilidade nos estudos de extratores químicos para N. No entanto, devido ao manuseio da amostra e às condições ótimas de temperatura e umidade durante todo o período de incubação, os ensaios de incubação podem superestimar o potencial de fornecimento de N do solo para as plantas (YAGI et al., 2009). Neste aspecto, o uso do N absorvido por plantas, em condições controladas, é a alternativa clássica.

Os métodos biológicos estimam o N potencialmente mineralizável pelo aumento líquido ou bruto do N mineral durante o tempo de incubação (WANG et al., 2001). A reserva potencial ou as taxas de mineralização do N são calculadas por meio de ensaios de incubação de longa duração (SHARIFI et al., 2007). O N mineralizado e absorvido pelas plantas são calculados em experimentos em campo ou em casa de vegetação. Os métodos biológicos que estimam o N mineralizável são considerados os mais confiáveis, mas são caros, demorados, e seus resultados dependem muito das condições experimentais (KEENEY, 1982).

O uso de métodos químicos para avaliar o N potencialmente disponível em ecossistemas agrícolas é uma ferramenta ainda não utilizada no Brasil. No entanto, a habilidade de prever a quantidade de N que é mineralizado durante determinado período, pode resultar no uso mais eficiente de adubos e resíduos nitrogenados e em menor potencial de contaminação do lençol freático pelo  $\text{NO}_3^-$  (CABRERA, 1993). Neste aspecto, com o aumento da aplicação de resíduos em áreas agrícolas, métodos rápidos de avaliação da disponibilidade de N podem também ser usados para monitorar o N mineralizável no perfil do solo.

Pesquisas para quantificação de N mineralizável, potencialmente disponível, devem desenvolver métodos adaptados a procedimentos de rotina, mais rápidos que métodos de incubação (GIANELLO; BREMNER, 1986a), capazes de caracterizar a fertilidade do solo em laboratórios que analisam grande número de amostras, com boa capacidade preditiva, além de baixo custo e boa reprodutibilidade (GIANELLO et al., 2000).

Métodos químicos que estimem o N potencialmente mineralizável são numerosos e podem ser citados: KCl 2 mol L<sup>-1</sup> a quente, CaCl<sub>2</sub> 0,01 mol L<sup>-1</sup>, água quente e, ainda, o Illinois Soil Nitrogen Test (ISNT) (GIANELLO; BREMNER, 1986a; APPEL; MENGEL, 1998; CURTIN et al., 2006; WILLIAMS et al., 2007). Desde 1900, vários métodos químicos de extração foram desenvolvidos para estimar a capacidade de fornecimento de N em solos, partindo do princípio de que a MO extraída representa o reservatório de MO biologicamente disponível (ROS, 2012).

Os métodos químicos extraem frações do N que são relacionadas estatisticamente com o N potencialmente mineralizável, determinado por métodos biológicos ou em ensaios com plantas (SHARIFI et al., 2007; SCHOUMBERG et al., 2009). Com o uso dos métodos determina-se o N mineral extraído por água ou soluções salinas hidrolizantes (HAYNES, 2005). Quando os extratores são soluções hidrolíticas de sais, os métodos químicos determinam NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, ou, caso não seja usada solução hidrolítica, é determinado o N orgânico nos extratos, como quando se usa água como extrator (HAYNES, 2005).

A intensidade de extração determina quanto do N orgânico é liberado do solo, e depende principalmente do tipo de sal, da concentração da solução, da relação solo-solução, da duração e da temperatura de extração (ROS et al., 2009). A quantidade de N orgânico extraída pelos extratores varia de menos de 5% a mais de 50% do N total, dependendo da intensidade de extração (ROS et al., 2009). Métodos que extraem menos de 5% são considerados brandos, os que extraem de 5 a 50% são moderados e os que extraem acima de 50% do N total do solo são considerados fortes.

Os métodos químicos de intensidade de extração média e baixa são os que avaliam os fatores intensidade e capacidade de liberação de N mineralizado (GIANELLO et al., 2000). As extrações de intensidade média são aquelas que extraem o N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> ou N-NH<sub>3</sub> de compostos orgânicos nitrogenados resistentes a biodegradação, enquanto que as de intensidade baixa extraem compostos biodisponíveis (STANFORD, 1982).

Um índice químico rápido e confiável da disponibilidade do N que estima a mineralização do N do solo para melhorar a recomendação da adubação com N tem sido há muito tempo procurado. Infelizmente, a maioria dos métodos químicos

propostos ao longo do tempo não teve resultados promissores quando avaliados em grande número de solos com características variáveis (GIANELLO; BREMNER, 1986a; CURTIN et al., 2006; BUSHONG et al., 2008).

Um método que se destaca na literatura é o que utiliza solução de KCl 2 mol L<sup>-1</sup>, com aquecimento a 100°C por 4 horas e foi desenvolvido por Gianello e Bremner (1986b). Com ele, os autores obtiveram as maiores correlações ( $r > 0,88^{***}$ ) com as quantidades de N mineralizado em ensaios de incubação. Maiores correlações do N-KCl a quente com métodos de incubação e com N absorvido por plantas-teste também foram relatadas em trabalhos posteriores (OLIVEIRA, 1989; GIANELLO et al., 2000; YAGI, 2008).

Ros; Tenninghoff e Hoffland (2010), avaliando resultados de vários trabalhos, observaram correlação do N orgânico extraído pelo KCl à quente com o N mineralizado em quase todos os experimentos ( $r^2=0,6$ ). Notaram, também, que o N orgânico extraído por este método se correlacionava mais com o N mineralizado em experimento em laboratório com condições controladas ( $r^2=0,62$ ) do que com o obtido em experimentos de campo ( $r^2=0,51$ ), indicando que o método prediz o N potencialmente disponível e não o N realmente disponível. De acordo com os autores, a menor correlação em condições de campo ocorre devido a grande variação das condições ambientais.

Poucos autores avaliaram o método de extração de N com água quente (GREGORICH et al., 2003). Curtin et al. (2006), avaliando a mineralização de N por extração com água quente, obtiveram melhores resultados em comparação com o KCl a quente, tomando como referência o N extraído por plantas de aveia. O método em questão apresentou coeficiente de determinação ( $R^2$ ) 0,50 ( $r > 0,70^{***}$ ), inferior ao obtido com o método de incubação aeróbica ( $R^2$  0,79,  $r > 0,88^{***}$ ), quando correlacionados com a extração de N por plantas-teste.

Gregorich et al. (2003) observaram a presença de quantidades significativas de N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> em extratos de solos empregando água como extrator e tempo de extração 16 horas a 80°C. Nestas condições, o N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> representou de 14 a 30% do N liberado, em um grupo de solos da Nova Zelândia (CURTIN et al., 2006). Neste trabalho, o N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> extraído do solo com água a 80°C foi correlacionado com N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> extraído com KCl a quente, proposto por Gianello e Bremner (1986b). A liberação de

$\text{N-NH}_4^+$  provavelmente ocorreu devido à degradação térmica dos compostos orgânicos lábeis, mas é possível que o  $\text{N-NH}_4^+$  trocável, adsorvido às argilas, também seja fonte (CHANTIGNI et al., 2010). Parte do  $\text{N-NH}_4^+$  liberado durante a extração com água quente será adsorvida aos sítios de troca de cátions nos colóides do solo. O destino do  $\text{N-NH}_4^+$ , permanecer na solução do solo ou adsorver às superfícies de troca, dependerá de fatores como seletividade do cátion nos sítios de troca e concentração de cátions na solução (CURTIN et al., 2006).

Outro extrator que pode ser usado é a solução de  $\text{CaCl}_2$  0,01 mol  $\text{L}^{-1}$ . O procedimento de extração com solução de  $\text{CaCl}_2$  a frio foi proposto por Houba et al. (1986) como um procedimento eficiente para a extração do N potencialmente mineralizável. Na extração a frio, o N orgânico presente no solo não é digerido e, portanto, não é extraído (CORDOVIL et al., 2007). Apesar disso, a extração com  $\text{CaCl}_2$  a frio mostrou-se promissora, com boa correlação entre o N extraído do solo e a absorção de N por cereais em experimentos em vasos (APPEL; MENGEL, 1990 e 1993) e em experimentos em campo (APPEL; MENGEL, 1992; GROOT; HOUBA, 1995). No entanto, há também trabalhos que não apresentam resultados satisfatórios na extração a frio. Houba et al. (1996) verificaram que o N extraído com  $\text{CaCl}_2$  foi ineficiente em prever a disponibilidade de N para a beterraba açucareira. Segundo Sharifi et al. (2007) o N- $\text{CaCl}_2$  a frio não correlacionou com o N potencialmente mineralizável avaliado em 153 amostras de solo por incubação a 25°C por 24 semanas. Cordovil et al. (2007) relataram que o extrator não deu bons resultados quando aplicado a amostras de solo tratadas com resíduos orgânicos. Essa inconsistência nos resultados é uma característica comum a todos os métodos de extração de N. Isso se deve, em grande parte, à diversidade e à variabilidade dos solos e das condições ambientais (NUNAN et al., 2001).

A solução de  $\text{CaCl}_2$  tem sido sugerida como alternativa viável para extração simultânea de vários elementos de interesse em análise de solo, considerando aspectos de simplicidade, baixo custo de análise, além de risco ambiental reduzido (HOUBA et al., 1986). No entanto, a frio, a capacidade de extração da solução é baixa e exige equipamentos sensíveis para a quantificação (HOUBA et al., 1986). O aquecimento é, deste modo, uma alternativa interessante, que permite extrair uma fração do N orgânico que pode representar, de forma adequada o que seria o N

potencialmente mineralizável, e resulta em melhor correlação com o N mineralizado em ensaio de incubação (CORDOVIL et al., 2007).

Khan, Mulvaney e Hoefl (2001) desenvolveram um método químico para a determinação de N-aminoaçúcares em solos, por meio da difusão. A proposta com este método é classificar os solos em dois grupos: os que respondem e os que não respondem à adubação nitrogenada. O método, comumente denominado ISNT, consiste no uso de frasco de vidro com fechamento hermético e capacidade para 473 mL (Mason jar), ao qual é adicionado um grama de solo e 20 mL de solução de NaOH 2 mol L<sup>-1</sup>. Uma placa de petri contendo 5 mL de mistura de H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> + indicadores é colocada em um suporte no interior do recipiente, que é submetido a aquecimento em chapa aquecedora. O N-NH<sub>3</sub> liberado é captado pela solução de H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> + indicadores e em seguida, é feita a determinação por meio de titulação com solução de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

O ISNT é baseado no método da difusão desenvolvido por Mulvaney e Khan (2001) para determinar a fração de N hidrolisável em meio ácido. O método da difusão é, de maneira geral, o mesmo da destilação a vapor descrito por Bremner (1965), porém, foi modificado para evitar a baixa recuperação de N-aminoaçúcares que ocorre com a destilação. No desenvolvimento do ISNT, Mulvaney et al. (2001) identificaram, através da determinação dos teores de N-aminoaçúcares, áreas que eram responsivas e não responsivas à adubação nitrogenada. Subsequentemente, Khan; Mulvaney e Hoefl (2001) relataram alta correlação entre os resultados obtidos com o ISNT e o N-aminoaçúcares hidrolisáveis do solo. O ISNT proposto por Khan; Mulvaney e Hoefl (2001) é, portanto, uma simplificação do método tradicional de fracionamento do N para determinar a fração N-aminoaçúcar, em que a hidrólise ácida é descartada e a determinação é feita medindo a NH<sub>3</sub> liberada quando amostras de solo são aquecidas a 48-50°C em solução de NaOH 2 mol L<sup>-1</sup>. Segundo Khan; Mulvaney e Hoefl, (2001), com este método determinam-se as formas N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> + N-aminoaçúcares liberadas durante a digestão, uma vez que apresenta recuperação quantitativa do NH<sub>4</sub><sup>+</sup>- N-Glicosamina adicionado ao solo, e é altamente correlacionado com a fração N- aminoaçúcar hidrolisável dos solos.

O desempenho e o uso do ISNT tem recebido atenção considerável em vários estudos recentes. Klapwyk et al. (2006) verificaram que o ISNT sozinho não foi eficiente em explicar diferenças na produção de milho para silagem; entretanto, quando o ISNT foi combinado com os teores de MO, resultou um modelo que foi capaz de separar áreas responsivas das não responsivas à aplicação de N.

Baseado em 43 experimentos de aplicação de N em Iowa, Barker et al. (2006) verificaram que não havia correlação entre o N-ISNT e a resposta de produção de milho a aplicação de N ou a taxa ótima econômica de N, e que o N-ISNT não foi capaz de distinguir áreas responsivas a aplicação de N de áreas não responsivas, considerando solos de 9 sistemas de experimentos em fazendas, espalhados pelos EUA. Marriott e Wander (2006) relataram que o N-ISNT não foi bom indicador do N lábil e que o teste teve alta correlação com a MO do solo e com o N-total. Aplicado a um conjunto de 153 amostras de solos do Canadá, o ISNT mostrou-se, segundo os autores, confiável, por apresentar  $r^2$  igual a 0,51\*\* com o N potencialmente mineralizável determinado em ensaio de incubação (SHARIFI et al., 2007).

### 3. MATERIAL E MÉTODOS

#### 3.1 Solos

Foram coletadas amostras de 17 solos do Planalto Ocidental do Estado de São Paulo, na camada de 0 a 20 cm de profundidade. Os solos foram secos ao ar, destorroados, passados por peneira de 2 mm de abertura de malha e submetidos a análise granulométrica (CAMARGO et al., 2009) e determinação de MO, pH em  $\text{CaCl}_2$ , bases trocáveis e acidez total para cálculo da CTC (RAIJ et al., 2001) e N total (TEDESCO et al., 1995) (Tabela 1).

#### 3.2 Determinação do N potencialmente mineralizável

O N potencialmente mineralizável foi determinado empregando água quente e soluções de KCl e  $\text{CaCl}_2$  a quente, e também pelo método da difusão (Illinois Soil Nitrogen Test-ISNT). As amostras dos 17 solos foram analisadas em triplicata e a descrição dos procedimentos adotados está a seguir.

**KCl 2 mol L<sup>-1</sup> a quente (N-KCl):** foi empregado o procedimento de Gianello e Bremner (1986a), com a adaptação para volume de solo proposta por Yagi (2008). Para tubos de digestão foram transferidos 2,5 cm<sup>3</sup> de solo e 20 mL de solução de KCl 2 mol L<sup>-1</sup>. Os tubos foram tampados com rolhas de borracha fixadas com fita adesiva e aquecidos em bloco de digestão, a 100°C, por 4 horas. Após o aquecimento, os tubos contendo as amostras foram resfriados em água corrente, foi feita adição de 0,2 g de MgO com medida calibrada para conversão de N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> a N-NH<sub>3</sub>, e o tubo foi imediatamente encaixado na entrada do destilador de N. O N-NH<sub>3</sub> liberado foi coletado em erlenmeyer com capacidade para 125 mL contendo 10 mL de solução de H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> 20 g L<sup>-1</sup> mais indicadores (verde de bromocresol e vermelho de metila). Foram coletados cerca de 40 mL de destilado em 4 a 5 minutos de destilação, e a quantificação de N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> foi feita por titulação com solução de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,005 mol L<sup>-1</sup>, padronizada. Dos resultados obtidos não foi descontado o N mineral preexistente no solo, porque este procedimento dificulta a adoção do método e já existem relatos de bons resultados apenas com a extração a quente (Jalil et al., 1996; Yagi, 2008).

Tabela 1. Caracterização dos solos utilizados.

Solo	Classificação <sup>1</sup>	Ocupação	CTC	Areia	Argila	N-total	MO	pH <sup>2</sup>
			mmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup>	----- g kg <sup>-1</sup>	-----	-----	g dm <sup>-3</sup>	
1	Latossolo	Mata nativa	149	210	620	3,91	87	6,2
2	Gleissolo	Várzea	189	240	650	2,27	63	4,2
3	Latossolo	Pastagem	109	170	700	2,55	50	5,2
4	Argissolo	Pastagem	79	860	100	1,84	36	5,1
5	Latossolo	Mata nativa	77	660	300	1,67	35	3,8
6	Latossolo	Cana-de-açúcar Orgânica	79	590	380	1,63	35	5,3
7	Latossolo	Eucalipto	70	630	350	1,34	33	4,3
8	Latossolo	Cana	75	570	380	1,34	32	5,1
9	Latossolo	Seringueira	60	610	350	1,72	31	5,3
10	Argissolo	Pastagem	60	750	180	0,97	27	4,8
11	Latossolo	Manga	70	630	350	1,39	27	5,3
12	Latossolo	Cana-de-açúcar	71	660	300	1,06	22	4,6
13	Argissolo	Eucalipto	51	850	120	1,14	21	5,1
14	Argissolo	Milho	50	860	100	0,82	16	5,7
15	Argissolo	Cana-de-açúcar	42	850	130	0,66	15	5,2
16	Argissolo	Cana-de-açúcar	47	880	100	0,53	11	5,7
17	Argissolo	Pomar de citrus	31	870	90	0,42	9	5,1

<sup>1</sup> EMBRAPA (2006); <sup>2</sup> determinado em solução de CaCl<sub>2</sub> 0,01 mol L<sup>-1</sup>.

**Água quente (N-AG):** Na extração foram combinados procedimentos adotados por Gianello e Bremner (1986a), para extração com KCl a quente, e por Curtin et al. (2006), para extração com água quente. Amostras de 4 cm<sup>3</sup> de solo foram transferidas para tubos de digestão. Aos tubos foram adicionados 30 mL de água deionizada e a suspensão foi submetida a aquecimento por 16 horas, em um bloco de aquecimento preaquecido a 80°C. A suspensão foi resfriada, em seguida coletou-se uma alíquota de 10 mL do sobrenadante para determinação de N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> por destilação, conforme descrito no item anterior. Curtin et al. (2006) relataram que a maior extração ocorre nas primeiras horas e, por isso, foram avaliados também tempos de aquecimento de 2, 4 e 8 horas.

**CaCl<sub>2</sub> 0,01 mol L<sup>-1</sup> a quente (N-CaCl<sub>2</sub>):** os mesmos procedimentos avaliados usando água como extrator foram empregados com solução de CaCl<sub>2</sub> 0,01 mol L<sup>-1</sup>.

**Método de Illinois (N-ISNT):** foi usado o procedimento proposto por Khan; Mulvaney e Hoefl (2001), com adaptações para as condições existentes no laboratório. Um cm<sup>3</sup> de solo foi transferido para recipiente com capacidade para 473

mL (Mason jar) (Figura 1). Um béquer com capacidade para 50 mL, substituindo a placa de petri recomendada no método original, contendo 5 mL da mistura de  $\text{H}_3\text{BO}_3$  + indicadores, foi colocado no interior do recipiente. O béquer foi preso à tampa do recipiente com auxílio de um anel de plástico e um parafuso. Este sistema mantém o béquer suspenso no interior do recipiente quando ele é fechado. Para o recipiente contendo o solo foram então transferidos 10 mL de solução de  $\text{NaOH}$   $2 \text{ mol L}^{-1}$  e, em seguida, o recipiente foi tampado e colocado em banho-maria a  $48\text{-}50^\circ\text{C}$  por cinco horas. O aquecimento em banho foi utilizado, substituindo o aquecimento em chapa aquecedora recomendado pelos autores do método, porque há menor variação na temperatura. Ao término do aquecimento, o béquer contendo  $\text{H}_3\text{BO}_3$  + indicadores foi retirado, a solução foi diluída com 5 mL de água desionizada e titulada com solução padronizada de  $\text{H}_2\text{SO}_4$   $0,02 \text{ mol L}^{-1}$  para determinação do N potencialmente mineralizável ( $\text{N-NH}_4^+$  + N-aminoaçúcares).



Figura 1. Recipiente com tampa de fechamento hermético (Mason jar) com as adaptações necessárias para determinação de N pelo método de Illinois (ISNT).

### 3.3 Experimento em casa de vegetação

Com os mesmos 17 solos foi conduzido experimento em casa de vegetação, utilizando o milho como planta-teste, em delineamento inteiramente casualizado com

quatro repetições. Porções equivalentes a  $5,0 \text{ dm}^3$  de cada solo foram pesadas, espalhadas sobre pedaços de plásticos, adicionadas quantidades de corretivos [ $\text{CaCO}_3$  e  $4\text{MgCO}_3 \cdot \text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ] necessárias para elevar a saturação por bases a 70% e cuidadosamente misturados solo e corretivos. A relação Ca:Mg usada variou entre 3:1 e 2:1, dependendo do solo, para garantir teor de Mg de, no mínimo,  $8 \text{ mmol}_c \text{ dm}^{-3}$ . Após a mistura do solo com corretivos, foram aplicadas quantidades de superfosfato triplo equivalentes a 150, 250 e  $300 \text{ mg dm}^{-3}$  de P em solos com, respectivamente, teor de argila  $< 300$ , entre 300 e 350 e  $>350 \text{ g kg}^{-1}$ . Foi feita a homogeneização do solo+adubo fosfatado e, posteriormente, as amostras foram transferidas para vasos de plástico (capacidade para 5,5 L), e o solo recebeu água deionizada para atingir 70% da capacidade de retenção. Uma semana após o início da incubação foi feita adubação com K, S, B, Cu, Zn, Mo. Para isso foram preparadas duas soluções com nutrientes, uma apenas com K e a outra com os demais nutrientes. Foram aplicados volumes de solução de KCl calculados para elevar o teor de K de cada solo a  $8 \text{ mmol}_c \text{ dm}^{-3}$ . Foram aplicados, também, em todos os vasos,  $20 \text{ mg dm}^{-3}$  de S.; 0,5 de B; 1,0 de Cu; 1,5 de Zn e  $0,02 \text{ mg dm}^{-3}$  de Mo, utilizando  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{H}_3\text{BO}_3$ ,  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  e  $(\text{NH}_4)_6(\text{Mo}_7\text{O}_{24}) \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ , respectivamente. Decorridos vinte dias de incubação, no dia 08-08-2011, foram semeadas 10 sementes de milho (híbrido: DKB 390) por vaso (Figura 2). Após o desbaste, que foi feito cinco dias após a emergência, foram deixadas cinco plantas por vaso.

Durante a condução do experimento a umidade do solo foi mantida em cerca de 70% da capacidade de retenção de água por meio de pesagem e reposição da água perdida. A colheita foi feita 42 dias após a semeadura (Figura 3), quando nas plantas, de todos os vasos, já havia sintoma visual de deficiência de N. As plantas foram cortadas a 2 cm do solo, lavadas e secas em estufa com circulação forçada de ar até peso constante para obtenção da produção de matéria seca (CARMO et al., 2000). Após pesagem das amostras elas foram moídas para determinação do N total. A determinação do N na MS foi feita por digestão sulfúrica, seguida de destilação dos extratos em microdestilador Kjeldahl e titulação do destilado (CARMO et al., 2000). O procedimento compreendeu transferência de 0,1000 g de MS da parte aérea das plantas para tubos de digestão, adição de  $1 \text{ mL}$  de  $\text{H}_2\text{O}_2$   $300 \text{ mL L}^{-1}$

e 7 mL de mistura digestora ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado p.a., água deionizada,  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{SeO}_2$  e  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ), digestão a frio por uma noite, seguida de digestão em bloco digestor, iniciando a  $100^\circ\text{C}$  por trinta minutos e aumentando  $50^\circ\text{C}$  a cada 30 minutos até  $300^\circ\text{C}$  e, depois,  $330^\circ\text{C}$ . Após o clareamento das amostras, elas foram retiradas do bloco para esfriar. O material contido no tubo foi transferido para o destilador Kjeldahl, com o auxílio de 20 mL de água deionizada, e alcalinizado com 15 mL de solução de  $\text{NaOH}$   $18 \text{ mol L}^{-1}$ . Nesta etapa, o  $\text{N-NH}_4^+$  produzido na digestão foi convertido a  $\text{N-NH}_3$ , a qual é levada ao condensador, arrastada por vapor de água e coletada em solução de  $\text{H}_3\text{BO}_3$   $20 \text{ g L}^{-1}$  + indicadores (verde de bromocresol e vermelho de metila). A quantificação do N da amostra foi feita por titulação com solução de  $\text{H}_2\text{SO}_4$   $0,02 \text{ mol L}^{-1}$ , previamente padronizada.



Figura 2. Distribuição das plantas de milho no vaso logo após a emergência.



Figura 3. Aspecto das plantas no dia da colheita nos solos 1 (à esquerda) e 17 (à direita), respectivamente, Latossolo Vermelho com  $87 \text{ g dm}^{-3}$  de MO e Argissolo com  $9 \text{ g dm}^{-3}$  de MO.

Com base na produção de MS e na concentração de N foi calculada a quantidade de N acumulada na parte aérea das plantas de milho por vaso.

### 3.4. Análises estatísticas

Os extratores foram avaliados através da análise de variância fatorial 2x4 com 17 repetições, em que o fator A foi N-AG vs N-CaCl<sub>2</sub>, o fator B o tempo de extração, com dois tratamentos adicionais, N-KCl e N-ISNT, e os solos foram os blocos. A eficiência dos extratores na avaliação do N potencialmente mineralizável foi avaliada por meio de análises de correlação entre o N absorvido pelo milho e o extraído das amostras de solo pelos extratores químicos. A MO e o N-total também foram usados como variáveis de referência nas análises de correlação. Foi feito teste de paralelismo e coincidência de retas para avaliar a diferença entre os métodos. Para as análises estatísticas foi usado o programa AgroEstat (BARBOSA; MALDONADO Jr., 2012).

#### 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os teores de N-AG obtidos neste trabalho (Tabela 2) são semelhantes aos relatados por Curtin et al. (2006). Segundo estes autores, a água quente é um extrator brando, extraíndo cerca de 6% do N total (Tabela 1), sendo que 80% deste N está na forma orgânica e apenas 20% na forma mineral, o que pode explicar a pequena proporção, de aproximadamente 0,5% de N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> extraído com água quente em relação ao N total no presente estudo.

Tabela 2. Teores de N potencialmente mineralizável obtidos com os métodos estudados

Solo	N-AG <sup>1</sup>				N-CaCl <sub>2</sub> <sup>2</sup>				N-KCl <sup>3</sup>	N-ISNT <sup>4</sup>
	2h	4h	8h	16h	2h	4h	8h	16h		
	----- mg dm <sup>-3</sup> -----									
1	10,1	9,7	17,2	25,3	10,8	11,1	27,6	28,6	51,5	316,9
2	2,6	5,7	6,7	9,1	8,8	8,7	10,7	9,9	24,4	144,8
3	5,4	6,8	11,9	13,8	9,3	9,5	11,4	14,2	39,1	203,6
4	5,5	8,7	11,5	10,1	10,5	10,9	11,7	15,1	29,1	92,1
5	4,3	7,3	9,5	9,2	7,2	8,7	13,0	14,1	21,4	86,5
6	3,8	4,6	8,9	8,5	6,8	8,9	9,8	10,1	22,9	72,5
7	2,8	6,4	9,0	9,0	5,9	7,3	12,0	10,7	21,9	67,1
8	2,5	6,2	5,7	6,0	5,8	7,8	9,6	11,3	17,8	70,3
9	3,7	5,2	8,0	8,8	6,5	9,5	11,3	12,1	21,8	77,5
10	3,6	4,6	4,6	4,2	4,9	7,2	9,3	10,8	16,5	54,2
11	3,1	3,9	5,6	5,3	4,4	7,5	9,8	10,4	22,9	72,4
12	4,0	1,5	4,1	4,0	5,7	9,3	9,8	6,3	14,7	44,1
13	2,1	2,8	6,0	4,6	5,9	8,1	7,4	6,7	17,6	44,5
14	1,5	3,0	4,9	4,6	4,6	8,2	7,4	7,7	13,7	30,7
15	1,5	2,0	2,6	2,3	3,8	5,1	7,3	6,5	11,5	21,4
16	0,7	1,9	2,3	1,9	2,3	4,6	5,1	5,6	10,4	19,7
17	0,4	1,5	0,9	1,3	3,0	4,5	5,6	5,5	8,8	16,8

<sup>1</sup> N extraído com água empregando aquecimento por 2, 4, 8 ou 16h; <sup>2</sup> N extraído com solução de CaCl<sub>2</sub> 0,01 mol L<sup>-1</sup> empregando aquecimento por 2, 4, 8 e 16h; <sup>3</sup> N extraído com solução de KCl 2 mol L<sup>-1</sup> empregando aquecimento por 4 horas; <sup>4</sup> N extraído com o método Illinois Soil Test Nitrogen.

Os extratores água e solução de CaCl<sub>2</sub> 0,01 mol L<sup>-1</sup> a 80°C, foram os que menos N extraíram dos solos (Tabela 2). Além disso, não houve diferença significativa entre a quantidade de N extraído entre esses dois métodos. Ambos os extratores se comportaram de modo semelhante em relação à quantidade de N extraída com o aumento do tempo de aquecimento, 2, 4, 8 e 16h. Na Figura 4 observa-se que ambos os extratores atingiram estabilização na quantidade de N extraída com pouco mais de 8h de extração, e que, na média dos 17 solos, a

solução de  $\text{CaCl}_2$  extraiu mais N do que a água em quantidade praticamente constante de aproximadamente  $3 \text{ mg dm}^{-3}$  de solo, em todos os tempos, e que representou uma variação de aproximadamente 64% na média geral. Apesar de os pontos na Figura 4 caracterizarem uma curva, a regressão não foi significativa, pois o efeito dos tratamentos, não foi significativo, não houve diferença das médias gerais dos dois tratamentos e nem diferença entre as médias de um mesmo tratamento quando comparados os tempos. Do ponto de vista da análise química, o melhor tempo de extração seria 8 horas, tempo em que há estabilização que persiste até 16 h. Contudo o tempo de 8 h é inconveniente do ponto de vista prático, pois para iniciar as destilações às 7 h seria necessário iniciar a extração às 23 h do dia anterior. Daí, pode-se definir qualquer tempo maior que 8 h, sendo conveniente o uso de 16 h.

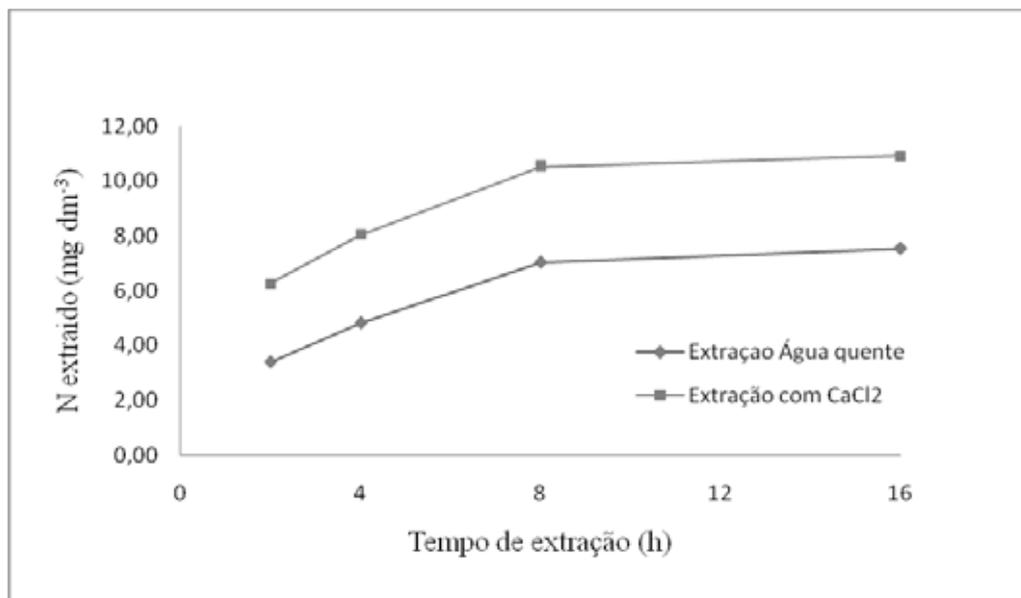


Figura 4. Média do N extraído, de dois extratores (Água e  $\text{CaCl}_2$ ), nos 17 solos ao longo dos 4 tempos de extração.

Dos extratores químicos avaliados, N-KCl, N-AG, N- $\text{CaCl}_2$  e N-ISNT, o que mostrou maior força de extração foi o usado no ISNT, com os teores de N variando de 16,8 a  $316,9 \text{ mg kg}^{-1}$  (Tabela 2). Tais teores são, de maneira geral, menores do que os relatados por outros autores (KHAN; MULVANEY; HOEFT, 2001; KLAPWYK et al., 2006; SHARIFI et al., 2007; LAWRENCE et al., 2009). Os teores de N-KCl a quente variaram entre 8,8 e  $51,5 \text{ mg dm}^{-3}$  (Tabela 2), estando numa faixa semelhante aos

observados em solos minerais, por outros autores (BEAUCHAMP; PARARAJASINGHAM; KAY, 2003; VELTHOF; OENEMA, 2010), e foram menores do que os teores de N-ISNT determinados neste trabalho (Tabela 2).

A quantidade de N extraído pelo ISNT (Tabela 2) em relação ao N total (Tabela 1) foi de 9,2%, que está próximo dos 7,9% que foi obtido por Sharifi et al. (2007). Porém, está aquém do que Laboski et al. (2008) determinaram (14,7%). Laboski et al. (2008) citaram Barker et al. (2006), Marriot e Wander (2006) e Osterhaus; Bundy e Andraski (2008), que relataram relação entre N-ISNT e N-total de 15%, 13,5% e 12,6%, respectivamente.

A produção de matéria seca por vaso (MS) da parte aérea do milho variou em função dos solos (Tabela 3). Como em todos os vasos, o único nutriente limitante ao desenvolvimento das plantas de milho foi o N, pode-se admitir que os solos disponibilizaram quantidades de N distintas. Isso pode ser observado nos resultados de N acumulado na parte aérea do milho por vaso (Tabela 3), porém, nem sempre o maior acúmulo de N resulta em maior produção de MS, o que também foi observado por Yagi (2008).

Tabela 3. Matéria seca e N absorvido e acumulado na parte aérea de milho em experimento em vasos em que foram empregadas amostras de 17 solos

Solo	Matéria seca g/vaso	N absorvido mg/vaso	Solo	Matéria seca g/vaso	N absorvido mg/vaso
1	75,5	393,1	10	37,7	98,8
2	29,6	84,4	11	51,2	137,5
3	55,3	198,1	12	20,5	52,6
4	78,5	269,2	13	43,2	126,8
5	47,5	188,0	14	32,7	80,1
6	42,3	131,1	15	26,1	68,8
7	50,5	172,1	16	21,2	67,4
8	39,6	114,4	17	18,5	44,8
9	40,0	100,6			

Os solos que resultaram em maior acúmulo de MS e de N na parte aérea do milho, por vaso, foram o 1 e o 4 (Tabela 3), apesar de se tratarem de dois solos bastante distintos, principalmente pela textura; o primeiro muito argiloso e o segundo arenoso, e pela cobertura vegetal, mata e pastagem, respectivamente (Tabela 1).

Os índices químicos testados foram eficientes em identificar a diferença entre os solos na disponibilidade de N para as plantas de milho (Tabela 4). O N-KCl a quente apresentou alta correlação com a MS e com o  $N_{abs}$ , com valores de  $r$  iguais a 0,82 e 0,90, respectivamente (Tabela 4). Resultados semelhantes foram obtidos com esse método na estimativa do N mineralizável por Gianello e Bremner (1986b), Oliveira (1989), Jalil et al. (1996), Campbell et al. (1997) e Velthof e Oenema (2010).

O N-KCl à quente também apresentou boa correlação com os teores de N total e de MO do solo, com resultados semelhantes aos obtidos por Picone; Cabrera e Franzluebbbers (2002). Beauchamp, Pararajasingham e Kay (2003), avaliando correlações do N total do solo com vários índices de estimativa de N no solo não obtiveram boa correlação entre o método do KCl à quente e o N total do solo e concluíram que isso se deveu ao baixo poder de extração do método do KCl à quente.

O ISNT foi o método que pior se correlacionou com a produção de MS de milho e  $N_{abs}$  ( $r= 0,67^{**}$  e  $0,81^{**}$ ), respectivamente (Tabela 4). Este método apresentou comportamento diferente dos outros pelo teste de paralelismo e coincidência de retas (Tabelas 5 e 6) e foi o método menos eficiente para prever o N disponível para as plantas. Estes resultados estão aquém dos relatados por Khan; Mulvaney e Hoefl (2001), Klapwyk et al. (2006) e Sharifi et al. (2007). Alguns autores discordam quanto a capacidade preditiva do ISNT para N potencialmente mineralizável (LABOSKI et al., 2008; OSTERHAUS; BUNDY; ANDRASKI, 2008). Segundo esses autores, o ISNT extrai uma fração constante do N total do solo, sendo que esta pode não corresponder ao N da MO de maior labilidade. Segundo Laboski et al. (2008), isso explicaria a forte correlação entre o N determinado pelo ISNT e os teores de MO e N total do solo que é frequentemente relatada na literatura, e que também foi verificada por eles. Essa correlação alta entre teores de N-ISNT e a MO e o N total do solo também foi constatada neste trabalho, com valores de  $r$  iguais a  $0,95^{**}$  e  $0,97^{**}$ , respectivamente (Tabela 4), porém o N-ISNT se comporta diferente da MO e do N-total pelo teste de paralelismo e coincidência de retas (Tabela 5).

Os teores de N obtidos empregando extração com água ou solução de  $\text{CaCl}_2$  se correlacionaram, em todos os tempos testados, com a MS de milho e com o  $N_{\text{abs}}$  (Tabela 4), variando os coeficientes respectivamente, para o N- $\text{CaCl}_2$  0,01 mol  $\text{L}^{-1}$ , de 0,71 a 0,82 e 0,68 a 0,93, e para o N-AG, de 0,77 a 0,87 e 0,87 a 0,93. Para ambos os extratores, ao longo dos tempos de extração, o valor de r variou aleatoriamente, não havendo então qualquer tendência de que o aumento ou a diminuição do tempo de extração pode resultar num melhor coeficiente de correlação com os índices biológicos. Em todos os tempos houve correlação do N- $\text{H}_2\text{O}$  e do N- $\text{CaCl}_2$  com os teores de MO e de N-total.

O N-KCl a quente e o N-AG correlacionaram entre si (tabela 4). Segundo Curtin et al. (2006), a hidrólise pela água quente liberou quantidades significativas de  $\text{N-NH}_4^+$  e os teores também se correlacionaram com o  $\text{N-NH}_4^+$  obtido com KCl a quente.

Não houve diferença entre os extratores AG e  $\text{CaCl}_2$ , empregando o teste de paralelismo, quando comparados dentro do mesmo tempo de extração (Tabela 5), o que sugere que ambos têm a mesma tendência, apesar de extraírem quantidades diferentes de N. Alguns autores (CURTIN et al., 2006; CHANTIGNY et al., 2010; CURTIN et al., 2011) observaram que após a extração com água quente, se o solo for submetido a nova extração, desta vez com solução de KCl 2 mol  $\text{L}^{-1}$ , há liberação de quantidades de  $\text{N-NH}_4$  maiores que as já obtidas com a primeira extração com água. A solução de  $\text{CaCl}_2$  0,01 mol  $\text{L}^{-1}$ , por sua vez, pode extrair uma pequena parte do N que fica adsorvido às argilas, já que a quantidade de N extraída por  $\text{CaCl}_2$  foi um pouco maior em relação a extração com água. Não há evidências de que a solução de  $\text{CaCl}_2$  0,01 mol  $\text{L}^{-1}$  seja capaz de hidrolisar alguma outra fração de N que não as que a água quente já é capaz de fazê-lo. Isso fica evidente pelo comportamento muito semelhante dos resultados nos quatro tempos de aquecimento das duas formas de extração.

A força de extração na ordem decrescente foi ISNT, KCl,  $\text{CaCl}_2$ , água. Mesmo extraíndo quantidades de N bastante diferentes, com exceção do N-AG vs N- $\text{CaCl}_2$ , nenhum dos métodos apresentou a mesma tendência no teste de paralelismo e coincidência de retas. Todos os métodos testados correlacionaram entre si e com

Tabela 4. Coeficientes de correlação linear (r) entre os métodos químicos testados para a estimativa da disponibilidade de N do solo, produção de matéria seca por vaso (MS) e nitrogênio absorvido ( $N_{abs}$ ) por vaso.

Índice <sup>1</sup>	N-ISNT	N-H <sub>2</sub> O 2h	N-H <sub>2</sub> O 4h	N-H <sub>2</sub> O 8h	N-H <sub>2</sub> O 16h	CaCl <sub>2</sub> 2h	CaCl <sub>2</sub> 4h	CaCl <sub>2</sub> 8h	CaCl <sub>2</sub> 16h	MO	N- total	MS	N <sub>abs</sub>	Argila	pH
N-KCl	0,96**	0,87**	0,83**	0,94**	0,97**	0,87**	0,76**	0,88**	0,92**	0,91**	0,97**	0,82**	0,90**	0,74**	0,25 <sup>ns</sup>
N-ISNT	-	0,90**	0,76**	0,86**	0,96**	0,81**	0,66**	0,89**	0,90**	0,95**	0,97**	0,67**	0,81**	0,81**	0,24 <sup>ns</sup>
N-H <sub>2</sub> O 2h	-	-	0,79**	0,91**	0,92**	0,83**	0,81**	0,93**	0,93**	0,83**	0,90**	0,79**	0,89**	0,59*	0,20 <sup>ns</sup>
N-H <sub>2</sub> O 4h	-	-	-	0,90**	0,84**	0,86**	0,72**	0,78**	0,87**	0,80**	0,82**	0,87**	0,87**	0,56*	-0,05 <sup>ns</sup>
N-H <sub>2</sub> O 8h	-	-	-	-	0,95**	0,90**	0,83**	0,87**	0,91**	0,84**	0,92**	0,88**	0,93**	0,63**	0,13 <sup>ns</sup>
N-H <sub>2</sub> O 16h	-	-	-	-	-	0,85**	0,74**	0,94**	0,95**	0,93**	0,97**	0,77**	0,90**	0,71**	0,23 <sup>ns</sup>
CaCl <sub>2</sub> 2h	-	-	-	-	-	-	0,89**	0,73**	0,78**	0,85**	0,89**	0,78**	0,79**	0,64**	-0,04 <sup>ns</sup>
CaCl <sub>2</sub> 4h	-	-	-	-	-	-	-	0,68**	0,69**	0,70**	0,78**	0,72**	0,68**	0,52*	0,02 <sup>ns</sup>
CaCl <sub>2</sub> 8h	-	-	-	-	-	-	-	-	0,96**	0,88**	0,90**	0,71**	0,88**	0,60*	0,20 <sup>ns</sup>
CaCl <sub>2</sub> 16h	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,86**	0,91**	0,82**	0,93**	0,58*	0,26 <sup>ns</sup>
MO	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,97**	0,64**	0,76**	0,84**	0,24 <sup>ns</sup>
N-total	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,73**	0,83**	0,81**	0,16 <sup>ns</sup>
MS	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,93**	0,34 <sup>ns</sup>	0,17 <sup>ns</sup>
N <sub>abs</sub>	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,43 <sup>ns</sup>	0,06 <sup>ns</sup>
Argila	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,06 <sup>ns</sup>

<sup>(1)</sup>Em que N-ISNT se refere ao método de Illinois para avaliação do N disponível para plantas; N-KCl se refere ao método do KCl a quente; N-H<sub>2</sub>O se refere ao método da água quente nos 4 tempos; CaCl<sub>2</sub> se refere à extração com solução 0,01 mol L<sup>-1</sup> do sal nos 4 tempos; MO matéria orgânica do solo; N- total se refere ao N total do solo; MS se refere matéria seca produzida pelo milho por vaso; e N<sub>abs</sub> refere ao N acumulado pelas plantas de milho por vaso.

\*, \*\* e <sup>ns</sup> significam, significância a 5% de probabilidade, significância a 1% de probabilidade e não significativo estatisticamente, respectivamente.

os índices biológicos (MS e  $N_{abs}$ ) (Tabela 4). Comparados pelo teste t, não houve diferença entre os valores de r quando se comparou os métodos químicos (N-ISNT, N-KCl, N-AG e N-CaCl<sub>2</sub>) com os índices biológicos ( $N_{abs}$  e MS), com exceção apenas para N-AG 8h vs N-CaCl<sub>2</sub> 4h ( $r=0,93$  e  $0,68$ , respectivamente, com  $N_{abs}$ ). O conhecimento a respeito do papel do N extraído através de cada um destes métodos químicos na mineralização do N e sua interação com as propriedades do solo e condições ambientais é limitado (ROS; TENNINGHOFF; HOFFLAND, 2010).

A provável explicação para que métodos com resultados de extração de N tão diferentes terem correlacionado entre si e com os índices biológicos esteja nas condições experimentais deste trabalho e, mais ainda, relacionada aos solos utilizados e às condições ambientais a que estes solos foram submetidos na casa de vegetação. Com o pH corrigido, umidade mantida a 70% da capacidade de retenção de água, e alta temperatura durante o período do experimento, houve condições ideais para a mineralização da MO. Com experimento em casa de vegetação, Buso e Kliemann (2003) conseguiram identificar o efeito das práticas de manejo no carbono orgânico e no N potencialmente mineralizável em solos das regiões de Santa Helena e Rio Verde, no Estado de Goiás.

A MO e o N-total apresentaram correlação com todos os índices químicos testados e, também, com a produção de MS e  $N_{abs}$ , e foram melhores que o ISNT para prever o N disponível, baseado na comparação dos coeficientes de correlação com os índices biológicos. Segundo Ros; Tenninghoff e Hoffland, (2010), apesar do que se tem na literatura, de que métodos de extração mais intensa são geralmente menos eficientes que métodos mais brandos de extração de N, seu estudo de revisão sobre métodos químicos para prever o N disponível não revelou correlação negativa entre intensidade de extração de N e coeficiente de correlação com índices biológicos.

Neste trabalho, a textura não foi eficiente em explicar a produção de MS por vaso e nem o  $N_{abs}$  (Tabela 4), mas o teor de argila se correlacionou significativamente com o N extraído pelos métodos químicos de avaliação do N disponível e com a MO. Segundo Buso e Kliemann (2003), a textura do solo se correlaciona estreitamente com o N-total, a MO e o N potencialmente mineralizável.

Tabela 5. Teste de paralelismo e coincidência de retas, em que y é matéria seca da parte aérea do milho e x são os teores de N potencialmente mineralizável, o N total do solo e a MO.

	Teste	R2	R3	R4	R5	R6	R7	R8	R9	R10	R11	R12
R1 <sup>1</sup>	t	0,1 <sup>NS</sup>	1,8 <sup>NS</sup>	2,8 <sup>**</sup>	0,3 <sup>NS</sup>	-0,2 <sup>NS</sup>	2,5 <sup>*</sup>	2,7 <sup>*</sup>	3,9 <sup>**</sup>	4,4 <sup>**</sup>	-2,4 <sup>*</sup>	3,9 <sup>**</sup>
	F	2,9 <sup>NS</sup>	9,9 <sup>**</sup>	7,7 <sup>**</sup>	6,8 <sup>**</sup>	11,3 <sup>**</sup>	10,9 <sup>**</sup>	14,6 <sup>**</sup>	19,6 <sup>**</sup>	12,5 <sup>**</sup>	7,3 <sup>**</sup>	12,1 <sup>**</sup>
R2	t	-	2,2 <sup>*</sup>	3,3 <sup>**</sup>	0,4 <sup>NS</sup>	-0,2 <sup>NS</sup>	2,9 <sup>**</sup>	3,3 <sup>**</sup>	4,8 <sup>**</sup>	5,2 <sup>**</sup>	-2,7 <sup>*</sup>	4,7 <sup>**</sup>
	F	-	7,3 <sup>**</sup>	7,8 <sup>**</sup>	2,7 <sup>NS</sup>	9,5 <sup>**</sup>	11,9 <sup>**</sup>	16,5 <sup>**</sup>	25,9 <sup>**</sup>	16,9 <sup>**</sup>	14,4 <sup>**</sup>	15,9 <sup>**</sup>
R3	t	-	-	1,8 <sup>NS</sup>	-1,5 <sup>NS</sup>	-1,8 <sup>NS</sup>	1,5 <sup>NS</sup>	1,6 <sup>NS</sup>	3,9 <sup>**</sup>	5,3 <sup>**</sup>	-3,5 <sup>**</sup>	4,5 <sup>**</sup>
	F	-	-	1,8 <sup>NS</sup>	1,5 <sup>NS</sup>	2,3 <sup>NS</sup>	11,9 <sup>**</sup>	6,9 <sup>**</sup>	22,7 <sup>**</sup>	11,1 <sup>**</sup>	17,2 <sup>**</sup>	15,4 <sup>**</sup>
R4	t	-	-	-	-2,5 <sup>*</sup>	-2,5 <sup>*</sup>	-1,7 <sup>NS</sup>	-0,3 <sup>NS</sup>	1,9 <sup>NS</sup>	4,0 <sup>**</sup>	-3,6 <sup>**</sup>	3,1 <sup>**</sup>
	F	-	-	-	3,6 <sup>*</sup>	3,3 <sup>NS</sup>	1,4 <sup>NS</sup>	2,3 <sup>NS</sup>	11,9 <sup>**</sup>	11,1 <sup>**</sup>	11,2 <sup>**</sup>	9,3 <sup>**</sup>
R5	t	-	-	-	-	-0,59 <sup>NS</sup>	2,21 <sup>*</sup>	2,43 <sup>*</sup>	3,72 <sup>**</sup>	4,27 <sup>**</sup>	-2,58 <sup>*</sup>	3,83 <sup>**</sup>
	F	-	-	-	-	2,9 <sup>NS</sup>	6,4 <sup>**</sup>	8,6 <sup>**</sup>	17,0 <sup>**</sup>	11,9 <sup>**</sup>	13,9 <sup>**</sup>	11,2 <sup>**</sup>
R6	t	-	-	-	-	-	2,3 <sup>*</sup>	2,5 <sup>*</sup>	3,4 <sup>**</sup>	3,8 <sup>**</sup>	-2,1 <sup>*</sup>	3,5 <sup>**</sup>
	F	-	-	-	-	-	3,9 <sup>*</sup>	5,3 <sup>*</sup>	13,3 <sup>**</sup>	9,6 <sup>**</sup>	14,4 <sup>**</sup>	9,1 <sup>**</sup>
R7	t	-	-	-	-	-	-	-0,1 <sup>NS</sup>	1,8 <sup>NS</sup>	3,6 <sup>**</sup>	-3,4 <sup>**</sup>	2,8 <sup>**</sup>
	F	-	-	-	-	-	-	0,1 <sup>NS</sup>	7,9 <sup>**</sup>	8,8 <sup>**</sup>	12,3 <sup>**</sup>	7,2 <sup>**</sup>
R8	t	-	-	-	-	-	-	-	2,4 <sup>*</sup>	4,5 <sup>**</sup>	-3,7 <sup>**</sup>	3,5 <sup>**</sup>
	F	-	-	-	-	-	-	-	10,9 <sup>**</sup>	12,9 <sup>**</sup>	16,3 <sup>**</sup>	10,3 <sup>**</sup>
R9	t	-	-	-	-	-	-	-	-	4,2 <sup>**</sup>	-4,1 <sup>**</sup>	2,4 <sup>*</sup>
	F	-	-	-	-	-	-	-	-	11,6 <sup>**</sup>	17,8 <sup>**</sup>	4,5 <sup>*</sup>
R10	t	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-3,9 <sup>**</sup>	-2,3 <sup>*</sup>
	F	-	-	-	-	-	-	-	-	-	10,3 <sup>**</sup>	4,3 <sup>*</sup>
R11	t	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	10,6 <sup>**</sup>
	F	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	3,7 <sup>**</sup>

<sup>1</sup> R1-R11 representam: 1) N-AG 2h; 2) N-AG 4h; 3) N-AG 8h; 4) N-AG 16h; 5) N-CaCl<sub>2</sub> 2h; 6) N-CaCl<sub>2</sub> 4h; 7) N-CaCl<sub>2</sub> 8h; 8) N-CaCl<sub>2</sub> 16h; 9) N-KCl; 10) N-ISNT; 11) N-total; 12) MO

Tabela 6. Teste de paralelismo e coincidência de retas, em que y é N absorvido acumulado na parte aérea do milho e x são os teores de N potencialmente mineralizável, o N total do solo e a MO.

Teste	R1	R2	R3	R4	R5	R6	R7	R8	R9	R10	R11
R1	t	0,6 <sup>NS</sup>	3,0 <sup>**</sup>	4,3 <sup>*</sup>	0,8 <sup>NS</sup>	3,6 <sup>*</sup>	4,3 <sup>**</sup>	5,9 <sup>**</sup>	6,4 <sup>*</sup>	-3,6 <sup>**</sup>	5,5 <sup>**</sup>
R2	F	4,6 <sup>*</sup>	20,9 <sup>**</sup>	19,1 <sup>**</sup>	10,4 <sup>**</sup>	28,5 <sup>**</sup>	38,4 <sup>**</sup>	41,9 <sup>**</sup>	27,9 <sup>**</sup>	15,5 <sup>**</sup>	24,4 <sup>**</sup>
R3	t	-	2,2 <sup>*</sup>	3,6 <sup>**</sup>	0,3 <sup>NS</sup>	2,9 <sup>**</sup>	3,6 <sup>**</sup>	5,3 <sup>**</sup>	6,0 <sup>**</sup>	-3,8 <sup>**</sup>	5,1 <sup>**</sup>
R4	F	-	8,7 <sup>**</sup>	10,8 <sup>**</sup>	2,8 <sup>NS</sup>	19,8 <sup>**</sup>	26,6 <sup>**</sup>	35,2 <sup>**</sup>	24,9 <sup>**</sup>	15,4 <sup>**</sup>	24,4 <sup>**</sup>
R5	t	-	-	2,2 <sup>*</sup>	-1,4 <sup>NS</sup>	1,4 <sup>NS</sup>	2,0 <sup>NS</sup>	5,2 <sup>**</sup>	7,1 <sup>**</sup>	-5,2 <sup>**</sup>	5,5 <sup>**</sup>
R6	F	-	-	2,7 <sup>NS</sup>	1,8 <sup>NS</sup>	9,9 <sup>**</sup>	15,9 <sup>**</sup>	41,9 <sup>**</sup>	33,4 <sup>**</sup>	32,6 <sup>**</sup>	26,1 <sup>**</sup>
R7	t	-	-	-	-2,3 <sup>*</sup>	-0,6 <sup>NS</sup>	-0,4 <sup>NS</sup>	3,3 <sup>**</sup>	6,4 <sup>**</sup>	-5,4 <sup>**</sup>	4,6 <sup>**</sup>
R8	F	-	-	-	4,3 <sup>*</sup>	4,5 <sup>*</sup>	7,0 <sup>**</sup>	29,5 <sup>**</sup>	28,0 <sup>**</sup>	26,2 <sup>**</sup>	21,0 <sup>**</sup>
R9	t	-	-	-	-	2,22 <sup>*</sup>	2,61 <sup>*</sup>	4,10 <sup>**</sup>	4,95 <sup>**</sup>	-3,52 <sup>**</sup>	4,22 <sup>**</sup>
R10	F	-	-	-	-	10,0 <sup>**</sup>	13,2 <sup>**</sup>	23,1 <sup>**</sup>	17,6 <sup>**</sup>	20,8 <sup>**</sup>	15,5 <sup>**</sup>
R11	t	-	-	-	-	1,9 <sup>NS</sup>	2,2 <sup>*</sup>	3,3 <sup>**</sup>	3,9 <sup>**</sup>	-2,9 <sup>**</sup>	3,4 <sup>**</sup>
R12	F	-	-	-	-	4,1 <sup>*</sup>	5,6 <sup>**</sup>	14,5 <sup>**</sup>	11,6 <sup>**</sup>	17,9 <sup>**</sup>	10,4 <sup>**</sup>
R13	t	-	-	-	-	-	0,3 <sup>NS</sup>	3,5 <sup>**</sup>	5,9 <sup>**</sup>	-5,0 <sup>**</sup>	4,5 <sup>**</sup>
R14	F	-	-	-	-	-	0,1 <sup>NS</sup>	21,6 <sup>**</sup>	24,5 <sup>**</sup>	30,4 <sup>**</sup>	18,0 <sup>**</sup>
R15	t	-	-	-	-	-	-	3,9 <sup>**</sup>	6,9 <sup>**</sup>	-5,6 <sup>**</sup>	5,1 <sup>**</sup>
R16	F	-	-	-	-	-	-	27,9 <sup>**</sup>	32,6 <sup>**</sup>	38,7 <sup>**</sup>	22,0 <sup>**</sup>
R17	t	-	-	-	-	-	-	-	5,8 <sup>**</sup>	-5,9 <sup>**</sup>	2,9 <sup>**</sup>
R18	F	-	-	-	-	-	-	-	23,5 <sup>**</sup>	35,3 <sup>**</sup>	7,6 <sup>**</sup>
R19	t	-	-	-	-	-	-	-	-	-5,6 <sup>**</sup>	-3,4 <sup>**</sup>
R20	F	-	-	-	-	-	-	-	-	22,2 <sup>**</sup>	9,3 <sup>**</sup>
R21	t	-	-	-	-	-	-	-	-	-	5,2 <sup>**</sup>
R22	F	-	-	-	-	-	-	-	-	-	20,7 <sup>**</sup>

<sup>†</sup>R1-R11 representam: 1) N-AG 2h; 2) N-AG 4h; 3) N-AG 8h; 4) N-AG 16h; 5) N-CaCl<sub>2</sub> 2h; 6) N-CaCl<sub>2</sub> 4h; 7) N-CaCl<sub>2</sub> 8h; 8) N-CaCl<sub>2</sub> 16h; 9) N-KCl; 10) N-ISNT; 11) N-total; 12) MO

## 5. CONCLUSÕES

- a. Todos os métodos testados, KCl a quente, Illinois Soil Nitroten Test, água quente e  $\text{CaCl}_2$  a quente, foram capazes de predizer o N disponível para plantas de milho.
- b. Para as condições deste estudo o extrator KCl  $2 \text{ mol L}^{-1}$  por 4 h a  $100^\circ\text{C}$  foi o que se destacou, pois com menor tempo resultou em altas correlações com a produção de matéria seca e N acumulado na parte aérea do milho.
- c. Para as condições deste estudo e empregando água e  $\text{CaCl}_2$   $0,01 \text{ mol L}^{-1}$  a  $80^\circ\text{C}$  na avaliação de N do solo, o tempo de 8 horas representou o limite em que após esse tempo não se espera grande aumento na quantidade extraída de N.
- d. Para as condições deste estudo o Illinois Soil Nitrogen Test não demonstrou ser eficiente como é para algumas regiões dos Estados Unidos.

## 6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AMADO, T.J.C.; MIELNICZUK, J.; AITA, C. Recomendação de adubação nitrogenada para o milho no RS e SC adaptada ao uso de culturas de cobertura do solo, sob sistema de plantio direto. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa v.26, n.1, p.241-248, 2002.

APPEL, T.; MENGEL, K. Importance of organic nitrogen fractions in sandy soils, obtained by electro-ultrafiltration or CaCl<sub>2</sub> extraction, for nitrogen mineralization and nitrogen uptake of rape. **Biology and Fertility of Soils**, v.10, p.97-101, 1990.

APPEL, T.; MENGEL, K. Nitrogen uptake of cereals grown on sandy soils as related to nitrogen fertilizer application and soil nitrogen fractions obtained by electro-ultrafiltration (EUF) and CaCl<sub>2</sub> extraction. **European Journal of Agronomy**, Paris, v.1, n.1, p.1-9, 1992.

APPEL, T.; MENGEL, K. Nitrogen fractions in sandy soils in relation to plant nitrogen uptake and organic matter incorporations. **Soil Biology & Biochemistry**, v.25, p.685-691, 1993.

BARBOSA, J.C.; MALDONADO Jr., W. **Agroestat** – Sistema para análises estatísticas de ensaios agrônômicos. Versão 1.1.0.700, 2012.

BARKER, D.W.; SAWYER, J.E.; AL-KAISI, M.M.; LUNDEVALL, J.P. Assessment of the amino sugar-nitrogen test on Iowa: I. Evaluation of soil sampling and corn management practices. **Agronomy Journal**, v.98, p.1352-1358, 2006.

BEAUCHAMP, E.G.; PARARAJASINGHAM, R.; KAY, B.D. Relationships of total soil nitrogen to several soil nitrogen indices. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, v.34, p.505-518, 2003.

BREMNER, J.M. Total nitrogen. In: BLACK, C.A. (ed.) **Methods of soil analysis**. Agronomy 9. Madison, ASA, SSSA, 1965. p.1149-1178.

BUSHONG, J.T.; ROBERTS, T.L.; ROSS, W.J.; NORMAN, R.J.; SLATON, N.A.; WILSON Jr., C.E. Evaluation of distillation and diffusion techniques for estimation hydrolysable amino sugar-nitrogen as a means of predicting nitrogen mineralization. **Soil Science Society of American Journal**, v.72, p.992-999, 2008.

BUSO, W.H.D.; KLIEMANN, H.J. Relações de carbono orgânico e de nitrogênio total e potencialmente mineralizável com o nitrogênio absorvido pelo milho. **Pesquisa Agropecuária Tropical**, v.33, p.97-105, 2003.

CABRERA, M.L. Modeling the flush of nitrogen mineralization caused by drying and rewetting soils. **Soil Science Society of American Journal**, v.57, p.63-66, 1993.

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

CAMPBELL, C.A.; JAME, Y.W.; JALIL, A.; SCHOENAU, J. Use of hot KCl-NH<sub>4</sub>-N to estimate fertilizer N requirements. **Canadian Journal of Soil Science**, v.77, p.161-166, 1997.

CANTARELLA, H. Nitrogênio. In: NOVAIS, R. F. et al. (Eds.) **Fertilidade do solo**. Viçosa, SBCS, 2007. p.375- 470.

CARMO, C.A.F.S.; ARAÚJO, W.S.; BERNARDI, A.C.C.; SALDANHA, M.F.C. **Métodos de análise de tecidos vegetais utilizados na Embrapa Solos**. Rio de Janeiro, Embrapa Solos, 2000. 41p. (Circular técnica, 6)

CHANTIGNY, M.H.; CURTIN, D.; BERARE, M.H.; GREENFIELD, L.G. Influence of temperature on water-extractable organic matter and ammonium production in mineral soils. **Soil Science Society of American Journal**, v.74, p.517-524, 2010.

CORDOVIL, C.M.D.S.; COUTINHO, J.; GOSS, M.J.; CABRAL, F. Comparison of chemical methods for assessing potentially available organic nitrogen from organic residues applied to a sandy soil. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, v.38, p.989-1006, 2007.

CURTIN, D.; BEARE, M.H.; CHANTIGNY, M.H.; GREENFIELD, L.G. Controls on the extractability of soil organic matter in water over the 20 to 80°C temperature range. **Soil Biology & Biochemistry**, v. 75, p.1423-1430, 2011.

CURTIN, D.; WRIGHT, C.E.; BEARE, M.H.; McCALLUM, F.M. Hot water-extractable nitrogen as an indicator of soil nitrogen availability. **Soil Science Society of American Journal**, v.70, p.1512-1521, 2006.

GIANELLO, C.; BREMNER, J.M. Comparison of chemical methods of assessing potentially available organic nitrogen in soil. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, v.17, p.215-236, 1986a.

GIANELLO, C.; BREMNER, J.M. A simple chemical method of assessing potentially available organic nitrogen in soil. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, v.17, p.195-214, 1986b.

GIANELLO, C.; CAMARGO, F.A.O.; REICHMANN, E.; TEDESCO, M.J. Avaliação da disponibilidade do nitrogênio do solo estimada por métodos químicos. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.24, p.93-101, 2000.

GREGORICH, E.G.; BEARE, M.H.; STOKLAS, U.; ST-GEORGES, P. Biodegradability of soluble organic matter in maize-cropped soils. **Geoderma**, v.113, p.237-252, 2003.

GROOT, J.J.R.; HOUBA, V.J.G. A comparison of different indices for nitrogen mineralization. **Biology & Fertility of Soils**, v.19, p.1-9, 1995.

HAYNES, R.J. Labile organic matter fraction as central components of the quality agricultural soils: an overview. **Advances in Agronomy**, v.85, p.221-268, 2005.

HOUBA, V.J.G.; NOVOZAMSKY, I.; HUIJBREGTS, A.W.M.; van der LEE, J.J. Comparison of the soil extraction by 0.01 M CaCl<sub>2</sub> by EUF and by some conventional extraction procedures. **Plant and Soil**, v.96, p.433-377, 1986.

HOUBA, V.J.B.; LEXMOND, Th.M.; NOVOZAMSKY, I.; van der LEE, J.J. State of the art and future developments in soil analysis for bioavailability assessment. **The Science of the Total Environment**, v.178, p.21-28, 1996.

JALIL, A.; CAMPBELL, C.A.; SCHOENAU, J.; HENRY, J.L.; JAME, Y.W.; LAFOND, G.P. Assessment of two chemical extraction methods as indices of available nitrogen. **Soil Science Society of American Journal**, v.60, p.1954-1960, 1996.

KEENEY, D.R. Nitrogen-availability indices. In: **Methods of soil analysis procedures: Other procedures**. Wageningen, the Netherlands: Department of Soil Science and Plant Analysis, 1982. p.711-733.

KENNEY, D.R.; BREMNER, J.M. Comparison and evaluation of laboratory methods of obtaining an index of soil nitrogen availability. **Agronomy Journal**, v.58, p.498-509, 1966.

KHAN, S.A.; MULVANEY, R.L.; HOEFT, R.G. A simple soil test for detecting sites that are nonresponsive to nitrogen fertilization. **Soil Science Society of American Journal**, v.65, p.1751-1760, 2001.

KLAPWYK, J.H.; KETTERINGS, Q.M.; GODWIN, G.S.; WANG, D. Response of the soil nitrogen test to liquid and composted dairy manure application in a corn agroecosystem. **Canadian Journal of Soil Science**, v.86, p.655-663, 2006.

LABOSKI, C.A.M.; SAWYER, J.E. WALTERS, D.T.; BUNDY, L.G.; HOEFT, R.G, RANDALL, G.W.; ANDRASKI, T.W. Evaluation of the Illinois Soil Nitrogen Test in the North Central Region of the United States. **Agronomy Journal**, v.100, p.1070-1076, 2008.

LAWRENCE, J.R.; KETTERINGS, Q.M.; GOLER, M.G.; CHERNEY, J.H.; COX, W.J.; CZYMMEK, K.J. Illinois Soil Nitrogen Test with organic matter correction for predicting nitrogen responsiveness of corn in rotation. **Soil Science Society of American Journal**, v.73, p.303-311, 2009.

MARRIOTT, E.E.; WANDER, M.M. Total and labile soil organic matter in organic and conventional farming systems. **Soil Science Society of American Journal**, v.70, p.950-959, 2006.

MULVANEY, R.L., KHAN, S.A.; HOEFT, R.G.; BROWN, H.M. A soil organic nitrogen fraction that reduces the need for nitrogen fertilization. **Soil Science Society of American Journal**, v.65, p.1164-1172, 2001.

MULVANEY, R.L.; KHAN, S.A. Diffusion methods to determine different forms of nitrogen soil hydrolysates. **Soil Science Society of American Journal**, v.65, p.1284-1292, 2001.

NUNAN, N.; MORGAN, M.A. BRENNAN, D.; HERLIHY, M. Organic matter extracted with 0.01 M CaCl<sub>2</sub> or with 0.01 M NaHCO<sub>3</sub> as indices of N mineralization and microbial biomass. **Biology and Fertility of Soils**, v.34, p.433-440, 2001.

OLIVEIRA, S.A. Avaliação da disponibilidade de nitrogênio no solo. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v.24, p.131-148, 1989.

OSTERHAUS, J.T.; BUNDY, L.G.; ANDRASKI, T.W. Evaluation of the Illinois Soil Nitrogen Test for predicting corn nitrogen needs. **Soil Science Society of American Journal**, v.72, p.143-150, 2008.

PEOPLES, M.B.; HERRIDGE, D.F.; LADHA, J.K. Biological nitrogen fixation: an efficient source of nitrogen for sustainable agricultural production? **Plant and Soil**, v.174, p.3-28, 1995.

PICONE, L.I.; CABRERA, M.L.; FRANZLUEBBERS, A.J. A rapid method to estimate potentially mineralizable nitrogen in soil. **Soil Science Society of American Journal**, v.66, p.1843-1847, 2002.

RAIJ, B. van; CANTARELLA, H.; QUAGGIO, J.A.; FURLANI, A.M.C. (eds.) **Recomendações de adubação e calagem para o Estado de São Paulo**. Campinas, Instituto Agrônomo & Fundação IAC, 1996. 285p.

RAIJ, B. van; ANDRADE, J.C.; CANTARELLA, H.; QUAGGIO, J.A. (eds.) **Análise química para avaliação da fertilidade de solos tropicais**. Campinas, Instituto Agrônomo, 2001. 284p.

RESENDE, A.V. **Agricultura e qualidade da água: contaminação da água por nitrato**. Brasília, EMBRAPA Cerrados. 2002. 29p. (Documento 57)

ROS, G.H. Prediction soil N mineralization using organic matter fractions and soil properties: A re-analysis of literature data. **Soil Biology & Biochemistry**, v.45, p.132-135, 2012.

ROS, G.H.; HOFFLAND, E.; van KESSEL, C.; TEMMINGHOFF, E.J.M. Extractable and dissolved soil organic nitrogen – A quantitative assessment. **Soil Biology & Biochemistry**, v.41, p.1029-1039, 2009.

ROS, G.H.; TENNINGHOFF, E.J.M.; HOFFLAND, E. Nitrogen mineralization: a review and meta-analysis of the predictive value of soil tests. **European Journal of Soil Science**, v.62, p.162-173, 2010.

SCHOUMBERG, H.H.; WIETHOLTER, S.; GRIFFIN, T.S.; REEVES, D.W.; CABRERA, M.L.; FISHER, D.S.; ENDALE, D.M.; NOVAK, J.M.; RAPER, R.L.; KITCHEN, N.R.; LOCKE, M.A.; POTTER, K.N.; SHWARTZ, R.C.; TRUMAN, C.C.;

TYLER, D.D. Assessing indices for prediction potential nitrogen mineralization in soils under different management systems. **Soil Science Society of American Journal**, v.73, p.1575-1586, 2009.

SHARIFI, M.; ZEBARTH, B.J.; BURTON, D.L.; GRANT, C.A. & COOPER, J.N. Evaluation of some indices of potentially mineralizable nitrogen in soil. **Soil Science Society of American Journal**, v.71, p.1233-1239, 2007.

SIQUEIRA, J.O.; MOREIRA, F.M.S.; GRISI, B.M.; HUNGRIA, M.; ARAUJO, R.S. **Microorganismos biológicos do solo: perspectiva ambiental**. Brasília, EMBRAPA Cnpaf, 1994, 142p. (Documento 45)

STANFORD, G. Assessment of soil nitrogen availability. In: STEVENSON, F.J., ed. **Nitrogen in agricultural soils**. Madison, ASA, CSSA, SSSA, 1982. p.651-688.

STANFORD, G.; SMITH, S.J. Nitrogen mineralization potential of soils. **Soil Science Society of America Proceedings**, v.36, p.465-472, 1972.

TEDESCO, M.J.; GIANELLO, G.; BISSANI, C.A.; VOLKWEISS, S.J.. **Análises de solo, plantas e outros materiais**. Porto Alegre, UFRGS, 1995. 175p.

VELTHOF, G.L.; OENEMA, O. Estimation of plant-available nitrogen in soils using rapid chemical and biological methods. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, v.41, p.52-71, 2010.

WANG, W.; SMITH, C.J.; CHALK, P.M.; CHEN, D. Evaluation chemical and physical indices of nitrogen mineralization capacity with an unequivocal reference. **Soil Science Society of American Journal**, v.73, p.368-376, 2001.

WILLIAMS, J.D.; CROZIER, J.G.; WHITE, R.P.; SRIPADA, R.P.; CROUSE U.S. Illinois soil nitrogen test predicts Southeastern U.S. corn economic optimum nitrogen rates. **Soil Science Society of American Journal**, v.71, p.735-744, 2007.

WIVSTAD, M.; DAHLIN, A.S.; GRANT, C. Perspectives on nutrient management in arable farming systems. **Soil Use & Management**, v.21, p.113-121, 2005.

YAGI, R. **Métodos químicos para a estimativa de nitrogênio disponível no solo**. Tese (Doutorado em Ciência do Solo) – Faculdade de Ciências Agrárias e Veterinárias, Universidade Estadual Paulista, Jaboticabal, 2008.

YAGI, R.; FERREIRA, M.E.; CRUZ, M.C.P.; BARBOSA, J.C. Mineralização potencial e líquida de nitrogênio em solos. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v.33, p.385-394, 2009.