

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE VIÇOSA**

**SARA BRINATI VALENTIM**

**DISPONIBILIDADE DO NITROGÊNIO E QUALIDADE DO SOLO EM  
SISTEMAS AGRÍCOLAS**

**VIÇOSA - MINAS GERAIS**

**2024**

**SARA BRINATI VALENTIM**

**DISPONIBILIDADE DO NITROGÊNIO E QUALIDADE DO SOLO EM  
SISTEMAS AGRÍCOLAS**

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

Orientador: Reinaldo Bertola Cantarutti

Coorientadores: Edson Márcio Mattiello  
Júlio César Lima Neves  
Rafael Teixeira

**VIÇOSA - MINAS GERAIS**

**2024**

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

T

V155d  
2024 Valentim, Sara Brinati, 1991-  
Disponibilidade do nitrogênio e qualidade do solo em  
sistemas agrícolas / Sara Brinati Valentim. – Viçosa, MG, 2024.  
1 tese eletrônica (77 f.): il. (algumas color.).

Inclui anexos.

Orientador: Reinaldo Bertola Cantarutti.

Tese (doutorado) - Universidade Federal de Viçosa,  
Departamento de Solos e Nutrição de Plantas, 2024.

Referências bibliográficas: f. 70-76.

DOI: <https://doi.org/10.47328/ufvbbt.2024.397>

Modo de acesso: World Wide Web.

1. Solos - Teor de nitrogênio. 2. Fertilizantes nitrogenados.  
3. Solos - Qualidade. 4. Mineralização. I. Cantarutti, Reinaldo  
Bertola, 1954-. II. Universidade Federal de Viçosa.  
Departamento de Solos e Nutrição de Plantas. Programa de  
Pós-Graduação em Solos e Nutrição de Plantas. III. Título.

CDD 22. ed. 631.84

Bibliotecário(a) responsável: Bruna Silva CRB-6/2552


**SARA BRINATI VALENTIM**

**DISPONIBILIDADE DO NITROGÊNIO E QUALIDADE DO SOLO EM  
SISTEMAS AGRÍCOLAS**

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


APROVADA: 08 de março de 2024.

Assentimento:

Documento assinado digitalmente  
 **SARA BRINATI VALENTIM**  
Data: 26/07/2024 10:38:57-0300  
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

---

**Sara Brinati Valentim**  
Autora

Documento assinado digitalmente  
 **REINALDO BERTOLA CANTARUTTI**  
Data: 26/07/2024 10:24:39-0300  
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

---

**Reinaldo Bertola Cantarutti**  
Orientador

*Aos meus pais, Valker e Maria Lúcia,  
aos meus irmãos, Débora e Isaías e  
ao meu companheiro, Salomão.*

**Dedico.**

## AGRADECIMENTOS

À Deus, pelo dom da vida e pelas pessoas que colocou em meu caminho.

À Universidade Federal de Viçosa e ao Programa de Pós-graduação em Solos e Nutrição de Plantas, pela oportunidade e estrutura para a realização deste trabalho.

Ao meu orientador Prof. Dr. Reinaldo Bertola Cantarutti, pelos ensinamentos, contribuindo com o meu crescimento acadêmico e por acreditar que eu seria capaz de realizar essa pesquisa. À minha coorientadora, Dra. Ieda de Carvalho Mendes, por toda motivação e contribuição na Bioanálise.

Ao consultor da SNP, Rodrigo Lima, ao agrônomo, Cristiano e ao Dr. Álvaro Vilela, pela disponibilidade em nos acompanhar nas coletas das amostras de solos e pelo apoio na pesquisa.

Aos membros da banca de avaliação, Prof. Dr. Igor Assis, pela contribuição nas análises estatísticas, Prof. Dr. Vander Nunes, nas análises do Illinois Nitrogen Test e Prof. Dr. Júlio César Neves pelas sugestões valiosas para este trabalho.

Aos funcionários do Departamento de Solos, secretários e laboratoristas, pela ajuda e pronta disponibilidade. Aos colegas do Grupo de Estudos em Fertilizantes (GeFert), pelas trocas de conhecimentos e experiências e colaboração na condução dos trabalhos.

Aos amigos do Departamento de Solos, Daniela, Bernardo, Karol, Fabiane, Mikaela e Saulo, minha jornada acadêmica foi mais leve com a presença e amizade de vocês. Vocês são parte fundamental desta conquista. Ao meu estagiário Alexandre, pela amizade construída e por toda ajuda na realização da pesquisa.

Às minhas amigas da república Beatriz, Eduarda, Lais e Paula, cada uma de vocês trouxe algo único para a nossa convivência em Viçosa.

Ao Salomão, minha gratidão pelo companheirismo e paciência, principalmente durante o doutorado. Seu amor, apoio, motivação e incentivo foram essenciais por trás de cada desafio, trazendo confiança e segurança.

Aos meus pais, Valker e Maria Lúcia, por nunca medirem esforços e por terem feito o melhor que puderam para que eu chegasse até aqui. Aos meus irmãos, Débora e Isaías, por todo apoio emocional e amor durante toda essa jornada. Ter vocês como família é uma dádiva.

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

A todos, minha gratidão!

*"Seja você quem for, seja qual for a posição social que você tenha na vida, a mais alta ou a mais baixa, tenha sempre como meta muita força, muita determinação e sempre faça tudo com muito amor e com muita fé em Deus, que um dia você chega lá. De alguma maneira você chega lá."*

**Ayrton Senna**

## RESUMO

VALENTIM, Sara Brinati, D.Sc., Universidade Federal de Viçosa, julho de 2024. **Disponibilidade do nitrogênio e qualidade do solo em sistemas agrícolas.** Orientador: Reinaldo Bertola Cantarutti. Coorientadores: Edson Márcio Mattiolo, Júlio César Lima Neves, Rafael Teixeira.

A disponibilidade de nitrogênio (N) para as plantas é complexa devido à sua natureza dinâmica que envolve transformações químicas e biológicas, o que destaca a necessidade de métodos para sua estimativa e para aprimorar os atuais sistemas de recomendação de adubação nitrogenada. Embora existam métodos biológicos e químicos para estimar a disponibilidade de N, eles apresentam limitações, como a falta de características analíticas confiáveis para adaptação em procedimentos de rotina. Assim, esse estudo objetivou desenvolver critérios para o diagnóstico da responsividade dos solos a N, para orientar a recomendação da adubação nitrogenada em diferentes sistemas de cultivo, com base em métodos com operacionalidade adequada a laboratórios de análise para fins de avaliação da fertilidade dos solos. Para tanto, foram utilizados 14 amostras de solos das regiões dos biomas mineiros Cerrado e Mata Atlântica com ampla variação na caracterização química e granulométrica. Nestas amostras foram determinados os teores de N potencialmente mineralizável e constante de mineralização (k), pela incubação aeróbica, teores de carbono da matéria orgânica particulada ( $tC\_MOP$ ), teores das frações orgânicas de N, atividade das enzimas arilsulfatase e  $\beta$ -glicosidase e Índices de Qualidade do Solo ( $iQS$ ) pela metodologia da Bioanálise e teores de N pelo Illinois Soil Nitrogen Test ( $tN$ -ISNT). Foi conduzido um experimento em casa de vegetação com cultivo de milho em função de cinco doses crescentes de N, para a obtenção de índices de produção de matéria seca ( $prMS$ ) conteúdo de N ( $arN$ ) relativos e aos índices de resposta à adubação com base na produção ( $ranMS\_PAM$ ) e conteúdo de N ( $ranN\_PAM$ ). Os solos foram categorizados em função das classes de responsividade à adubação nitrogenada, definidas de acordo com a  $prMS$ ,  $arN$ ,  $ranMS\_PAM$  e  $ranN\_PAM$ . Os resultados indicam que os solos mostraram ampla variação quanto a capacidade de suprimento de N. A constante de mineralização foi adequada para caracterizar a labilidade das frações orgânicas N, mostrando correlações significativas com a fração N-hexosamina ( $tN\_hexos$ ). As atividades das enzimas arilsulfatase e  $\beta$ -glicosidase indicaram sensibilidade aos diferentes manejos dos solos, assim como o IQS biológico. Os teores de N-ISNT correlacionaram-se significativamente com os teores de  $tC\_MOP$  e  $tN\_hexos$ , indicando sua sensibilidade com as frações mais lábeis de matéria orgânica e N orgânico. A correlação significativa entre o  $tN\_ISNT$  com o índice de  $ranMS\_PAM$

possibilitou definir limites dos  $tN_{ISNT}$  ( $mg\ kg^{-1}$ ) para as quatro classes de responsividade a N em função do índice  $ranMS_{PAM}$ . Este estudo indicou que os solos analisados ofereceram uma variabilidade adequada em relação à labilidade das formas orgânicas de N e sua responsividade à adubação nitrogenada. Foi possível diagnosticar a labilidade das formas orgânicas de N por meio de indicadores como o carbono da matéria orgânica particulada, a constante de mineralização, os teores de aminoaçúcares, e o índice de qualidade biológica. O Illinois Soil Nitrogen Test (ISNT) revelou-se um método eficaz para detectar variações na labilidade do nitrogênio orgânico e estabelecer limites para classificar a responsividade dos solos à adubação nitrogenada.

**Palavras-chave:** ISNT; Bioanálise; frações orgânicas de nitrogênio; mineralização de nitrogênio; labilidade das formas orgânicas de nitrogênio.

## ABSTRACT

VALENTIM, Sara Brinati, D.Sc., Universidade Federal de Viçosa, July, 2024. **Nitrogen availability and soils quality in agricultural systems**. Adviser: Reinaldo Bertola Cantarutti. Co-advisers: Edson Márcio Mattiello, Júlio César Lima Neves, Rafael Teixeira.

The availability of nitrogen (N) to plants is complex due to its dynamic nature that involves chemical and biological transformations, which highlights the need for methods for its estimation and to improve current nitrogen fertilizer recommendation systems. Although there are biological and chemical methods to estimate N availability, they have limitations, such as the lack of reliable analytical characteristics for adaptation in routine procedures. Thus, this study aimed to develop criteria for the diagnosis of soil responsiveness to N, to guide the recommendation of nitrogen fertilization in different cropping systems, based on methods with adequate operability to soil testing laboratories for evaluating soil fertility. For this purpose, 14 soil samples from the Brazilian Savannas (Cerrado) and Atlantic Forest (Mata Atlântica) biomes of Minas Gerais State were utilized, with wide variation in chemical and granulometric characterization. In these samples, the potentially mineralizable N and mineralization constant ( $k$ ) were determined by aerobic incubation, carbon contents of particulate organic matter ( $tC\_MOP$ ), organic fractions of N, activity of the enzymes arylsulfatase and  $\beta$ -glucosidase and Soil Quality Indices ( $iQS$ ) by the Bioanalysis methodology and N contents by the Illinois Soil Nitrogen Test ( $tN$ -ISNT). An experiment was carried out in a greenhouse with corn cultivation as a function of five increasing N rates to obtain dry matter yield indices ( $prMS$ ), relative N content ( $arN$ ) and fertilization response indices based on yield ( $ranMS\_PAM$ ) and N content ( $ranN\_PAM$ ). The soils were categorized according to the classes of responsiveness to nitrogen fertilization, defined according to  $prMS$ ,  $arN$ ,  $ranMS\_PAM$  and  $ranN\_PAM$ . The results indicate that the soils showed wide variation in N supply capacity. The mineralization constant was adequate to characterize the lability of N organic fractions, showing significant correlations with the N-hexosamine fraction ( $tN\_hexos$ ). The activity of the enzymes arylsulfatase and  $\beta$ -glucosidase indicated sensitivity to different soil management, as well as the biological IQS. The N-ISNT contents were significantly correlated with the  $tC\_MOP$  and  $tN\_hexos$  contents, indicating their sensitivity to more labile fractions of organic matter and organic N. The significant correlation between the  $tN\_ISNT$  and the  $ranMS\_PAM$  index made it possible to define the limits of  $tN\_ISNT$  ( $mg\ kg^{-1}$ ) for the four classes of responsiveness to N as a function of the  $ranMS\_PAM$  index. This study indicated that the soils analyzed offered adequate

variability in relation to the lability of organic N forms and their responsiveness to N fertilization. It was possible to diagnose the lability of organic N forms by means of indicators such as the carbon content of particulate organic matter, mineralization constant, amino sugar contents, and the biological quality index. The Illinois Soil Nitrogen Test (ISNT) proved to be an effective method to detect variations in organic nitrogen lability and establish thresholds to classify soil responsiveness to nitrogen fertilization.

**Keywords:** ISNT; Bioanalysis; organic nitrogen fractions; nitrogen mineralization; lability of organic forms of nitrogen.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

- Figura 1. Mapa de localização dos solos amostrados (pontos brancos) no contexto dos Biomas Brasileiros (a) e no contexto da Classificação de Solos (b, c e d). Os pontos em amarelo correspondem aos solos amostrados e os pontos em vermelho os solos amostrados e utilizados nos experimentos de casa de vegetação, incubação aeróbica e fracionamento das formas orgânicas de N. Biomas Brasileiros na escala 1:250.000 extraído de MMA (2021). Mapa de Solos Brasileiros na escala de 1:5.000.000 modificado de IBGE (2006). Legenda: Classificação de Solos: CX=Cambissolos Háplicos; FF=Plintossolos Pétricos; LV: Latossolos Vermelhos; LVA=Latossolos Vermelho-Amarelos; PVA=Argissolos Vermelho-Amarelos; RL=Neossolos Litólicos. Capitais: BH=Belo Horizonte; B=Brasília; C=Curitiba; F=Florianópolis; G=Goiânia; RJ=Rio de Janeiro; SP=São Paulo; V=Vitória. Cidades Principais: C=Coimbra; E=Ervália; LG=Lagoa Grande; PO=Presidente Olegário; U=Unai; Vc=Viçosa. RTM=Represa Três Marias .....25
- Figura 2. Fluxograma do processo de determinação das formas orgânicas de nitrogênio do solo, de acordo com o fracionamento proposto por (Yonebayashi e Hattori, 1980), adaptado por (Camargo et al., 1997). As letras representam as frações de nitrogênio obtidas no fracionamento: a) nitrogênio total hidrolisado; b)  $N-NH_4^+$  + N-amida + N-hexosamina; c) N- $\alpha$ -amino; d)  $N-NH_4^+$  + N-amida; e)  $N-NH_4^+$ ; f) N-amida; g) N-hexosamina; h) N-não-identificado; i) N-não-hidrolisado. ....34
- Figura 3. Detalhes da câmara de difusão mostrando as adaptações feitas na tampa para manter uma placa de Petri suspensa (a); câmara de difusão em aquecimento a 50 °C por 5 h em chapa aquecedora, após o tratamento de 1 g de solo com 10 mL de NaOH 2 mol L<sup>-1</sup> e deposição de 5 mL da solução indicadora de H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> na placa de Petri. ....36
- Figura 4. Diagrama esquemático para rotação das câmaras de difusão a cada 30 minutos de aquecimento Fonte: Khan et al. (2001). ....37
- Figura 5. Relação entre o índice de resposta à adubação nitrogenada (*ranMS\_PAM*,) com base na matéria seca da parte aérea de milho e a produção relativa (*prMS*) (a); relação entre o índice de resposta à adubação nitrogenada com base no conteúdo de N da parte aérea de milho (*ranN\_PAM*) e a absorção relativa de N (*arN*) (b) e relação entre absorção relativa de N (*arN*) e produção relativa (*prMS*) (c). ....48

Figura 6. Correlação entre a constante de mineralização (k) (A) e a meia vida ( $t_{1/2}$ ) (B) estimados pelo modelo de cinética de primeira ordem com os teores de N mineralizado até sete e 14 d em incubação aeróbica. ....	56
Figura 7. Relação entre as atividades de arilsulfatase ( $a_{Aris}$ ) e $\beta$ Glicosidase ( $a_{\beta Glic}$ ) em amostras dos solos iniciais e coletadas após o cultivo de milho por 45 dias. A linha define a equivalência entre as atividades. ....	60
Figura 9. Relação entre os índices de responsividade a nitrogênio ( $ranMS\_PAM$ ) e os teores de N pelo Illinois Soil Test ( $tN-ISNT$ ). Solos destacado em vermelho não foram incluídos no ajuste da equação. ....	66
Figura 10. Comparação entre os limites críticos para o N-ISNT estabelecidos neste estudo e os trabalhos da literatura em virtude da classificação da resposta dos solos à adubação nitrogenada. Este estudo e o trabalho de Otto et al. (2013) foram conduzidos em clima tropical, enquanto os trabalhos de Khan et al. (2001) e Spargo et al. (2009) em clima temperado. Para o trabalho de Otto et al. (2013) foram considerados apenas os solos coletados nas profundidades de até 30 cm. <i>n</i> : número de solos analisados. ....	68

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Identificação dos solos, com classificação taxonômica e informações do histórico de manejo da área, da condição do solo no momento da coleta e da localidade no Estado de Minas Gerais.....	26
Tabela 2. Características químicas e físicas, classes de disponibilidade de P, K, Ca e Mg e valores do coeficiente de variação (CV) das variáveis entre os 14 solos .....	29
Tabela 3. Produção de matéria seca ( $mMS\_PAM$ ) e conteúdo de nitrogênio ( $cN\_PAM$ ) na parte aérea de plantas de milho, cultivadas em 14 solos, em casa de vegetação, de acordo com as doses de N, com os respectivos coeficientes de variações (CV).....	43
Tabela 4. Coeficientes das equações de regressão ajustadas segundo o modelo de Mitscherlich e equações de regressões quadráticas para os solos 9 e 17, para a produção de matéria seca de plantas de milho em função das doses 0, 50, 150 e 450 mg dm <sup>-3</sup> de N, com respectivos coeficientes de determinação e as doses de N para 90 % ( $dN_{0,9y}$ ) da produção máxima.....	44
Tabela 5. Equações de regressão para o conteúdo de N na parte aérea de plantas de milho ( $cN\_PAM$ ; y) em função das $dN$ (x: 0, 50, 150 e 450 mg dm <sup>-3</sup> ), o máximo conteúdo de N na parte aérea das plantas de milho ( $cN\_PAMmax$ ) e o conteúdo de N associado a 90 % da produção máxima ( $cN_{0,9PAM}$ ) para os 14 solos. (Número entre parêntese corresponde à equivalência percentual do $cN\_PAMmax$ ).....	46
Tabela 6. Produção relativa de matéria seca ( $prMS$ ), absorção relativa de N ( $arN$ ), índices de resposta à adubação nitrogenada com base na produção de matéria seca ( $ranMS\_PAM$ ) e com base no conteúdo de N ( $ranN\_PAM$ ) da parte aérea de plantas de milho, com os respectivos coeficientes de variação (CV).....	47
Tabela 7. Distribuição dos solos em função das classes de responsividade à adubação nitrogenada definidas de acordo a produção ( $prMS$ ) e conteúdo de N ( $arN$ ) relativos e os índices relativos de resposta em base a produção ( $ranMS\_PAM$ ) e conteúdo de N ( $ranN\_PAM$ ) .....	50
Tabela 8. Teores de C da matéria orgânica particulada ( $tCMOP$ ) e associada aos minerais ( $tMOAM$ ), de N total ( $tNt$ ), C total ( $tCt$ ) e N inorgânico ( $tNi$ $tNi = tN-NH_4^+ + tN-NO_3^-$ ) e valores do coeficiente de variação (CV) para os 14 solos .....	52
Tabela 9. Teores de N inorgânico ( $tN-NH_4^+$ e $tN-NO_3^-$ ) das amostras de solos utilizadas para o cultivo do milho por 45 dias .....	53

Tabela 10. Teores de nitrogênio mineralizado acumulado ( $tNm$ ) aos 7, 14 e 195 ( $tNmac$ ) d de incubação aeróbica dos 14 solos e os coeficientes das equações cinética de primeira ordem: nitrogênio potencialmente mineralizável ( $N_0$ ), constante de mineralização ( $k$ ) e meia vida ( $t_{1/2}$ ), ajustadas para os dados e a estimativa do teor de nitrogênio mineralizado até a meia vida ( $tNm_{t_{1/2}}$ ).....	55
Tabela 11. Teores totais de N hidrolisado ( $tN_{hidr}$ ) por hidrólise ácida ( $HCl\ 6\ mol\ L^{-1}$ ) e das frações orgânicas de N $\alpha$ -amino ( $tN_{\alpha-amin}$ ), amida ( $tN_{amid}$ ), hexosamina ( $tN_{hexos}$ ), fração hidrolisada, mas não identificada ( $tN_{hidr\_ñident}$ ) e a fração não hidrolisada ( $tN_{ñhidr}$ ) e) nos 14 solos. Números entre parênteses corresponde às proporções relativas (%).....	57
Tabela 12. Atividades das enzimas Arilsulfatase ( $aAris$ ) e $\beta$ -Glicosidase ( $a\beta Glic$ ) estimadas por meio da produção de p-nitrofenol (PNP), em amostras iniciais dos 14 solos e em amostras coletadas após o cultivo com milho por 45 d, nos tratamentos sem adubação nitrogenada, com respectivos coeficientes de variações entre os solos .....	59
Tabela 13. Índices de qualidade química ( $iQSqui$ ) biológica ( $iQSbio$ ) e Fertbio ( $iQSfertbio$ ) e das funções (armazenamento e suprimento de nutrientes) para os 14 solos, de acordo com amostras coletadas na camada de 0 a 10 cm, segundo a tecnologia Bioanálise (BioAS) para expressar a qualidade/saúde <sup>2</sup> do solo (Embrapa. 2020) .....	61
Tabela 14. Índices de qualidade química ( $iQSqui$ ) biológica ( $iQSbio$ ) e Fertbio ( $iQSfertbio$ ) e das funções (armazenamento e suprimento de nutrientes) para os 14 solos, de acordo com amostras coletadas nas camadas de 0 a 20 cm, para expressar a qualidade/saúde <sup>2</sup> do solo (Embrapa. 2020).....	62
Tabela 15. Índices de qualidade e das funções dos solos cultivados com milho sem adubação nitrogenada, agrupados de acordo com a responsividade a adubação nitrogenada, com base no índice de resposta a N, em termos de produção de matéria seca ( $ranMS\_PAM$ ). .....	63
Tabela 16. Teores de nitrogênio obtidos pelo método Illinois Soil Test ( $tN-ISNT$ ) (Khan et al., 2001) nas amostras iniciais dos 14 solos e naquelas coletadas após o cultivo de milho por um período de 4d, no tratamento sem adubação nitrogenada, com os respectivos coeficientes de variação (CV) entre os solos.....	64
Tabela 17. Teores de N pelo Illinois Soil Nitrogen Test ( $tN-ISNT$ ) para as classes de diagnóstico da responsividade dos solos a N .....	67

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

$a_{\text{Aris}}$  = atividade da Arilsulfatase

$ar_{\text{N}}$  = índice de absorção relativa de nitrogênio

$a_{\beta\text{Glic}}$  = atividade da  $\beta$ -Glicosidase

$c_{\text{C\_MOAM}}$  = conteúdo de carbono na matéria orgânica associada aos minerais

$c_{\text{C\_MOP}}$  = conteúdo de carbono na matéria orgânica particulada

$c_{\text{N\_PAM}}$  = conteúdo de nitrogênio acumulado na parte aérea do milho

$c_{\text{N\_PAM}}$  = conteúdo de nitrogênio na parte aérea do milho

$c_{\text{N\_PAMmax}}$  = conteúdo máximo de nitrogênio acumulado

$c_{\text{N\_PAMmax}_{0,9\hat{Y}}}$  = conteúdo máximo de nitrogênio acumulado para 90 % da produção máxima

$d_{\text{N}_{0,9\hat{Y}}}$  = dose de nitrogênio para 90 % da produção máxima

$\text{IQS}$  = índice de qualidade do solo

$\text{IQS}_{\text{bio}}$  = índice de qualidade biológica do solo

$\text{IQS}_{\text{qui}}$  = índice de qualidade química do solo

$m_{\text{MOAM}}$  = massa de matéria orgânica associada aos minerais

$m_{\text{MOP}}$  = massa de matéria orgânica particulada

$m_{\text{MS\_PAM}}$  = massa de matéria seca da parte aérea do milho

$m_{\text{MS\_PAMmax}}$  = produção máxima de matéria seca

$\text{MS\_PAM}_{\text{contr}}$  = produção nas plantas no tratamento sem adubação nitrogenada (controle)

$\text{N}_0$  = nitrogênio potencialmente mineralizável por incubação aeróbica

$pr_{\text{MS}}$  = índice de produção relativa

$ran_{\text{MS\_PAM}}$  = índices de resposta a nitrogênio com base na produção de matéria seca

$ran_{\text{N\_PAM}}$  = índices de resposta a nitrogênio com base no acúmulo de N

$t_{\text{Arf}}$  = teor de areia fina

$t_{\text{Arg}}$  = teor de argila

$t_{\text{Ars}}$  = teor de areia grossa

$t_{\text{Art}}$  = teor de areia total

$t_{\text{C\_MOAM}}$  = teor de carbono da matéria orgânica associada à fração mineral

$t_{\text{C\_MOP}}$  = teor de carbono da matéria orgânica particulada

$t_{\text{C\_MOP}}$  = teor de carbono na matéria orgânica particulada

$t_{\text{Ct}}$  = teor de carbono orgânico total

$tN_{\text{amid}}$  = teor de nitrogênio na fração amida  
 $tN_{\text{ISNT}}$  = teor de nitrogênio pelo Illinois Soil Test  
 $tN_{\text{MOP}}$  = teor de nitrogênio na matéria orgânica particulada  
 $tN_{\text{nhidr}}$  = teor de nitrogênio não hidrolisado  
 $tN_{\alpha\text{-amin}}$  = teor de nitrogênio na fração  $\alpha$ -amino  
 $tN_{\text{hexos}}$  = teor de nitrogênio na fração hexosamina  
 $tN_{\text{hidr\_nident}}$  = teor de nitrogênio hidrolisado não identificado  
 $tNi = tN\text{-NH}_4^+ + tN\text{-NO}_3^-$  teor de nitrogênio inorgânico  
 $tNm_{14d}$  = teor de nitrogênio mineralizável aos 14 dias de incubação aeróbica  
 $tNm_{7d}$  = teor de nitrogênio mineralizável aos 7 dias de incubação aeróbica  
 $tNm_{\text{an}}$  = teor de nitrogênio potencialmente mineralizável por incubação anaeróbica  
 $tNm_{t_{1/2}}$  = teor de nitrogênio mineralizável até a meia vida  
 $tN\text{-NH}_4^+$  = teor de nitrogênio na fração trocável  
 $tNt$  = nitrogênio total  
 $tNt_{\text{hidr}}$  = teor de nitrogênio total hidrolisado  
 $tPrem$  = teor de fósforo remanescente  
 $tSil$  = silte

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO .....</b>	<b>18</b>
<b>2. REVISÃO DE LITERATURA .....</b>	<b>20</b>
<b>3. MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>24</b>
3.1. Solos: localização, coleta e preparo .....	24
3.2. Caracterização química e granulométrica .....	28
3.3. Caracterização da matéria orgânica e do N nos solos .....	30
3.3.1. Matéria orgânica particulada (MOP) e associada a minerais (MOAM) .....	30
3.3.2. Nitrogênio e carbono orgânico totais .....	31
3.3.3. Nitrogênio potencialmente mineralizável pela incubação anaeróbica .....	31
3.3.4. Nitrogênio potencialmente mineralizável pela incubação aeróbica .....	31
3.3.5. Frações orgânicas de nitrogênio .....	33
3.3.6. Frações inorgânicas de nitrogênio .....	34
3.3.7. Illinois Soil Nitrogen Test (ISNT) .....	35
3.4. Atividade das enzimas $\beta$ -Glicosidase e Arilsulfatase e índices de qualidade dos solos .....	37
3.4.1. Atividade da $\beta$ -Glicosidase .....	37
3.4.2. Atividade da Arilsulfatase .....	38
3.5. Resposta do milho a adubação nitrogenada .....	38
3.6. Análises estatísticas .....	40
<b>4. RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>41</b>
4.1. Resposta do milho a adubação nitrogenada .....	41
4.2. Caracterização do N nos solos .....	50
4.3. Nitrogênio potencialmente mineralizável pela incubação aeróbica .....	53
4.4. Frações orgânicas de nitrogênio .....	56

4.5. Atividade enzimática e Índice de qualidade do solo (IQS) .....	58
4.6. Illinois Soil Nitrogen Test .....	63
<b>5. CONCLUSÕES.....</b>	<b>69</b>
<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>70</b>
<b>ANEXOS .....</b>	<b>77</b>

## 1. INTRODUÇÃO

O nitrogênio (N) é um elemento essencial na agricultura, fazendo parte de aminoácidos, aminoaçúcares, ácidos nucleicos, enzimas, hormônios e clorofila. A atmosfera comporta grande parte do N existente na Terra, que é encontrado na forma de gás ( $N_2$ ), correspondendo a 78 % da sua composição total (Vieira, 2017). O  $N_2$  pode ser convertido em formas úteis para os organismos por meio dos processos de fixação biológica (Houlton e Morford, 2015). O N inorgânico do solo é a principal fonte utilizada pelas plantas, sendo derivada de fertilizantes ou por meio da mineralização da matéria orgânica do solo (MOS) (Chen et al., 2014).

A relação entre práticas agronômicas e a dinâmica do N no solo pode auxiliar no entendimento da fertilidade do solo e na gestão da nutrição de culturas (Zou et al., 2018). A disponibilidade de N para as plantas é complexa devido à sua natureza dinâmica no solo, envolvendo transformações químicas e biológicas. A variabilidade da dinâmica do N em sistemas de produção agrícola é influenciada por diversos fatores, tais como o tipo de solo, práticas de manejo, culturas cultivadas e condições climáticas (Braos et al., 2016). A alteração da dinâmica do N nas áreas agrícolas pelos sistemas de produção destaca a importância de obter uma ferramenta para estimar a disponibilidade de N, a fim de auxiliar a recomendação e o manejo da adubação, promovendo assim a eficiência e a sustentabilidade destes sistemas de produção.

Um dos métodos utilizados na estimativa da disponibilidade de N no solo são os biológicos, que envolvem a mineralização do N e o N absorvido pelas plantas. Além disso, são utilizados os métodos químicos, que envolvem a extração e análise química do solo para determinar a concentração de diferentes formas de N disponíveis para as plantas (Bettiol et al., 2022). Entretanto, existem limitações para prever o N potencialmente disponível para as plantas. Uma das principais limitações é a falta de características analíticas confiáveis, tendo em vista que os métodos para a quantificação de N potencialmente disponível sejam adaptados a procedimentos de rotina (Gianello & Bremner, 1986), com boa capacidade preditiva, além de baixo custo e boa reprodutibilidade (Gianello et al., 2000).

O método químico de hidrólise alcalina, conhecido como Illinois Soil Nitrogen Test (ISNT), avalia uma fração de N hidrolisável do solo, especificamente o N ligado aos aminoaçúcares. Desenvolvido a partir do método de fracionamento de N do solo por Khan et al. (2001), o ISNT é considerado um teste simples e rápido que utiliza solução de NaOH para extrair formas lábeis de N orgânico. Esse método tem demonstrado relação com a resposta da

produtividade do milho à adubação nitrogenada (Khan et al., 2001; Otto et al., 2013). O ISNT vem sendo avaliado em condições de clima temperado, mas em condições de clima tropical a literatura ainda é escassa e torna-se importante a calibração deste método para as condições de clima tropical, dada a variação na atividade microbiana, atividade enzimática, teores de MOS, entre os outros fatores.

Solos saudáveis, com elevada atividade enzimática, demonstram uma capacidade superior de mineralização de N, facilitando sua disponibilidade para as plantas, em comparação com solos depauperados ou doentes, nos quais a atividade enzimática e a biodiversidade são comprometidas ou substancialmente reduzidas. Considerando o sistema de recomendação em constante aperfeiçoamento, uma melhoria potencial é a inclusão de atributos que complementem a calibração de um índice de disponibilidade de N acessível, sensível ao tipo de cultura e às propriedades do solo.

A análise da atividade enzimática do solo, por meio da Bioanálise (BioAs), bem como a avaliação do Índice de Qualidade do Solo, podem desempenhar um papel importante no refinamento das recomendações de adubação nitrogenada. A BioAs engloba determinação da atividade das enzimas arilsulfatase e  $\beta$ -glicosidase, as quais estão associadas aos ciclos do S e do C no solo, respectivamente (Embrapa, 2020). Vinculado à BioAs, os Índices de Qualidade do Solo (IQS) combinam informações complexas obtidas por diferentes propriedades e processos do solo em uma ferramenta simples que pode ser usada para melhorar as decisões de manejo do solo (Mendes et al., 2021). O IQS contém propriedades químicas (Fert) e biológicas (bio) (IQSFertbio) com base nos modelos propostos por (Larson & Pierce, 1991) e (Karlen & Stott, 1994) e atribui três funções ao solo: (F1) a capacidade do solo de reciclar nutrientes; (F2) a capacidade do solo em armazenar nutrientes e (F3) a capacidade do solo em fornecer nutrientes.

Essa abordagem integrada entre a análise da atividade enzimática e o ISNT permite uma compreensão mais completa da dinâmica do N no solo e, assim, pode resultar em critérios para recomendações de adubação nitrogenada mais eficazes. Diante disso, este estudo foi baseado na hipótese de que um sistema fundamentado em análises químicas e bioquímicas é eficaz para o diagnóstico da disponibilidade de N em solo abrangendo diferentes práticas de cultivo e manejo do solo. Assim, esse estudo objetivou desenvolver critérios para o diagnóstico da responsividade dos solos a N, para orientar a recomendação da adubação nitrogenada em diferentes sistemas de cultivo, com base em métodos com operacionalidade adequada a laboratórios de análise para fins de avaliação da fertilidade dos solos.

## 2. REVISÃO DE LITERATURA

O uso de métodos químicos na avaliação do N disponível em sistemas agrícolas é uma ferramenta pouco utilizada no Brasil (Braos et al., 2016). Muitos métodos visam diagnosticar a disponibilidade e estimar o suprimento de N para as plantas. Nesse sentido, o fracionamento das formas orgânicas de N no solo permite maior conhecimento da contribuição relativa para a disponibilidade do N. A determinação das formas de N orgânico ocorre por meio da identificação e quantificação dos compostos orgânicos liberados quando os solos são submetidos a tratamentos com ácido a alta temperatura (Alfaia, 2006). Nesse processo são hidrolisados compostos orgânicos menos complexos, tais como N-aminoácidos, N-aminoaçúcares e N-amida, enquanto as formas mais recalcitrantes, incluindo compostos derivados de N-benzeno e formas peptídicas refratárias, não são hidrolisadas (Schulten & Schnitzer, 1997). Operacionalmente, as frações N-não identificado, N-hexosaminas, N-amida, N-amônio e N-aminoácido, além do residual não hidrolisado são obtidos pelo processo de hidrólise (Biondi, 2006).

Frações não hidrolisadas apresentam elevada recalcitrância e conteúdo de polifenóis e, conseqüentemente, maior tempo de residência no solo e menor biodisponibilidade (Bremner, 1996). Por outro lado, frações facilmente hidrolisadas são mais ativas e têm maior contribuição na disponibilidade do N para as plantas. Aminoácidos e aminoaçúcares são as formas orgânicas de N predominantes identificadas no solo (Duxburry et al., 1989). As hexosaminas (aminoaçúcares) derivam, principalmente, da microbiota do solo, cujo teor ligado à intensidade da atividade microbiana. Jones & Kielland (2002) sugerem que a conversão das proteínas a aminoácidos (aminação) limita mais a disponibilidade de N para as plantas do que a conversão dos aminoácidos a amônio (amonificação), uma vez que a ciclagem dos aminoácidos na solução do solo pode atingir mais de 20 ciclos por dia. Kai et al. (1973) indicam os aminoácidos como compostos de alta susceptibilidade à mineralização. Corroborando com essa indicação González-Prieto et al. (1997) ao avaliarem as frações orgânicas de N em solo cultivado com milho e com pastagem, constataram que a fração  $\alpha$ -amino reduziu durante o período de desenvolvimento da planta.

O Illinois Soil Nitrogen Test (ISNT) é um método que estima a fração N-aminoaçúcares por meio da difusão direta de amostras de solo tratadas com NaOH em recipientes hermeticamente fechados (Khan et al., 2001). No desenvolvimento do ISNT, Khan et al. (2001) identificaram, através da determinação das frações fração N-aminoaçúcares, áreas que eram

responsivas ou não responsivas à adubação nitrogenada. Desde então, a execução e uso do ISNT tem recebido atenção considerável em vários estudos. (Klapwyk & Ketterings, 2006) constataram que o ISNT quando combinado com os teores de MOS, resultou um modelo que foi capaz de separar áreas responsivas das não responsivas à aplicação de N na produção de milho para silagem. (Mulvaney et al., 2006) concluíram que o ISNT foi um bom preditor de erro nas recomendações de meta de produtividade e foi significativamente correlacionado com as necessidades de N da cultura. Em uma comparação de testes de N do solo para milho, (Williams et al., 2007) mostraram que o ISNT foi mais preciso, teve um maior coeficiente de determinação para sua relação com as taxas de N economicamente ótimas e mostrou ser mais prático e fácil de realizar.

Em contrapartida, alguns estudos têm mostrado que o N-ISNT não foi eficiente para estimar o N disponível. (Laboski et al., 2008) e (Bettiol et al., 2022) mostraram que o ISNT não apresentou correlação com outros índices de disponibilidade, como índice de resposta à adubação, produção relativa e taxa economicamente ótima de N. (Osterhaus et al., 2008) não encontraram nenhuma relação entre o ISNT e a taxa economicamente ótima de N realizados na cultura do milho. Além disso, (Osterhaus et al., 2008) investigaram a relação entre várias frações hidrolisáveis de N do solo (NT hidrolisável, N- $\alpha$ -amino, N-amida, N-hexosamina) e a resposta da produção de milho ao fertilizante N utilizando um subconjunto de testes de resposta, e não encontraram correlação significativa.

No Brasil, (Otto et al., 2013) classificaram seis áreas experimentais cultivadas com cana-de-açúcar em altamente responsivas, moderadamente responsivas e não-responsivas à aplicação de adubação nitrogenada. No primeiro grupo foram colocados solos com até 57 mg N kg<sup>-1</sup> de N-ISNT; no segundo, solos com teores variando entre 77 e 85 mg kg<sup>-1</sup>; e solos não responsivos foram áreas com N-ISNT entre 175 e 209 mg N kg<sup>-1</sup>. No estudo de Braos et al. (2022), o N potencialmente disponível estimado pelo ISNT foi altamente correlacionado com as frações orgânicas N-aminoácido e N-aminoaçúcares e com o N acumulado na produção de matéria seca das plantas de milho. Uma relação significativa também foi encontrada por Bettiol et al. (2022) entre o ISNT e a produção de N mineralizado durante ensaios de incubação. No entanto, Mariano et al. (2017) não foi capaz de prever a necessidade de N da cana-de-açúcar utilizando o ISNT ou outros 14 procedimentos químicos para estimar a disponibilidade de N no solo em conjunto com 21 ensaios de respostas de N realizados em locais de sequeiro.

A constante busca pelo aperfeiçoamento dos sistemas de recomendação agrícola tem mostrado que além de métodos químicos, como o ISNT, existe a uma crescente necessidade de

incorporar atributos complementares que permitam um monitoramento eficaz da disponibilidade de nitrogênio (N) no solo. Neste contexto, Cantarella & Trivelin (2001) já apontavam para as enzimas do solo como bioindicadores relevantes da sua qualidade, uma perspectiva apoiada por décadas de interesse na avaliação da atividade enzimática do solo.

A Bioanálise de Solo (BioAS) surgiu como uma metodologia que integra determinações da atividade de enzimas, como arilsulfatase e  $\beta$ -glicosidase, com análises químicas tradicionais. Segundo Mendes et al. (2020) e Embrapa (2020), essas enzimas, refletindo a atividade microbiana e associadas aos ciclos do S e do C, respectivamente, oferecem uma avaliação aprofundada da "maquinaria" biológica do solo. Por estarem relacionadas direta ou indiretamente ao potencial produtivo e à sustentabilidade do uso do solo, estas enzimas funcionam como bioindicadores e ajudam a avaliar a saúde dos solos. A precisão, coerência, sensibilidade, e a facilidade de determinação analítica dessas enzimas as tornam indicadores promissores para avaliar o impacto das práticas de manejo no ambiente do solo, conforme destacado por Lopes et al. (2018). Essa abordagem mostra a utilidade de indicadores biológicos e enzimáticos como ferramentas sensíveis para monitorar as respostas do solo a diferentes práticas de manejo e condições ambientais, reforçando a interconexão entre análise bioquímica e avaliações holísticas da qualidade do solo.

Os resultados da BioAS podem também ser integrados aos resultados das análises de rotina de química de solo para gerar o Índice "Fertbio" de Qualidade do Solo (IQS<sub>FERTBIO</sub>). Esse índice integra os resultados da BioAS e de fertilidade do solo gerando uma nota, que expressa a qualidade/saúde do solo. O IQS<sub>FERTBIO</sub> também pode ser decomposto em dois subíndices: o índice de qualidade química do solo (IQS<sub>químico</sub>) e o índice de qualidade biológica do solo (IQS<sub>biológico</sub>) (Mendes et al., 2021).

A decomposição do IQS<sub>FERTBIO</sub> nesses dois subíndices permite identificar, por exemplo, áreas com IQS<sub>químico</sub> elevado, mas que não necessariamente possuem IQS<sub>biológico</sub> satisfatório. Para o cálculo dos índices descritos são atribuídas três principais funções ao solo: (F1) a capacidade do solo de ciclar nutrientes; (F2) a capacidade do solo de armazenar nutrientes e (F3) a capacidade do solo de suprir nutrientes. Assim, a F1 objetiva estimar o desempenho da atividade biológica e dos processos derivados dela direta ou indiretamente, como a ciclagem de nutrientes e a formação e decomposição da matéria orgânica do solo (MOS). A F2 objetiva quantificar o "reservatório" de nutrientes do solo, o qual está principalmente relacionado à textura, qualidade das argilas e ao conteúdo e qualidade da matéria orgânica do solo. Por fim, a F3 avalia a qualidade do conteúdo do "reservatório" de nutrientes do solo, envolvendo tanto

aspectos relacionados à acidez do solo, quanto à capacidade do solo de disponibilizar vários dos principais macronutrientes. O desempenho dessas três funções é mensurado pelos indicadores obtidos nas análises químicas e biológicas do solo os quais são individualmente interpretados por meio de algoritmos definidos conforme o tipo e uso do solo (Embrapa, 2020).

O estudo de Mendes et al. (2021) analisa as relações entre um índice de qualidade do solo ( $IQS_{FERTBIO}$ ), integrando indicadores químicos e biológicos, e as funções do solo com os rendimentos acumulados de grãos e o carbono orgânico do solo (COS) em um Latossolo argiloso do Cerrado. A adubação com fósforo nesse contexto, resultou em maiores rendimentos acumulados de culturas, associados a melhores pontuações do  $IQS_{Fertbio}$  e das funções do solo, evidenciando o valor da combinação de indicadores para a avaliação da qualidade do solo.

Lopes et al. (2021) avaliaram as atividades enzimáticas em solos arenosos do Cerrado sob sistemas de produção de algodão, considerando efeitos de curto prazo, variabilidade temporal e o conceito de amostra  $IQS_{FERTBIO}$ . Foi observado que a presença de culturas de cobertura e práticas de cultivo mínimo promovem melhorias nas atividades enzimáticas, o que indica a importância de práticas de manejo regenerativas para a sustentabilidade de agroecossistemas em solos arenosos. Este estudo evidencia a potencialidade do conceito  $IQS_{Fertbio}$  para análises em solos arenosos.

A incorporação de medidas enzimáticas na avaliação da qualidade do solo representa uma evolução significativa nos sistemas de recomendação agrícola, permitindo uma compreensão mais significativa das interações solo-planta-microorganismo e das consequências das intervenções agrícolas no ambiente do solo. Esta integração destaca a importância de abordagens multidisciplinares no manejo sustentável dos solos, alinhando-se com a necessidade de práticas agrícolas que promovam a saúde do solo e a produtividade agrícola de longo prazo.

Os estudos acima destacam a importância da integração dos métodos ISNT e Bioanálise para o diagnóstico da disponibilidade de N no solo. a complexidade e a dinâmica dos processos que controlam a disponibilidade do N. Além disso, estes estudos evidenciam o potencial dessas abordagens para prever a resposta das culturas à adubação nitrogenada e a qualidade do solo, revelando a necessidade de aperfeiçoamento desses métodos.

### **3. MATERIAIS E MÉTODOS**

#### **3.1. Solos: localização, coleta e preparo**

Foram coletados 14 solos nas regiões dos biomas Cerrado e Mata Atlântica, no estado de Minas Gerais (Figura 1) buscando abranger uma ampla diversidade de condições de manejo de lavouras comerciais (Tabela 1). Apenas os solos 16, 17, 20, 21 e 22 (Tabela 1) foram coletados em área experimental com diferentes rotações e doses de adubação, conduzido pelo Dr. Álvaro Vilela Resende, da Embrapa Milho e Sorgo. Em cada área foram delimitadas unidades de amostragem de cerca de 100 m<sup>2</sup>, com características representativas. Em cada unidade de amostragem coletaram-se cerca de 50 kg de solo da camada de 0 a 20 cm, em cinco pontos localizados aleatoriamente. Adicionalmente, foram obtidas amostras compostas de 15 amostras, nas profundidades de 0-10 e 10-20 cm, coletadas em pontos aleatoriamente distribuídos. As amostras de solo foram secas ao ar e à sombra, sendo que, aquelas com o maior volume foram reduzidas a granulometria menor que 4 mm, para posterior uso em experimento com crescimento de plantas, enquanto as amostras compostas foram padronizadas com granulometria menor que 2 mm e reservadas para as análises químicas, físicas e bioquímicas.

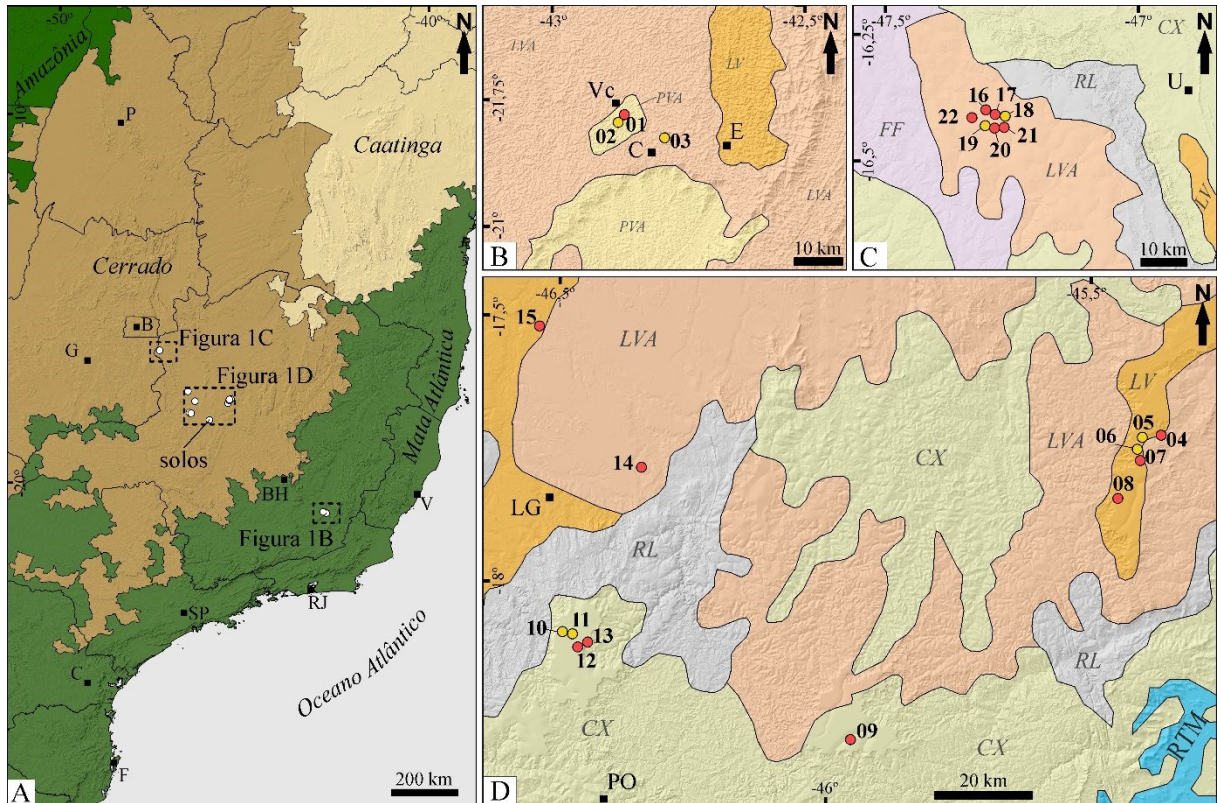


Figura 1. Mapa de localização dos solos amostrados (pontos brancos) no contexto dos Biomas Brasileiros (a) e no contexto da Classificação de Solos (b, c e d). Os pontos em amarelo correspondem aos solos amostrados e os pontos em vermelho os solos amostrados e utilizados nos experimentos de casa de vegetação, incubação aeróbica e fracionamento das formas orgânicas de N. Biomas Brasileiros na escala 1:250.000 extraído de MMA (2021). Mapa de Solos Brasileiros na escala de 1:5.000.000 modificado de IBGE (2006). Legenda: Classificação de Solos: CX=Cambissolos Háplicos; FF=Plintossolos Pétricos; LV: Latossolos Vermelhos; LVA=Latossolos Vermelho-Amarelos; PVA=Argissolos Vermelho-Amarelos; RL=Neossolos Litólicos. Capitais: BH=Belo Horizonte; B=Brasília; C=Curitiba; F=Florianópolis; G=Goiânia; RJ=Rio de Janeiro; SP=São Paulo; V=Vitória. Cidades Principais: C=Coimbra; E=Ervália; LG=Lagoa Grande; PO=Presidente Olegário; U=Unaí; Vc=Viçosa. RTM=Represa Três Marias

Tabela 1. Identificação dos solos, com classificação taxonômica e informações do histórico de manejo da área, da condição do solo no momento da coleta e da localidade no Estado de Minas Gerais

Solo	Classificação taxonômica	Histórico de manejo	Condição do solo na amostragem	Sítio de coleta	Localidade
1	PVA câmbico	Milho e capineira	Arado e gradeado	Setor pecuária de leite, DZO/UFV	Viçosa/MG
4	LVA	Rotação soja / sorgo	Sem revolvimento e com resíduo de soja	Fazenda Canaã	Buritizeiros/MG
7	LVA	Rotação sorgo / milho / braquiária / algodão	Sem revolvimento e com resíduo de sorgo	Fazenda Canaã	Patos de Minas/MG
8	LVA	Rotação sorgo / milho / braquiária / algodão	Sem revolvimento e com resíduo de milho	Fazenda Conquista	Patos de Minas/MG
9	CX	Seringueira	Arado e gradeado após corte da seringueira e destoca	Fazenda Pirulito	São Gonçalo do Abaeté/MG
12	CX	Rotação soja / milho	Arado e gradeado, com resíduo de milho silagem	Fazenda Farroupilha	Patos de Minas/MG
13	CX	Rotação milho / pastagem	Sem revolvimento, pastagem com 20 a 30 cm de altura	Fazenda Farroupilha	Patos de Minas/MG
14	LVA	Rotação soja / algodão	Sem revolvimento e com resíduo de soja	Fazenda Retiro da Prata	Lagoa Grande/MG
15	LVA	Rotação soja / milho / braquiária / algodão	Sem revolvimento e com resíduo de algodão	Fazenda Pontal	Lagoa Grande/MG

16	LVA	Rotações entre soja, milho, sorgo e braquiária. Adubação padrão da fazenda + 30 %	Sem revolvimento e com resíduo de milho	Fazenda Decisão	Unaí/MG
17	LVA	Rotações entre soja, milho, sorgo e braquiária. Adubação de restituição	Sem revolvimento e com resíduo de milho	Fazenda Decisão	Unaí/MG
20	LVA	Rotações entre soja, milho, sorgo. Adubação de restituição	Sem revolvimento e com resíduo de milho	Fazenda Decisão	Unaí/MG
21	LVA	Rotações entre soja, milho, sorgo. Adubação padrão da fazenda +30 %	Sem revolvimento e com resíduo de milho	Fazenda Decisão	Unaí/MG
22	LVA	Vegetação de Cerrado	Solo sob vegetação remanescente de cerrado	Fazenda Decisão	Unaí/MG

---

PVA: Argissolo Vermelho Amarelo câmbico; LVA: Latossolo Vermelho Amarelo; CX: Cambissolo Háplico.

### 3.2. Caracterização química e granulométrica

A análises para caracterização química e granulométrica foram realizadas no Laboratório de análises de rotina para fertilidade do solo do Departamento de Solos da UFV. As análises químicas (Tabela 2) foram de acordo com Defelipo & Ribeiro (1997), sendo fundamentada no uso dos extratores Mehlich-1 para formas disponíveis de P, K, Zn, Fe Cu e Mn, KCl 1 mol L<sup>-1</sup> para formas trocáveis (Al<sup>3+</sup>, Ca<sup>2+</sup> e Mg<sup>2+</sup>) e acetato de cálcio pH 7,0 para acidez potencial (H<sup>+</sup>Al). Incluem-se ainda o pH em H<sub>2</sub>O e o valor de fósforo remanescente, que corresponde ao teor de P na solução de equilíbrio entre o solo e solução de 10 mmol L<sup>-1</sup> de CaCl<sub>2</sub> e 60 mg L<sup>-1</sup> de P, após cinco minutos de agitação e 16 h de repouso.

A análise granulométrica (Tabela 2) foi segundo Ruiz (2005), empregando-se a dispersão em agitação lenta em agitador tipo Wagner. As frações areia grossa e fina foram obtidas por separação em peneira e as frações silte e argila de acordo com os princípios de sedimentação diferenciada.

Tabela 2. Características químicas e físicas, classes de disponibilidade de P, K, Ca e Mg e valores do coeficiente de variação (CV) das variáveis entre os 14 solos

Solo	pH H <sub>2</sub> O	<i>t</i> Prem	<i>t</i> P	<i>t</i> K	<i>t</i> Ca <sup>2+</sup>	<i>t</i> Mg <sup>2+</sup>	<i>t</i> H+Al	T	SB	<i>t</i> MO	<i>t</i> Art	<i>t</i> Arg	Disponibilidade <sup>1</sup>			
													<i>t</i> P	<i>t</i> K	<i>t</i> Ca <sup>2+</sup>	<i>t</i> Mg <sup>2+</sup>
		mg L <sup>-1</sup>	mg dm <sup>-3</sup>		cmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup>		-----cmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> -----					---%---				
1	5,2	48,7	286,1	305,0	4,9	1,8	5,8	13,2	7,4	4,4	45,8	42,8	A	A	A	A
4	6,7	32,8	5,9	56,5	2,6	1,1	1,5	5,3	3,9	2,2	68,2	28,5	B	M	M	A
7	6,7	19,7	9,1	193,0	4,5	1,5	2,9	9,4	6,5	4,2	42,1	55,1	A	A	A	A
8	6,2	23,9	15,0	303,0	3,4	1,4	3,7	9,2	5,5	3,8	36,5	59,8	A	A	A	A
9	5,6	15,0	5,0	104,0	3,3	1,4	6,4	11,3	5,0	5,5	22,0	74,5	M	A	A	A
12	6,2	24,6	28,7	58,5	3,7	0,9	3,2	7,9	4,7	3,3	47,8	47,7	A	M	A	M
13	6,1	35,5	9,7	174,5	2,6	1,3	1,7	6,0	4,4	2,6	72,0	25,6	M	A	M	A
14	5,7	29,5	4,5	75,5	2,1	1,6	2,6	6,4	3,9	1,7	64,6	31,6	B	A	M	A
15	6,5	53,3	35,8	88,0	1,7	0,5	1,1	3,4	2,4	0,8	87,7	10,6	A	A	M	M
16	6,4	16,9	22,4	197,0	4,0	1,1	3,3	9,0	5,7	4,6	9,7	66,6	A	A	A	A
17	6,3	16,3	14,8	123,5	4,1	1,1	3,2	8,7	5,5	4,7	9,7	67,6	A	A	A	A
20	6,2	16,1	17,3	120,5	3,9	1,1	3,0	8,4	5,4	3,2	9,5	67,0	A	A	A	A
21	6,3	16,7	21,9	150,5	4,2	1,1	3,2	8,9	5,8	5,2	10,6	67,0	A	A	A	A
22	5,2	10,1	0,7	37,0	0,1	0,1	6,6	6,9	0,3	5,2	9,8	77,7	A	M	B	B
CV(%)	8,2	50,6	215,0	60	40	39	49,7	30,4	37,4	39	71,1	40,3				

*t*Prem: teor de P remanescente; *t*P: teor de P e *t*K: teor de K disponíveis pelo extrator Mehlich-1; *t*Ca<sup>2+</sup>: teor de Ca; *t*Mg<sup>2+</sup>: teor de Mg, trocáveis extraídos com solução de KCl 1 mol L<sup>-1</sup>; *t*H+Al: acidez potencial extraída em Ca(OAc)<sub>2</sub> pH 7,0; T: CTC a pH 7,0; SB: soma de bases, de acordo com Defelipo e Ribeiro, 1997. *t*Arf: teor de areia fina; *t*Ars: teor de areia grossa; *t*Art: teor de areia total; *t*Arg: teor de argila, de acordo com Ruiz (2005) <sup>1</sup>Classes de disponibilidade: A = alto; B = baixo; M = médio, de acordo com Alvarez V. et al. (1999)

### 3.3. Caracterização da matéria orgânica e do N nos solos

#### 3.3.1. Matéria orgânica particulada (MOP) e associada a minerais (MOAM)

Para o fracionamento físico granulométrico da matéria orgânica foram adicionados 5 g de solo e 15 mL de hexametnofosfato de sódio ( $5 \text{ g L}^{-1}$ ) em tubos falcon de 50 mL e agitados por 15 horas em agitador horizontal ( $150 \text{ oscilações min}^{-1}$ ). A suspensão obtida foi vertida em peneira de  $53 \mu\text{m}$ . O material retido na peneira consiste na matéria orgânica particulada associada à fração areia (MOP), e o que atravessou a peneira corresponde a matéria orgânica associada aos minerais nas frações silte e argila (MOAM). Ambos os materiais foram secos em estufa de circulação forçada de ar a  $50 \text{ }^\circ\text{C}$  até que apresentasse massa constante, e posteriormente pesados para obter a massa de matéria orgânica particulada ( $m\text{MOP}$ ) e a associada aos minerais ( $m\text{MOAM}$ ). Posteriormente, o material correspondente à MOP foi macerado em almofariz e submetidos a análise baseada no método de Pregl-Dumas utilizando um analisador elementar - Perkin Elmer 2400 series ii. (CHNS/O) para a determinação de  $t\text{N\_MOP}$  e  $t\text{C\_MOP}$  (Cambardella & Elliott, 1992).

O conteúdo de C na MOP ( $c\text{C\_MOP}$ ) em relação a massa de MOP e MOAM foi calculado pela seguinte equação:

$$c\text{C\_MOP} = \frac{t\text{C\_MOP} \times m\text{MOP}}{m\text{MOP} + m\text{MOAM}} \times 1\,000$$

onde:

$c\text{C\_MOP}$ : teor de C na matéria orgânica particulada (g/kg)

$m\text{MOP}$ : massa de matéria orgânica particulada (g)

$m\text{MOAM}$ : massa de matéria orgânica associada aos minerais (g)

1 000: fator para expressar o  $c\text{C\_MOP}$  em g/kg

O conteúdo de C na MOAM ( $c\text{C\_MOAM}$ ), expresso em relação a massa de MOP e MOAM, foi obtido pela diferença entre o  $t\text{Ct}$  (g/kg) e  $c\text{C\_MOP}$  (g/kg):

$$c\text{C\_MOAM} = t\text{Ct} - c\text{C\_MOP}$$

### 3.3.2. Nitrogênio e carbono orgânico totais

Aproximadamente 2 g de solo foram macerados em almofariz de ágata, passados em peneira de 0,149 mm de abertura de malha e secos em estufa à 40 °C por 24 horas. Logo após, 20 mg dessas amostras foram adicionados em cápsulas de estanho e submetidos ao tratamento com HCl 0,1 mol L<sup>-1</sup> para eliminar carbonatos e bicarbonatos. Após secagem das amostras em temperatura ambiente, as cápsulas foram fechadas e submetidas à análise baseada no método de Pregl-Dumas utilizando um analisador elementar – CHNS/O.

### 3.3.3. Nitrogênio potencialmente mineralizável pela incubação anaeróbica

O N potencialmente de mineralizável dos solos foi estimado de acordo com (Waring e Bremner, 1964), a partir de um experimento de incubação anaeróbica, no qual foram utilizados 5 g de solo, acondicionados em tubos de ensaio contendo 12,5 mL de água deionizada. O conteúdo dos tubos foi agitado, para expulsar todo o ar e ocupar todo o espaço poroso com água e, em seguida, os tubos foram hermeticamente fechados e incubados em câmara BOD a 40 °C por sete dias. Após o período de incubação, os tubos foram agitados manualmente e o conteúdo dos tubos transferidos para tubos de destilação, utilizando 12,5 mL da solução de KCl 4 mol L<sup>-1</sup>. Amostras dos 5 g de solos sem incubação foram transferidos para tubos de destilação contendo 12,5 mL de água deionizada e 12,5 mL da solução de KCl 4 mol L<sup>-1</sup>. Na sequência, procedeu-se a destilação pelo método Kjeldahl, de acordo como descrito em (Bremner, 1996). Os teores de NH<sub>4</sub><sup>+</sup> foram dosados por titulação com HCl 0,02 mol L<sup>-1</sup>. O N potencialmente mineralizável em condições anaeróbicas (*tNm\_an*) mineralizado foi estimado pela diferença entre os teores de N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> determinados em amostras de solo com e sem incubação.

### 3.3.4. Nitrogênio potencialmente mineralizável pela incubação aeróbica

A avaliação do N potencialmente mineralizável por incubação aeróbica (N<sub>0</sub>) foi feita de acordo com Stanford & Smith (1972). Dessa forma, 25 g de cada solo foram misturados a igual quantidade de areia lavada, sendo a mistura umedecida com água deionizada. Esse procedimento formou uma mistura homogênea e impediu a segregação de partículas durante a transferência para tubos de lixiviação de 100 mL. O solo foi retido no tubo de lixiviação por meio de pequeno tufo de lã de vidro na extremidade inferior. Uma camada fina de lã de vidro

foi colocada no topo da coluna da mistura solo-areia para evitar a dispersão com a aplicação das soluções de percolação. O N inorgânico (N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> e N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup>) inicialmente presente no solo foi removido por percolação com 100 mL de CaCl<sub>2</sub> 0,01 mol L<sup>-1</sup>, adicionando-se, em seguida, 25 mL de uma solução nutritiva sem N (CaSO<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O 0,002 mol L<sup>-1</sup>, MgSO<sub>4</sub> 0,002 mol L<sup>-1</sup>, Ca(H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>.H<sub>2</sub>O 0,005 mol L<sup>-1</sup> e K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,00025 mol L<sup>-1</sup>), sendo que, o excesso de solução foi retirado por sucção a vácuo (60 cm de Hg). Os tubos foram mantidos em incubação em câmara BOD a 40 °C. A intervalos de 1, 1, 2, 2, 4, 4, 6 e 8 semanas foi medido o N mineralizado (Nm). Para isso em cada ocasião as colunas foram lixiviadas com 100 mL CaCl<sub>2</sub> 0,01 mol L<sup>-1</sup> seguida pela adição de solução nutritiva sem N e pela aplicação de sucção a vácuo para retirar o excesso da umidade, como descrito inicialmente. Alíquotas dos volumes lixiviados foram transferidos para tubos de destilação com a adição de 20 mL de NaOH 10 mol L<sup>-1</sup> e cerca de 0,2 g de Liga Devarda. Procedeu-se a destilação coletando o lixiviado em 5 mL de solução indicador a mista com H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>. As formas de N inorgânico (N mineralizado – Nm) (N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> + N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup> + N- NO<sub>2</sub><sup>-</sup>) foi dosado por titulação com HCl 0,0025 mol L<sup>-1</sup> (Tedesco et al., 1995).

Para estimar o N potencialmente mineralizado (N<sub>0</sub>) os resultados de Nm acumulados foram ajustados ao modelo exponencial de cinética de primeira ordem recomendado por Stanford & Smith (1972), por meio do programa estatístico R Studio (R Core Team, 2023) utilizando-se o algoritmo descrito por Levenberg-Marquardt (Marquardt, 1963):

$$N_m = N_0(1 - e^{-kt})$$

onde:

Nm: Nitrogênio mineralizado (mg kg<sup>-1</sup>) no tempo (t) avaliado;

N<sub>0</sub>: Nitrogênio potencialmente mineralizável (mg kg<sup>-1</sup>);

k: taxa constante de mineralização do N (dia<sup>-1</sup>);

t: tempo (dias).

A partir dos parâmetros do modelo de cinética de primeira ordem, foi calculado o tempo de meia vida (t<sub>1/2</sub>), que é o tempo necessário, em dias, para que ocorra a mineralização de 50 % do nitrogênio potencialmente mineralizável, obtido pela seguinte equação:

$$t_{1/2} = \frac{\ln 2}{k}$$

onde:

$\ln 2$ : logaritmo neperiano de 2;

k: constante de velocidade da reação de mineralização do N (dia<sup>-1</sup>).

### 3.3.5. Frações orgânicas de nitrogênio

Para caracterizar as frações do N na forma orgânica, subamostras de TFSA com granulometria inferior a 0,149 mm foram submetidas à hidrólise ácida do N orgânico, de acordo com Bremner (1965), adaptado por Yonebayashi & Hattori (1982) e Camargo et al. (1997). O fracionamento consistiu em dois processos de hidrólise ácida, conforme descrito na figura 2, realizados em condensador tipo Liebig, sob refluxo a 110 °C, utilizando em cada processo massas de amostras de solo contendo cerca de 10 mg de N. Em uma das hidrólises utilizou-se 20 mL de HCl 6 mol L<sup>-1</sup> sob refluxo durante 24 horas; na outra hidrólise, utilizou-se 20 mL de HCl 1 mol L<sup>-1</sup> sob refluxo durante 3 horas. Os hidrolisados foram filtrados à vácuo, através de papel de filtro quantitativo e o pH corrigido para 6,5 pela adição de NaOH 10 mol L<sup>-1</sup> e NaOH 0,5 mol L<sup>-1</sup>. Após o ajuste do pH, o hidrolisado foi transferido para balão volumétrico com capacidade para 100 mL, o volume foi completado com água deionizada e o hidrolisado foi armazenado em frasco de vidro e mantido sobre refrigeração até análise. Paralelamente, procedeu-se a extração do N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> com KCl 2 mol L<sup>-1</sup> utilizando a relação solo-extrator de 1:10.

No hidrolisado de 24 horas determinou-se o teor de N-total hidrolisado ( $tN_{t\_hidr}$ ) (a), submetendo uma alíquota de 5 mL à digestão sulfúrica, seguida de destilação com 10 mL de NaOH. A fração incluindo o N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> trocável, N-amida e N-hexosamina) (b) foi determinada pela destilação de uma alíquota de 10 mL do hidrolisado com tampão fosfato-borato. Para dosar o teor de N na fração  $\alpha$ -amino ( $tN_{\alpha\_amin}$ ) (c), uma alíquota de 5 mL do hidrolisado foi aquecida com 1 mL de NaOH 0,5 mol L<sup>-1</sup> a 100 °C por 30 minutos em banho maria, para remover N-amida e N-hexosamina. A amostra foi novamente aquecida a 100 °C em banho-maria por 30 minutos, com a adição de 0,5 g de ácido cítrico e 0,1 g de ninhidrina. Em seguida adicionaram-se 10 mL de tampão fosfato-borato e 1 mL de NaOH 5 mol L<sup>-1</sup> e procedeu-se a destilação, dosando o N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> liberado por titulação.

No hidrolisado de 3 horas determinou-se a fração N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> trocável mais o N-amida (d) (Figura 2) pela destilação de uma alíquota de 10 mL do hidrolisado com 0,1 g de MgO. O teor de fração N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> trocável ( $tN-NH_4^+$ ) (e) foi obtida pela destilação de uma alíquota do extrato de KCl 2 mol L<sup>-1</sup> com MgO. O teor de N na fração amida ( $tN_{\text{amid}}$ ) (f) foi estimada pela

diferença entre as frações (e) e (d). O teor de N na fração hexosamina ( $tN\_hexos$ ) (g) foi estimada pela diferença entre as frações (d) e (b). O teor de N hidrolisado não identificado ( $tN_{hidr\_ñident}$ ) (h) foi estimada pela diferença entre a fração (a) e o somatório das frações (b) e (c). O teor de não hidrolisado ( $tN\_ñhidr$ ) (i) foi estimada pela diferença entre os teores de N total do solo ( $tNt$ ) e o  $tNt\_hidr$  (a).

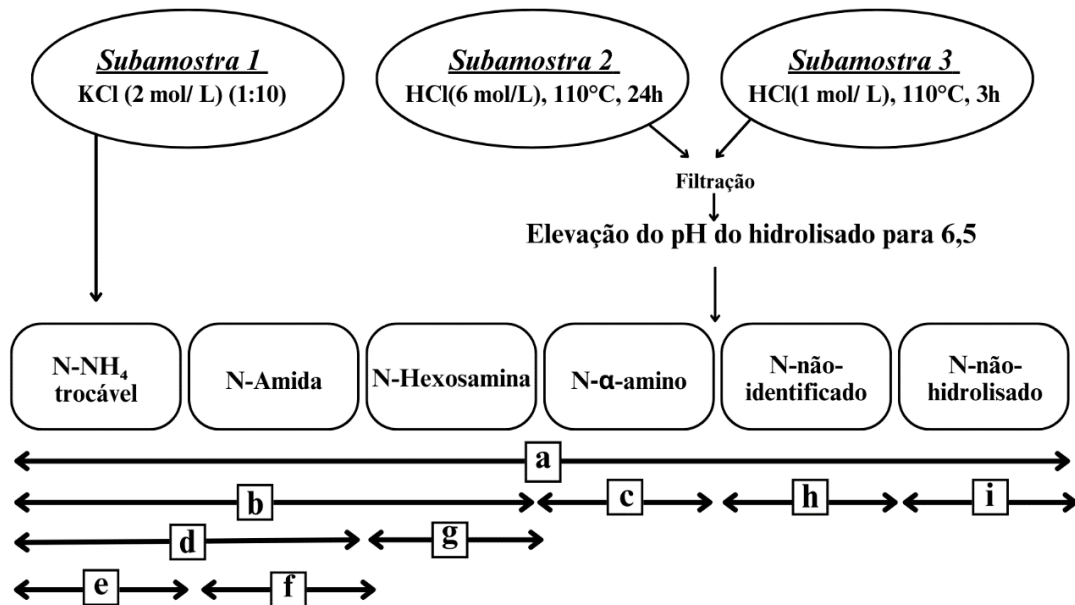


Figura 2. Fluxograma do processo de determinação das formas orgânicas de nitrogênio do solo, de acordo com o fracionamento proposto por (Yonebayashi e Hattori, 1980), adaptado por (Camargo et al., 1997). As letras representam as frações de nitrogênio obtidas no fracionamento: a) nitrogênio total hidrolisado; b) N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> + N-amida + N-hexosamina; c) N-α-amino; d) N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> + N-amida; e) N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>; f) N-amida; g) N-hexosamina; h) N-não-identificado; i) N-não-hidrolisado.

### 3.3.6. Frações inorgânicas de nitrogênio

Determinaram-se as frações inorgânicas de N de acordo com (Cantarella e Trivelin, 2001) nas amostras compostas originais dos 14 solos. Para tanto, foram adicionados 10 g de terra fina seca ao ar e 100 mL de solução de KCl 2 mol L<sup>-1</sup> em erlenmeyer de 250 mL. As amostras foram agitadas em agitador horizontal por 1 hora. Em seguida, a suspensão solo-KCl ficou em repouso, por aproximadamente 30 minutos e transferiu-se, com pipeta volumétrica, uma alíquota de 10 mL do sobrenadante para tubos de destilação.

A fração N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> foi estimada a partir da destilação Kjeldahl, onde, 20 mL de NaOH 10 mol L<sup>-1</sup> aos tubos de destilação. Os tubos foram acoplados ao aparelho de destilação a vapor e

iniciou-se a destilação. Os destilados foram coletados em erlenmeyers contendo 5 mL de solução indicadora mista de  $\text{H}_3\text{BO}_3$  e o teor de  $\text{N-NH}_4^+$  ( $t\text{N-NH}_4^+$ ) foi dosado por titulação com  $\text{HCl}$   $0,005 \text{ mol L}^{-1}$  padronizado. Aos mesmos tubos foram adicionados 0,2 g de Liga Devarda para a determinação da fração  $\text{N-NO}_3^-$ , prosseguindo com a destilação e coletando os destilados em outro erlenmeyer contendo a solução indicadora mista e o teor de  $\text{N-NO}_3^-$  ( $t\text{N-NO}_3^-$ ) foi, igualmente, dosado por titulação .

### 3.3.7. Illinois Soil Nitrogen Test (ISNT)

Os teores de N pelo Illinois Soil Test ( $t\text{N-ISNT}$ ) foram determinado para as amostras compostas originais dos 14 solos. Para tanto, 1 g dos solos com granulometria menor que 2 mm, juntamente com 10 mL de  $\text{NaOH}$   $2 \text{ mol L}^{-1}$  foram adicionados em câmaras de difusão, constituídas por potes de vidro (Figura 3). No interior das câmaras foram instaladas placa de Petri contendo 5 mL de solução indicadora mista com  $400 \text{ g L}^{-1}$  de  $\text{H}_3\text{BO}_3$ , para captura do  $\text{N-NH}_3$  volatilizado. As câmaras foram fechadas e o aquecidas por 5 horas em uma chapa elétrica à temperatura de  $50 \text{ }^\circ\text{C}$  (Khan et al., 2001). Durante o aquecimento, a cada 30 minutos as câmaras de difusão foram trocadas de posição, para garantir um aquecimento homogêneo, seguindo um fluxo descrito por Khan (2001) (Figura 4).



Figura 3. Detalhes da câmara de difusão mostrando as adaptações feitas na tampa para manter uma placa de Petri suspensa (a); câmara de difusão em aquecimento a 50 °C por 5 h em chapa aquecedora, após o tratamento de 1 g de solo com 10 mL de NaOH 2 mol L<sup>-1</sup> e deposição de 5 mL da solução indicadora de H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> na placa de Petri.

A cada 30 minutos de aquecimento as câmaras de difusão foram trocadas de posição, para garantir um aquecimento homogêneo (Figura 4), seguindo um diagrama esquemático descrito por Khan (2001). Após o período de aquecimento, as placas de Petri foram retiradas das câmaras e receberam 5 mL de água deionizada. A quantidade de NH<sub>3</sub> coletada foi determinada pela titulação da solução de H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> com H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,01 mol L<sup>-1</sup> até o estabelecimento do pH final em titulador automático (Modelo TIM840 Titration Manager), acoplado a eletrodo para superfície plana (Modelo 845-16-005; PHC3001-9) para determinação do N-NH<sub>4</sub>. O pH final foi estabelecido verificando o pH da solução preparada pela mistura de 5 mL da solução de H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> (4 %) e 5 mL de água deionizada. O teor de N-ISNT (mg N kg<sup>-1</sup>) foi determinado como:

$$tN\_ISNT = v_{H_2SO_4} \times c_{H_2SO_4} \times maN \times 1000$$

onde:

$v_{H_2SO_4}$ : volume de  $H_2SO_4$  gasto na titulação (mL)

$c_{H_2SO_4}$ : concentração do  $H_2SO_4$  (mmol L<sup>-1</sup>)

$ma_N$  : massa atômica do N (14,0067 mg mmol<sup>-1</sup>)

1000 : fator para conversão de g para kg.

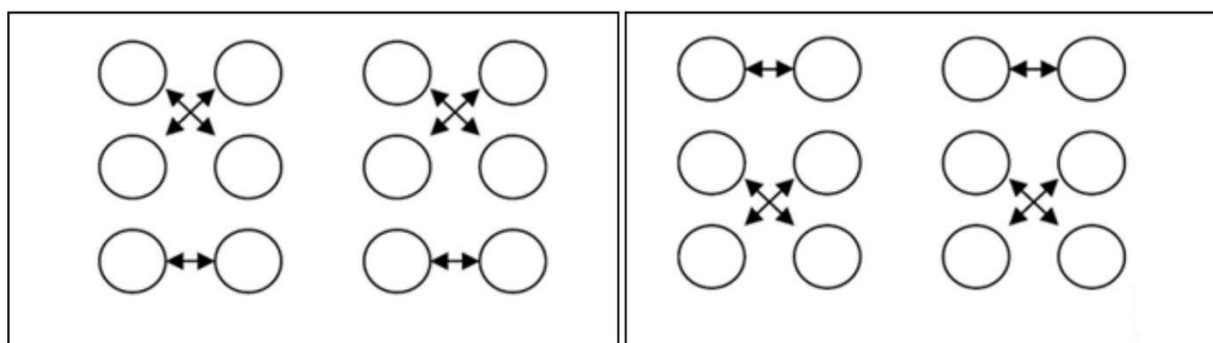


Figura 4. Diagrama esquemático para rotação das câmaras de difusão a cada 30 minutos de aquecimento Fonte: Khan et al. (2001).

### 3.4. Atividade das enzimas $\beta$ -Glicosidase e Arilsulfatase e índices de qualidade dos solos

Para a determinação da atividade das enzimas  $\beta$ -Glicosidase e Arilsulfatase foram utilizadas as amostras compostas da camada de 0-10 cm dos 14 solo, que foram secas ao ar e reduzidas a granulometria menos que 2 mm, de acordo com o protocolo da Bioanálise, descrito em (Mendes et al., 2019a).

#### 3.4.1. Atividade da $\beta$ -Glicosidase

Baseia-se na determinação colorimétrica do p-nitrofenol liberado pelas  $\beta$ -glicosidase do solo, quando o solo é incubado com uma solução tamponada de p-nitrofenil- $\beta$ -D-glicopiranosídeo.

Em Erlenmeyers de 50 mL foi adicionado 1 grama das amostras de cada solo secas ao ar. Adicionou-se 4 mL de MUB pH 6,0 e 1 mL de p-nitrofenil- $\beta$ -D-glicopiranosídeo (PNG) 0,025 mol L<sup>-1</sup> em todos os frascos. Os frascos foram incubados por 1 hora a 37 °C com rolhas de borracha. As amostras controle foram realizadas para cada solo adicionando 1 mL da solução PNG. Após os frascos serem agitados por alguns segundos para a homogeneização, a suspensão

foi filtrada através de filtro Whatman nº 2. Determinou-se a intensidade da coloração amarela em espectrofotômetro a 420 nm.

#### 3.4.2. Atividade da Arilsulfatase

Baseia-se na determinação colorimétrica da p-nitrofenol que é liberado pelas sulfatases encontradas no solo quando o solo é incubado com uma solução tamponada de p-nitrofenol sulfato.

Em Erlenmeyers de 50 mL foi adicionado 1 grama das amostras de cada solo secas ao ar. Adicionou-se 4 mL de tampão acetato pH 5,8 e 1 mL de p-nitrofenol sulfato (PNS) em todas as amostras. Os frascos foram agitados e incubados a 37 °C por uma hora. As amostras controle foram realizadas para cada solo adicionando 1 mL da solução PNS, 1 mL de  $\text{CaCl}_2$  0,5 mol L<sup>-1</sup> e 4 mL de NaOH 0,5 mol L<sup>-1</sup>. Após os frascos serem agitados por alguns segundos para a homogeneização, a suspensão foi filtrada através de filtro Whatman nº 2. Determinou-se a intensidade da coloração amarela em espectrofotômetro a 410 nm.

Foi estimado o Índice de Qualidade do Solo Fertbio (IQS Fertbio) para a obtenção dos dados sobre a qualidade dos solos. O IQS Fertbio é composto pelo Índice de Qualidade do Solo Biológico (IQS Biológico) e Índice de Qualidade Químico (IQS Químico), fundamentados nos princípios da Bioanálise (Mendes et al., 2021). O IQS Biológico é obtido por meio da atividade das enzimas  $\beta$ -glicosidase e Arilsulfatase e o IQS Químico a partir do pH do solo, teor de nutrientes e capacidade de troca catiônica (CTC). Além disso, foram estimados os scores para cada IQS, que representam medidas integradas da qualidade do solo e são utilizados para estabelecer os limites críticos inferiores e superiores para cada indicador. Cada score é calculado a partir de indicadores específicos, normalizados e ponderados de acordo com sua importância relativa para a qualidade do solo. O score Químico foi calculado a partir do pH do solo, teor de nutrientes e CTC, o score Biológico foi calculado a partir da atividade das enzimas  $\beta$ -glicosidase e Arilsulfatase e o score Fertbio partir da combinação dos indicadores Químico e Biológico.

#### 3.5. Resposta do milho a adubação nitrogenada

Foi conduzido um experimento em casa de vegetação, na Universidade Federal de Viçosa, utilizando milho como planta indicadora, tendo como unidades experimentais vasos

plásticos contendo 2 dm<sup>3</sup> de solo. Os tratamentos foram constituídos pelo fatorial 5 x 14, correspondendo cinco doses de N (0, 50, 150 e 450 mg dm<sup>-3</sup>) na forma de NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub> e os 14 solos. O delineamento experimental foi em blocos ao acaso com três repetições. A correção da acidez foi realizada somente no solo 22 com a adição da mistura corretiva CaCO<sub>3</sub> e MgCO<sub>3</sub> em dose para elevar a saturação por bases a 60 %. O solo foi umedecido e incubado por 15 dias para a completa reação do corretivo. Antes do plantio todos os solos receberam uma adubação básica, com P, na forma de superfosfato triplo e K, na forma de KCl. As doses foram definidas conforme os teores disponíveis de P e K de cada solo variando entre 180 e 768 mg dm<sup>-3</sup> de P e 7 a 163 mg dm<sup>-3</sup> de K. Os fertilizantes nitrogenados, fosfatado e potássico, foram aplicados a todo o volume de solo das unidades experimentais.

Foram transplantadas para cada vaso 8 plântulas de milho (DKB 335 Pro3) previamente germinadas, Cerca de sete dias após, quando se completou a emergência das plantas promoveu-se o desbaste, deixando quatro plântulas por unidade experimental. Após 20 dias do plantio, foi feita a adubação com micronutrientes, segundo Novais et al. (1991) na forma de solução nutritiva. Aos 45 dias de cultivo, procedeu-se o corte da parte aérea à altura de 1 cm do nível do solo. O material vegetal foi lavado em solução de HCl 0,01 mol L<sup>-1</sup>, acondicionado em sacos de papel devidamente identificados e secos a 65 °C em estufa de circulação forçada de ar até atingir peso constante. Após a obtenção da massa de matéria seca da parte aérea do milho (*mMS\_PAM*), o material vegetal foi triturado em moinho de facas (Tipo Willye), para posterior análise química.

A determinação do teor de N foi feita por digestão da *mMS\_PAM* com H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado e mistura catalisadora, aquecidos em bloco digestor a 360 °C por 3 horas. Após resfriados foram adicionados 5 mL de água deionizada e então submetidos a destilação com a adição de 20 mL de NaOH 10 mol L<sup>-1</sup>. Os destilados foram recolhidos em 5 mL de solução indicadora mista com H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>. A dosagem foi por titulação potenciométrica com H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,0025 mol L<sup>-1</sup> (Tedesco et al., 1995).

Os teores de N na parte aérea do milho (*tN\_PAM*) foram calculados pela equação:

$$tN\_PAM (g\ kg^{-1}) = \frac{(Vam - Vbr) \times [H^+] \times 14}{\text{peso MS\_PM}(g)}$$

onde:

Vam = Volume de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> gastos na titulação da amostra;

V<sub>br</sub> = Volume de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> gastos na titulação do branco;

[H<sup>+</sup>] = concentração real do H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (mol L<sup>-1</sup>)

14 = massa atômica do N

A partir dos teores de N e da produção de matéria seca calculou-se o conteúdo de N acumulado na parte aérea do milho (*cN\_PAM*). Foram utilizados modelos lineares para os solos em que a equação de Mitscherlich não proporcionou um ajuste adequado.

Foram determinados os teores de N inorgânico (NH<sub>4</sub><sup>+</sup> e NO<sub>3</sub><sup>-</sup>), de acordo com (Cantarella e Trivelin, 2001), das amostras de solo após o cultivo do milho.

### 3.6. Análises estatísticas

Previamente às análises de variância os dados das variáveis respostas foram avaliados quanto à normalidade dos resíduos pelo teste de Shapiro-Wilk e homoscedasticidade das variâncias. Para caracterizar a resposta do milho às doses de N em cada solo foram ajustadas equações Mitscherlich ou modelos lineares por meio de equações lineares ou quadráticas para a *mMS\_PAM* e *cN\_PAM*. O critério de seleção dos modelos foi a significância dos coeficientes pelo teste t ( $p \leq 0,05$ ) e a magnitude do coeficiente de determinação ( $R^2$ ).

Para o ajuste das equações de Mitscherlich foi utilizado o algoritmo de Levenberg-Marquardt, implementado pela função *nlsLM* do pacote *minpack.lm* (Elzhov et al., 2023) no software R (R Core Team, 2023). O modelo de Mitscherlich é constituído pela equação:

$$Y = A \{1 - 10^{-c(x+b)}\}$$

onde:

Y = produção de massa seca de plantas de milho (*mMS\_PAM*), em g/vaso;

A = produção máxima de massa seca de plantas de milho (*mMS\_PAMmax*), em g/vaso;

b = estimativa do teor de N contido no solo, em forma absorvível pelas plantas;

c = coeficiente de eficácia do nitrogênio para a fonte utilizada, neste trabalho, o NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub>;

x = dose de N, em mg dm<sup>-3</sup>.

Para as curvas de respostas expressas por equações de regressões quadráticas estimaram-se a máxima produção de matéria seca (*mMS\_PAMmax*) e o máximo de N acumulado (*cN\_PAMmax*) a partir da primeira derivada igualada a zero. Para equações lineares, considerou-se a *mMS\_PAMmax* ou *cN\_PAMmax* aqueles verificados com a maior dose de N.

Assim, foi possível estimar os índices de resposta a N com base na produção de matéria seca ( $ran\_PAM$ ) e no acúmulo de N ( $ran\_NPAM\_0,9Y$ ), de acordo (Otto et al., 2013):

$$ranMS\_PAM = \frac{mMS\_PAM\ max - mMS\_PAM\_cont}{mMS\_PAM\_cont} \times 100$$

$$ranN\_PAM = \frac{cN\_PAMmax - cN\_PAM\_cont}{cN\_cont} \times 100$$

em que,  $mMS\_PAMcont$  e  $cN\_PAMcont$ , são, respectivamente, a produção e o conteúdo de N nas plantas no tratamento sem adubação nitrogenada (controle).

Calculou-se, ainda, a produção relativa (PR) e o índice de absorção relativa de N (arN):

$$PR = \frac{mMS\_PAM\_cont}{mMS\_PAMmax} \times 100$$

$$arN = \frac{cN\_PAM\_cont}{cN\_PAMmax} \times 100$$

em que,  $cN\_PAMcont$ , corresponde ao conteúdo de N nas plantas no tratamento sem adubação nitrogenada.

Para os dados de fracionamento das formas orgânicas e inorgânicas de N, Illinois Soil Nitrogen Test ( $tN$ -ISNT) e Bioanálise, foi realizada a análise variância e teste de Scott Knott quando F significativo ao nível de 5 % de significância. Foi realizada correlação de Pearson com todos os dados.

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1. Resposta do milho a adubação nitrogenada

A produção de matéria seca ( $mMS\_PAM$ ) apresentou, de modo geral, menor variação do que o conteúdo de N ( $cN\_PAM$ ) na parte aérea das plantas de milho (Tabela 3). A variação entre os solos, tanto para a  $mMS\_PAM$ , como para o  $cN\_PAM$  diminuiu com o aumento das doses de N. Sem a adubação nitrogenada o milho apresentou menor e maior  $mMS\_PAM$  nos solos 15 e 17, respectivamente. No entanto, foram os solos 20 e 14 aqueles que, sem adubação nitrogenada, proporcionaram menor e maior  $cN\_PAM$ , respectivamente.

A variabilidade na produção ( $mMS\_PAM$ ) e no conteúdo de N ( $cN\_PAM$ ) na parte área das plantas de milho no tratamento sem adubação nitrogenada, sugerem que os 14 solos mostraram variação quanto a capacidade de suprimento de N. De acordo com a  $mMS\_PAM$  os solos foram distinguidos em três grupos, com produções médias de 9,37 (1, 9, 14, 17 e 22), 7,53 (7, 12, 13, 16, 20 e 21) e 5,81 (4, 8, 15) g/vaso. No entanto, quanto ao  $cN\_PAM$  foram diferenciados apenas dois grupos com conteúdo médios de N de 129,50 e 61,78 mg/vaso. Entre os solos com maior  $mMS\_PAM$ , apenas o 1, 9 e 14 estão entre aqueles em que as plantas acumularam maiores quantidades de N. Na ausência da adubação nitrogenada as  $mMS\_PAM$  foram relativamente elevadas, considerando que corresponderam a produções relativas ( $prMS$ ) entre 48 e 82 %. No entanto, a absorção relativa de N ( $arN$ ), que é análoga ao conceito de produção relativa ( $prMS$ ), foi menos variável; entre 11 e 29 %. Dentre as propriedades e características potencialmente relacionadas com o suprimento de N pelos solos (Tabela 2), apenas o  $tNt$  correlacionou com a  $mMS\_PAM$  no tratamento sem adubação, ( $R: 0,6412$ ,  $p < 0,05$ ) embora não tenha correlacionado com o  $cN\_PAN$ .

A variação na  $mMS\_PAM$  de acordo com as  $dN$  foi melhor representada pelo modelo de Mitscherlich ( $R^2$  entre 0,914 e 0,996) para a maioria dos solos (Tabela 4). Apenas para os solos 9 e 17 o modelo quadrático foi mais o adequado ( $R^2$  0,960 e 0,994). A produção máxima de matéria seca ( $mMS\_PAMmax$ ) caracterizada pelo coeficiente “A” do modelo de Mitscherlich, ou estimada a partir da derivação das equações quadráticas, mostrou pouca variação entre os solos (CV de 14 %). O solo 22 apresentou a maior  $mMS\_PAMmax$  (17,07 g vaso<sup>-1</sup>) e o solo 15 com a menor (11,04 g vaso<sup>-1</sup>) (Tabela 3). A produção do milho nos tratamentos sem adubação nitrogenada, expressas em relação a produção máxima (produção relativa,  $prMS$ ), também foi pouco variável (CV de 19 %), oscilando entre 49 (solo 8) e 82 % (solo 9). O coeficiente de eficácia “c” para o N nas presentes condições de manejo (fonte e forma de aplicação), que caracteriza a eficiência com que as plantas convertem o N em produção, apresentou ampla variação entre os solos (CV de 178 %), sendo que o valor mais elevado foi para o solo 12 (0,1350) e o menor para o solo 13 (0,0028). O coeficiente “b” do modelo de Mitscherlich, tem relação com a quantidade de N no solo.

Tabela 3. Produção de matéria seca (*mMS\_PAM*) e conteúdo de nitrogênio (*cN\_PAM*) na parte aérea de plantas de milho, cultivadas em 14 solos, em casa de vegetação, de acordo com as doses de N, com os respectivos coeficientes de variações (CV)

Solos	Dose de N (mg dm <sup>-3</sup> )							
	0	50	150	450	0	50	150	450
	<i>mMS_PAM</i> (g/vaso)				<i>cN_PAM</i> (mg/vaso)			
1	9,37 a <sup>1</sup>	11,17	11,36	12,37	135,20 a	191,86	298,51	473,7
4	5,89 c	9,94	11,67	12,12	59,14 b	123,33	167,42	466,53
7	7,47 b	11,07	13,38	13,29	70,86 b	150,99	242,74	415,74
8	6,27 c	8,67	12,17	12,42	61,68 b	125,34	247,05	520,47
9	10,02 a	10,81	13,19	10,90	113,25 a	158,29	288,55	421,30
12	7,47 b	11,48	10,69	11,68	76,35 b	131,45	250,83	345,90
13	7,70 b	10,02	12,48	15,02	75,20 b	128,71	454,81	580,38
14	9,27 a	11,43	12,38	11,86	140,04 a	312,00	386,35	421,27
15	5,27 c	8,54	11,35	10,61	43,34 b	87,27	193,63	391,73
16	8,04 b	10,63	12,22	11,95	63,51 b	125,41	265,55	306,86
17	10,60 a	12,96	15,38	12,98	83,26 b	138,00	277,00	441,67
20	7,45 b	12,45	12,27	13,75	57,07 b	122,44	193,93	351,91
21	7,08 b	10,75	11,10	12,17	66,87 b	135,38	171,84	308,81
22	9,83 a	16,12	16,10	17,98	81,60 b	183,92	242,06	564,34
CV (%)	20	11	10	9	38	36	31	19

<sup>1</sup> As *mMS\_PAM* e os *cN\_PAM*, respectivamente, seguidas de mesma letra não se agruparam pelo teste de Scott-Knott com probabilidade de 5 %.

Ainda que as produções de MS pelo milho sem a aplicação de nitrogênio tenham sido expressivas, em todos os solos houve respostas às doses de N, como evidenciaram as equações ajustadas (Tabela 4). Constatou-se pouca variação nas produções máximas de *mMS\_PAM*, indicadas pelos coeficientes “A” das equações de Mitscherlich e pela derivação das equações quadráticas. No entanto, a intensidade de resposta do milho a N, caracterizada pelo coeficiente “c” das equações de Mitscherlich, foi amplamente variável, o que é evidenciado pelo CV de 178 %. De acordo com a concepção do modelo de Mitscherlich o coeficiente de eficácia “c” é tido como constante para cada nutriente (Malavolta, 1967), no entanto, a variabilidade constatada indica que além do fertilizante, forma de aplicação e condições ambientais – fatores constantes no experimento – as características e propriedades dos solos definem a magnitude destes coeficientes. Também segundo a concepção deste modelo, o coeficiente “b” tem relação

com o teor do nutriente suprido pelo solo (Malavolta, 1967), e, por conseguinte relacionaria com a produção sem adubação. Condição que não foi constatada neste trabalho, considerando a sua baixa correlação com *mMS\_PAM* (R: 0,183) e com o *cN\_PAM* (R: 0,481) no tratamento sem adubação.

Tabela 4. Coeficientes das equações de regressão ajustadas segundo o modelo de Mitscherlich e equações de regressões quadráticas para os solos 9 e 17, para a produção de matéria seca de plantas de milho em função das doses 0, 50, 150 e 450 mg dm<sup>-3</sup> de N, com respectivos coeficientes de determinação e as doses de N para 90 % (*dN\_0,9y*) da produção máxima

Solo	Coeficientes <sup>1</sup>			R <sup>2</sup>	<i>dN_0,9y</i>
	A	c	b		
	g/vaso		mg dm <sup>-3</sup>		mg dm <sup>-3</sup>
1	12,11	0,0065	100,97	0,914	52,88
4	12,04	0,0091	31,87	0,999	78,02
7	13,46	0,0084	41,47	0,996	77,56
8	12,69	0,0053	53,63	0,978	135,05
12	11,28	0,1350	3,47	0,951	36,87 <sup>3</sup>
13	15,38	0,0028	105,83	0,999	251,31
14	12,12	0,0117	59,68	0,959	25,79
15	11,04	0,0083	33,03	0,970	87,45
16	12,14	0,0092	50,69	0,990	58,06
20	13,03	0,0193	19,12	0,952	32,69
21	11,69	0,0130	31,07	0,964	45,85
22	17,07	0,0170	21,76	0,954	37,06
9	12,19 <sup>2</sup>	$\hat{y} = 9,79 + 0,0310^* x - 0,00007^* x^2$	48,60 <sup>4</sup>	0,960	21,42
17	14,72 <sup>2</sup>	$\hat{y} = 10,72 + 0,04^* x - 0,0001^* x^2$	53,22 <sup>4</sup>	0,994	10,00
CV (%)	14	178	61		91

\* = significativo a 5 % de probabilidade;

<sup>1</sup>  $Y = A \{1 - 10^{-c(x+b)}\}$ ; A = produção máxima (g vaso<sup>-1</sup>); c = coeficiente de eficácia do N na forma de NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub>; b = estimativa do teor de N suprido pelo solo;

<sup>2</sup> Produção máxima de matéria seca de plantas de milho, estimada a partir da primeira derivada da equação;

<sup>3</sup> Corresponde a 90 % da dose que condicionou a produção máxima, considerando que para este solo não foi possível estimar a dose de N relacionada a 909 % da *mMS\_PAM*;

<sup>4</sup> Teor de N no solo, estimado por meio das regressões para uma produção de *mMS\_PAM* igual a zero.

Para os solos 9 e 17 valores, conceitualmente, equivalentes “b” foram estimados a partir das equações de regressões, considerando-se uma produção zero. Estes valores foram muito variáveis entre os solos (CV de 61 %), sendo que o maior valor foi constatado para solo 13

(105,3 mg dm<sup>-3</sup>) e o menor para o solo 12 (3,47 mg dm<sup>-3</sup>). Nestes solos, as plantas de milho sem adubação nitrogenada atingiram, respectivamente, 55 e 66 % de produção relativa (*prMS*).

As *dN* para atingir 90 % das produções máximas mostrou ampla variação entre os solos (CV de 91 %), sendo a que a menor (10,00 mg dm<sup>-3</sup>) e a maior dose (251,31 mg dm<sup>-3</sup>) foram estimadas para os solos 17 e 13, respectivamente.

Contrastando com os resultados para *mMS\_PAM*, os conteúdos de N na parte aérea das plantas de milho (*cN\_PAM*) em resposta às *dN* foram, predominantemente, descritos por equações lineares (Tabela 5). Exceto para os solos 12, 13, 14 e 16, para os quais os melhores ajustes foram obtidos por equações quadráticas. O conteúdo máximo de N nas plantas de milho (*cNmax\_PAM*), estimado pela derivação das equações quadráticas ou para a maior dose de N para as equações lineares, revelou um CV de 20 %, sendo que o maior (624,22 mg) e o menor acúmulo (313,53) ocorreram com os solos 13 e 21, respectivamente (Tabela 4). Os conteúdos de N nas plantas de milho associados a 90 % da máxima produção de matéria seca (*cN\_0,9PAM*) foram mais variáveis (CV de 67 %) e corresponderam, em média a, 34 % do *cNmax\_PAM* (números entre parênteses, Tabela 4), variando entre 24 e 45 %. Apenas para o solo 13 o *cN\_0,9PAM* correspondeu a 92 % do *cNmax\_PAM*.

Tabela 5. Equações de regressão para o conteúdo de N na parte aérea de plantas de milho ( $cN_{PAM}$ ;  $y$ ) em função das  $dN$  ( $x$ : 0, 50, 150 e 450  $mg\ dm^{-3}$ ), o máximo conteúdo de N na parte aérea das plantas de milho ( $cN_{PAMmax}$ ) e o conteúdo de N associado a 90 % da produção máxima ( $cN_{0,9PAM}$ ) para os 14 solos. (Número entre parêntese corresponde à equivalência percentual do  $cN_{PAMmax}$ )

Solo	Equação	R <sup>2</sup>	$cN_{PAMmax}$	$cN_{0,9PAM}$
			-----mg vaso <sup>-1</sup> -----	
1	$\hat{y} = 156,27+0,7295*x$	0,975	484,55	194,85 (40) <sup>1</sup>
4	$\hat{y} = 59,37+0,8907*x$	0,989	460,19	128,87 (28)
7	$\hat{y} = 102,76+0,7220*x$	0,965	427,67	158,79 (37)
8	$\hat{y} = 75,40+1,0045*x$	0,995	527,43	211,07 (40)
9	$\hat{y} = 136,94+0,6671*x$	0,938	437,14	151,23 (35)
12	$\hat{y} = 71,58+1,4517*x-0,0019*x^2$	0,998	348,88	122,53 (35)
13	$\hat{y} = 38,31+3,2834*x-0,0046*x^2$	0,967	624,22	572,94 (92)
14	$\hat{y} = 167,91+2,1139*x-0,0035*x^2$	0,927	487,10	220,10 (45)
15	$\hat{y} = 54,54+0,7659*x$	0,989	399,20	121,52 (30)
16	$\hat{y} = 56,29+1,7596*x-0,0027*x^2$	0,994	342,98	149,35 (44)
17	$\hat{y} = 109,03+0,7751*x$	0,952	457,83	116,79 (26)
20	$\hat{y} = 80,40+0,6211*x$	0,976	359,90	100,71 (28)
21	$\hat{y} = 90,01+0,4967*x$	0,967	313,53	112,79 (36)
22	$\hat{y} = 100,95+1,0279*x$	0,988	563,51	139,05 (25)
CV (%)			20	67

<sup>1</sup> Corresponde a percentagem em relação a  $cN_{PAMmax}$

Os índices de resposta a adubação nitrogenada com base na produção de matéria seca ( $ranMS_{PAM}$ ) e no conteúdo de N ( $ranN_{PAM}$ ) da parte aérea de plantas de milho apresentaram maior variabilidade, com valores de CV de 47 e 38 %, respectivamente (Tabela 6). A  $prMS$  revelou maior variabilidade entre os solos do que a  $arN$  o que é evidenciado pelos respectivos CV: 19 e 33 % (Tabela 6). A mesma tendência, mas com maior intensidade, foi constatada pelos índices  $ranMS_{PAM}$  e  $ranN_{PAM}$ , com, CV 47 e 38 %.

Os índices de resposta a N com base na produção de matéria seca ( $ranMS_{PAM}$ ) e no conteúdo de N ( $ranN_{PAM}$ ) correlacionaram com a produção relativa de matéria seca ( $prMS$ ) (Figura 5a) e absorção relativa de N ( $arN$ ) (Figura 5b), mas com maior amplitude de variação.

Tanto a *ranMS\_PAM* como a *ranN\_PAM* reduziram com a *prMS* e *arN*, de acordo com equações de regressões quadráticas, com elevado grau de ajuste ( $R^2$  0,99) (Figura 5).

Tabela 6. Produção relativa de matéria seca (*prMS*), absorção relativa de N (*arN*), índices de resposta à adubação nitrogenada com base na produção de matéria seca (*ranMS\_PAM*) e com base no conteúdo de N (*ranN\_PAM*) da parte aérea de plantas de milho, com os respectivos coeficientes de variação (CV).

Solo	<i>prMS</i>	<i>arN</i>	<i>ranMS_PAM</i>	<i>ranN_PAM</i>
			%	
1	77	28	29,25	258,41
4	49	13	104,43	678,13
7	55	17	80,19	503,48
8	49	12	102,28	755,00
9	82	26	21,62	285,98
12	66	22	50,87	356,94
13	50	12	99,65	730,05
14	80	29	24,63	247,82
15	48	11	109,36	820,90
16	66	19	50,93	440,03
17	72	18	38,78	449,85
20	57	16	74,74	530,57
21	61	21	65,04	368,83
22	58	14	73,59	590,56
CV (%)	19	33	47	38

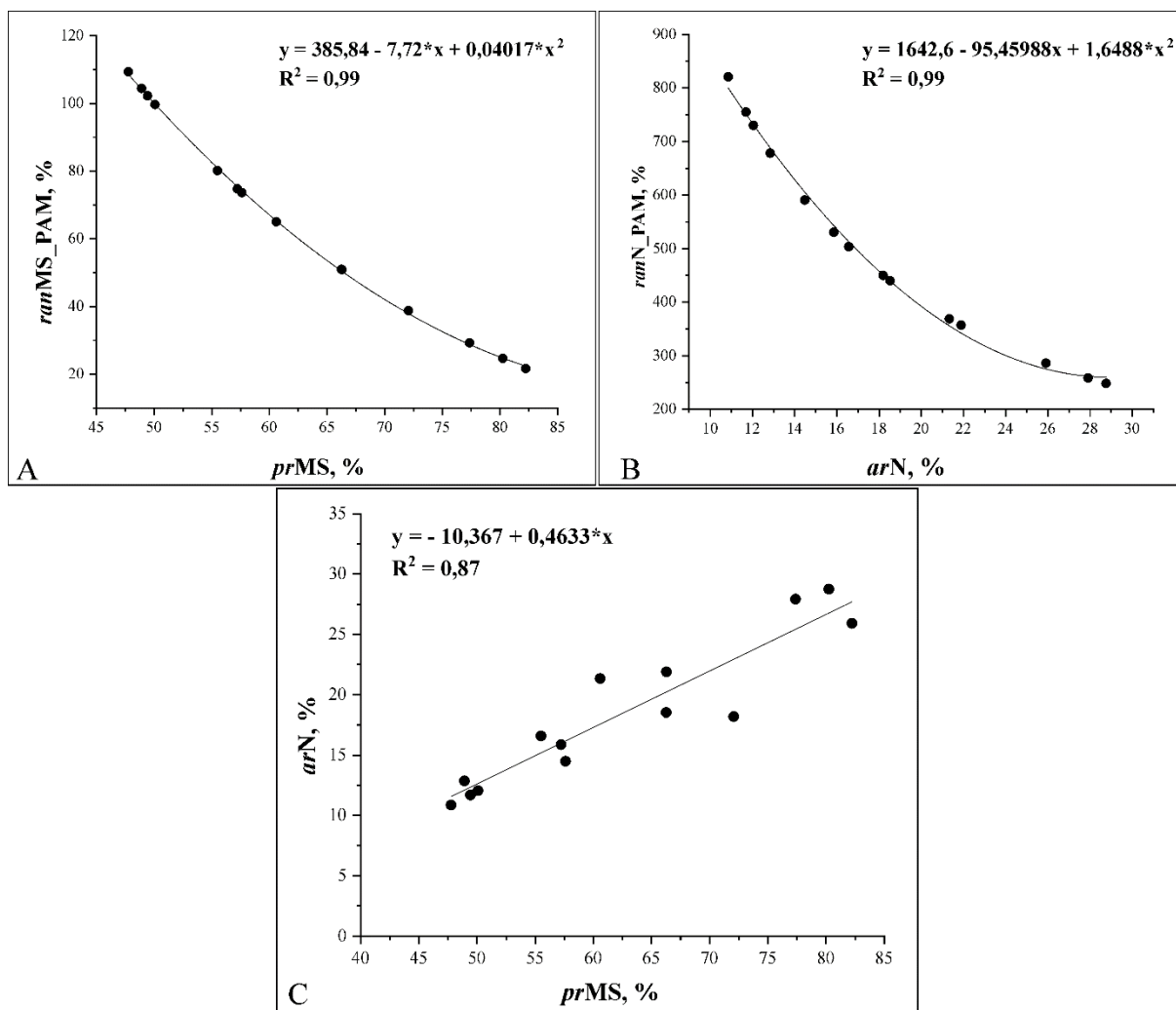


Figura 5. Relação entre o índice de resposta à adubação nitrogenada ( $ranMS\_PAM$ ,) com base na matéria seca da parte aérea de milho e a produção relativa ( $prMS$ ) (a); relação entre o índice de resposta à adubação nitrogenada com base no conteúdo de N da parte aérea de milho ( $ranN\_PAM$ ) e a absorção relativa de N ( $arN$ ) (b) e relação entre absorção relativa de N ( $arN$ ) e produção relativa ( $prMS$ ) (c).

Considerando a diversidade dos solos quanto a resposta a adubação nitrogenada, a  $mMS\_PAM$  do tratamento sem adubação expressa em termos de produção relativa ( $prMS$ ) poderá ser eficaz para distinguir os solos quanto ao potencial de resposta a adubação. A mesma concepção se aplica ao  $cN\_PAM$  expressando-o como absorção relativa de N ( $arN$ ). Produções relativas de 50, 70 e 90 % são definidos como limites de muito baixa, baixa e média produtividade, respectivamente, são usuais em trabalhos de calibração de métodos de análise de solo (Alvarez, 1996; Cantarutti et al., 2007). Consequentemente, definem classes de solos com muito baixa, baixa e média disponibilidade de nutrientes.

Nesta mesma concepção Laboski et al. (2008) e Otto et al. (2013) quantificaram a resposta a adubação (FR) expressando os incrementos de produções devido à adubação em relação às produções sem adubação. De acordo com Otto et al. (2013) solos  $FR = 0$ ,  $0 > FR \leq 25\%$  e  $FR > 25\%$  foram definidos como não responsivos, moderadamente responsivos e altamente responsivos, respectivamente. Neste presente trabalho o FR foi denominado os índices de resposta a adubação e estabelecidos com base na produção de matéria seca (*ranMS\_PAM*) e no conteúdo de N (*ranN\_PAM*).

A partir da relação funcional entre *ranMS\_PAM* e a *prMS* (Figura 5a) pode se estimar que produções relativas de 50, 70 e 90 % equivalem a *ranMS\_PAM* de 100, 42 e 16 %, respectivamente. Da mesma forma, de acordo com equação indicada na figura 6c as *prMS* de 50, 70 e 90 % correspondem a *arN* de 12, 22 e 31 %. Assim, a partir da equação da Figura 5b estima-se que estas *arN* correspondem a *ranN\_PAM* de 680, 340 e 267 %. Com os devidos arredondamentos foram estabelecidos os limites para quatro classes de responsividade, para cada critério (Tabela 7). Independente do critério de diagnóstico prevaleceram solos de moderada responsividade. Os critérios relativos fundamentados nos conteúdos de N diagnosticaram maior número de solos nesta classe.

Tabela 7. Distribuição dos solos em função das classes de responsividade à adubação nitrogenada definidas de acordo a produção (*pr*MS) e conteúdo de N (*ar*N) relativos e os índices relativos de resposta em base a produção (*ran*MS\_PAM) e conteúdo de N (*ran*N\_PAM)

Responsividade	<i>pr</i> _MS		<i>ar</i> _N		<i>ran</i> MS_PAM		<i>ran</i> N_PAM	
	Limites	Solo	Limites	Solo	Limites	Solo	Limites	Solo
	%		%		%		%	
Elevada	≤ 50	4, 8, 13, 15	≤ 13	4, 8, 13, 15	≥ 100	4, 8, 15	≥ 690	8, 13, 15
Moderada	51 - 70	7, 12, 16, 20, 21, 22	14 - 22	7, 12, 16, 17, 20, 21, 22	99 - 42	7, 12, 13, 16, 20, 21, 22	689 - 340	4, 7, 12, 16, 17, 20, 21, 22
Baixa	71 - 90	1, 9, 14, 17	23 - 31	1, 9, 14	43 - 16	1, 9, 14, 17	339 - 270	1, 9, 14
Muito baixa	> 90		> 31		< 16		< 270	

#### 4.2. Caracterização do N nos solos

Os 14 solos foram selecionados de forma a obter ampla variação em propriedades, direta ou indiretamente, relacionadas com o potencial de suprimento de N, tais como; teores de C total (*t*Ct), nitrogênio total (*t*Nt), o teor de N inorgânico ( $tNi = tN-NH_4^+ + tN-NO_3^-$ ), os teores de C da matéria orgânica particulada (*t*CMOP) e da matéria orgânica associada aos minerais (*t*CMOAM) (Tabela 8). A variação de textura é fundamental considerando a importância da fração argila na estabilização da matéria orgânica do solo, haja vista que, os teores de *t*Ct, assim como o *t*CMOAM correlacionaram-se significativamente com os teores de argila ( $R > 0,80$ ;  $p < 0,01$ ). Adicionalmente buscou-se maior variabilidade no valor de fósforo remanescente (*t*Prem), que é uma propriedade estreitamente relacionada com a capacidade de adsorção aniônica da fração argila. Considerando que para estas propriedades foram obtidos coeficientes de variação entre 26 e 84 %, os 14 solos definiram uma população com variabilidade adequada a um estudo de avaliação de métodos para caracterizar a disponibilidade de N.

Entre os 14 solos prevaleceram os Latossolo Vermelho Amarelo (LVA), com ocorrência de três Cambissolo Háplico (CX) e Argissolo Vermelho Amarelo câmbico (PVA), de acordo

com mapa de solos brasileiros (IBGE, 2006) e solos do bioma cerrado, no entanto, variaram quanto aos sistemas de manejo. O solo 1 (PVA) foi o único coletado no bioma Mata Atlântica em área continuamente cultivada com milho para silagem e capineira. Além adubação química recebe com regularidade a aplicação de dejetos de bovinocultura leiteira, o que justificam os  $286 \text{ mg dm}^{-3}$  P extraído em Mehlich-1, soma de bases  $7,4 \text{ cmolc dm}^{-3}$ ,  $3,73 \text{ g kg}^{-1}$  de N total e  $30,6 \text{ g kg}^{-1}$  de matéria orgânica ( $17,8 \text{ g kg}^{-1}$  de Ct).

O solo 22 coletado em área remanescente de vegetação de cerrado, retrata bem as características naturais destes solos, baixos teores de P disponível ( $0,7 \text{ mg dm}^{-3}$ ) e de soma de base ( $0,3 \text{ cmolc dm}^{-3}$ ). Os teores de matéria orgânica e nitrogênio total são relativamente elevados neste solo em razão de limitações à mineralização, pelo seu caráter distrófico e estabilização da matéria orgânica pela fração mineral, considerando ser um solo com 77 % de argila, e, seguramente, de natureza oxidica, devido ao baixo  $t_{\text{Prem}}$  ( $10 \text{ mg L}^{-1}$ ). Embora as amostras dos solos 16, 17, 20 e 21 tenham sido coletadas em área próxima são ligeiramente menos argilosos (67 %). São solos de uma área experimental com diferentes sistemas de rotação, o que justifica a melhores condições de fertilidade. A braquiária incluída na rotação com soja, milho e sorgo, pode ser uma das razões que justifica os  $t_{\text{Ct}}$  e  $t_{\text{Nt}}$  ligeiramente mais elevados nos solos 16 e 17. Devido ao caráter argiloso esses quatro solos apresentam elevadas proporções do C associado à fração mineral ( $t_{\text{CMOAM}}$ ). Além da braquiária na composição do sistema de rotação, a textura é um importante determinante dos teores de matéria orgânica, haja vista que, os solos 7 e 8 com 55 e 59 % de argila, respectivamente, tem maiores  $t_{\text{Ct}}$  do que o solo 13, com 25 % e o solo 15 com 11 % de argila. O elevado  $t_{\text{Ct}}$  do solo 9 é atribuído ao seu caráter muito argiloso e ao fato de ser uma área de cultivo florestal de seringueira, recém removido.

Tabela 8. Teores de C da matéria orgânica particulada (*t*CMOP) e associada aos minerais (*t*MOAM), de N total (*t*Nt), C total (*t*Ct) e N inorgânico (*t*Ni  $tNi = tN-NH_4^+ + tN-NO_3^-$ ) e valores do coeficiente de variação (CV) para os 14 solos

Solo	<i>t</i> CMOP	<i>t</i> CMOAM	<i>t</i> Nt	<i>t</i> Ct	<i>t</i> Ni
		g kg <sup>-1</sup>			mg kg <sup>-1</sup>
1	2,0	2,5	3,7	17,8	6,5
4	3,4	1,6	0,8	15,5	26,6
7	2,1	3,0	1,7	19,1	15,0
8	1,9	3,1	1,5	22,5	18,8
9	1,1	3,9	2,1	18,1	12,5
12	2,5	2,6	1,4	17,8	2,3
13	3,9	1,3	1,5	12,7	8,3
14	3,6	1,6	1,0	10,4	29,4
15	4,6	0,5	0,6	6,6	35,7
16	0,2	4,9	1,8	19,4	12,8
17	0,2	4,8	2,2	22,0	23,7
20	0,2	4,9	1,8	18,8	6,5
21	0,2	4,9	1,7	16,3	19,5
22	0,1	4,8	2,2	20,7	18,0
CV (%)	85	49	43	26	57

Os teores de N inorgânico (*t*N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> e *t*N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup>) dos solos cultivados com milho mostraram ampla variação, como evidenciada pelos valores de CV de 95 % para o *t*N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> e 75 % para *t*N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup> (Tabela 9). O solo 17 apresentou o teor mais elevado de *t*N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, com 154,19 mg kg<sup>-1</sup>, enquanto o solo 14, com o teor mais elevado de *t*N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup> (229,89 mg kg<sup>-1</sup>). Por outro lado, os menores teores foram observados nos solos 16 e 4, com 16,42 mg kg<sup>-1</sup> de *t*N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> e 16,82 mg kg<sup>-1</sup> de *t*N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, respectivamente. O incremento nos teores de N inorgânico ( $\Delta Ni$ ) decorrente da intensificação da mineralização das formas orgânicas durante o preparo dos solos para o experimento com milho (destorroamento, secagem, correção da acidez, adubação básica, reumedecimento) pode ter contribuído para maior disponibilidade do N e as elevadas produções no tratamento sem adubação nitrogenada. Neste contexto, a *mMS\_PAM* apresentou correlação de 0,515 com o *t*N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, embora não significativa.

Tabela 9. Teores de N inorgânico ( $tN-NH_4^+$  e  $tN-NO_3^-$ ) das amostras de solos utilizadas para o cultivo do milho por 45 dias

Solo	$tN-NH_4^+$	$tN-NO_3^-$
	-----mg kg <sup>-1</sup> -----	
1	19,4	85,67
4	26,84	16,82
7	28,66	56,59
8	30,85	47,25
9	42,5	30,44
12	22,15	152,62
13	23,94	53,32
14	29,07	222,89
15	24,47	199,25
16	16,42	52,71
17	154,19	146,58
20	39,01	30,43
21	24,7	82,42
22	37,95	49,97
CV (%)	93	75

#### 4.3. Nitrogênio potencialmente mineralizável pela incubação aeróbica

A variabilidade do N mineralizado diminuiu com o tempo de incubação, como evidenciam os CV para  $tNm$  aos 7, 14 e 195 dias ( $tNmac$ ) dias. A equação cinética de primeira ordem foi adequada para caracteriza a variação do teor de N mineralizado acumulado ( $tNmac$ ) de acordo com o tempo de incubação aeróbica, como evidenciam os valores de  $R^2$  (Tabela 10).

Para os solos 4 e 14 o nitrogênio potencialmente mineralizável, que o coeficiente  $N_0$ , foi 42 e 34 % maior que o  $tNmac$  determinado experimentalmente. Para os demais solos esta diferença foi, em média de apenas 10 %. A variabilidade para as estimativas do N potencialmente mineralizável ( $N_0$ ) foi maior do que as os teores efetivamente medidos ( $tNmac$ ), como evidenciam os coeficientes de variações (Tabela 10). A constante de mineralização (coeficiente  $k$ ) foi ainda mais variável entre os solos (CV de 43 %) e a meia vida ( $t_{1/2}$ ), que é estimada a partir de  $k$  ( $\ln 2/k$ ) apresentou variabilidade próxima (38 %).

A mineralização de N no solo é complexa devido a interação vários fatores intrínsecos ao solo, como os teores e a labilidade da matéria orgânica e textura e a fatores ambientais, que determinam, sobretudo a temperatura e o regime hídrico do solo. Estudos de mineralização em laboratório são relevantes para se avaliar os efeitos de fatores intrínsecos ao solo. No entanto, com a incubação aeróbica, por exemplo, a mineralização é estimulada pela aeração promovida durante o preparo e manuseio das amostras de solo, o que estimula a atividade microbiana (Stanford & Smith, 1972; Camargo et al., 1997). Neste método a temperatura deve ser padronizada e a umidade deve ser adequada às características de cada solo, por influenciar as estimativas dos coeficientes da cinética: o N potencialmente mineralizável ( $N_0$ ) e a constante de mineralização ( $k$ ) (Wang et al., 2003). Além disso, a lixiviação de formas orgânicas de solúveis durante às percolações sucessivas de soluções, pode subestimar a mineralização (Smith et al., 1980; Mulvaney et al., 2016; Dessureault-Rompré et al., 2018). No entanto, é uma técnica relevante para estudos de caráter comparativo entre solos e quando se busca estabelecer relações com características ou propriedades.

Os solos 15 e 22, com 10 e 77 % de argila e cerca de 7 e 21 g kg<sup>-1</sup> de C, respectivamente, foram aqueles que alcançaram maiores teores de N mineralizado, seja nos primeiros dias de incubação ( $tNm_{7d}$  e  $tNm_{14d}$ ), assim como os acumulados até os 195 d ( $tNm_{ac}$ ) (Tabela 10). Apesar dos baixos teores de matéria orgânica tais resultados para o solo 15 se justificam, considerando que 22 % do C orgânico total está na matéria orgânica particulada ( $tC_{MOP}$ ), de maior labilidade e 78 % está associado à fração mineral ( $tC_{MOAN}$ ), menos lábil. No entanto, para o solo 22 os resultados surpreendem, considerando que, apesar do maior teor de matéria orgânica (21 g kg<sup>-1</sup> de C), 92 % dele está associado à fração mineral, ou seja, mais estabilizada. O N mineralizado no estágio inicial da incubação aeróbica, pode ser atribuído, em parte, a contribuição de frações de maior labilidade da matéria orgânica e a reciclagem da própria biomassa microbiana (Mengel, 1996). Em termos médios, o N mineralizado até o sétimo e décimo quarto dia de incubação corresponderam a apenas de 3 a 15 % do nitrogênio potencialmente mineralizável ( $N_0$ ). O CV de 47 % para os teores mineralizados até o sétimo dia indicam considerável variação entre os solos, quanto à labilidade das frações da matéria orgânica. Apesar disso, o  $tNm_{7d}$  e  $tNm_{14d}$  não correlacionaram com os  $tC_{MOP}$ , nem com os teores de N inorgânico e a produção de matéria seca do milho no tratamento sem adubação nitrogenada, que teriam relação com a capacidade dos solos suprirem N. Matematicamente as estimativas de  $k$  sofrem influência da magnitude do N potencialmente mineralizável ( $N_0$ ), o que justifica a forte correlação entre estes coeficientes ( $R: - 0,754$ ),

sugerindo uma “colinearidade” completa entre eles. O N mineralizado até o 14º dia ( $tNm_{14d}$ ) correlacionou-se com  $k$  ( $R: 0,674 p < 0,01$ ) e com a meia vida ( $t_{1/2}$ ) ( $R: - 0,764p < 0,01$ ) (Figura 6), apesar de não correlacionarem com o  $N_0$ . Outra constatação relevante é a correlação entre  $k$  e o  $tC_{MOP}$  ( $R: 0,767 p < 0,01$ ) e não correlação com o  $tC_{MOAM}$  ( $R: - 0,037$ ). Estas evidências sugerem que a constante de mineralização ( $k$ ) é uma estatística adequada para caracterizar a labilidade das frações orgânicas do N.

Tabela 10. Teores de nitrogênio mineralizado acumulado ( $tNm$ ) aos 7, 14 e 195 ( $tNmac$ ) d de incubação aeróbica dos 14 solos e os coeficientes das equações cinética de primeira ordem: nitrogênio potencialmente mineralizável ( $N_0$ ), constante de mineralização ( $k$ ) e meia vida ( $t_{1/2}$ ), ajustadas para os dados e a estimativa do teor de nitrogênio mineralizado até a meia vida ( $tNm_{t_{1/2}}$ )

Solo	$tNm_{7d}$	$tNm_{14d}$	$tNmac$	$N_0$	$k$	$t_{1/2}$	$tNm_{t_{1/2}}$	$R^2$
			-----mg kg <sup>-1</sup> -----		d <sup>-1</sup>	d	mg kg <sup>-1</sup>	
1	84,62	216,36	557,40d	559,56	0,0285	24	276,14	0,962
4	31,51	120,48	728,72b	1032,84	0,0062	110	360,28	0,987
7	35,22	162,21	553,42d	585,46	0,0149	46	274,56	0,957
8	81,26	200,96	672,59c	695,98	0,0174	39	331,37	0,963
9	82,48	187,57	606,23c	632,05	0,0164	42	301,79	0,980
12	46,24	179,72	545,79d	578,72	0,0147	47	272,28	0,961
13	37,61	153,30	612,70	678,01	0,0120	57	303,53	0,982
14	45,57	131,55	691,30c	929,30	0,0070	99	345,60	0,989
15	118,18	206,97	794,65b	852,45	0,0138	50	396,07	0,970
16	45,11	152,61	695,88c	782,26	0,0113	61	346,60	0,980
17	39,14	126,19	698,57c	871,25	0,0083	83	347,80	0,990
20	55,89	203,23	766,45b	861,59	0,0113	61	381,75	0,981
21	60,51	151,16	789,41b	962,44	0,0088	78	392,03	0,995
22	122,56	214,88	926,13a	1069,67	0,0103	67	461,65	0,982
CV (%)	47	20	15	21	43	38	16	

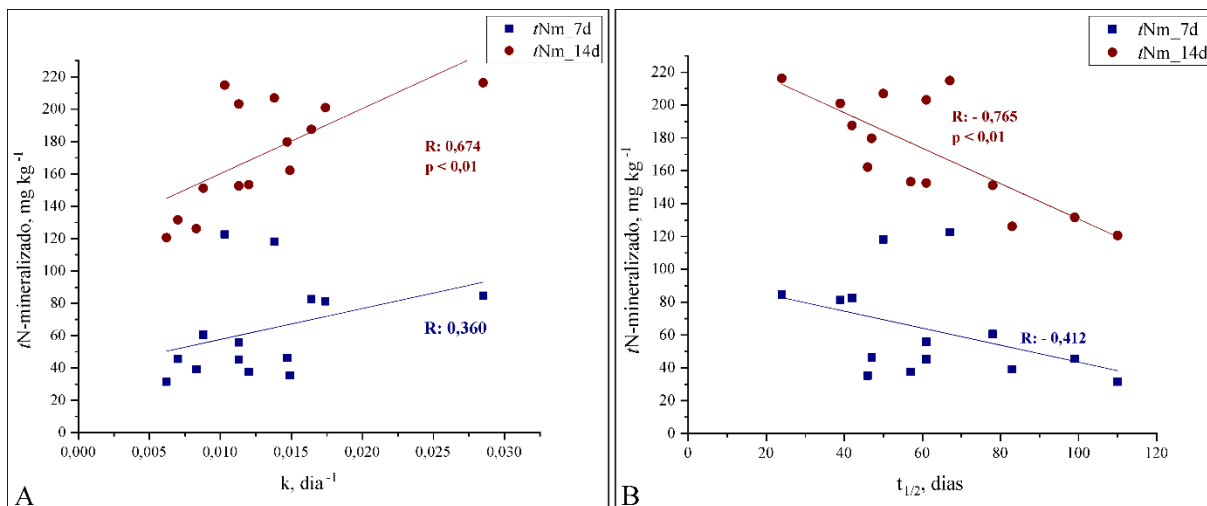


Figura 6. Correlação entre a constante de mineralização (k) (A) e a meia vida ( $t_{1/2}$ ) (B) estimados pelo modelo de cinética de primeira ordem com os teores de N mineralizado até sete e 14 d em incubação aeróbica.

#### 4.4. Frações orgânicas de nitrogênio

Apesar de ser um método agressivo a hidrólise ácida tem sido empregada para caracterização das frações das formas de N orgânico no solo com diferente labilidade. O N associado ao aminoácido e a aminoaçúcares, que compreendem respectivamente às frações N- $\alpha$ amin e N\_hexos têm maior labilidade. Os aminoácidos suprem diretamente a mineralização do N e os aminoaçúcares têm estreita relação com a atividade microbiana (Jones & Kielland, 2002), possibilitando maior disponibilidade de N para as plantas (Otto et al., 2013). A mineralização do N associado às proteínas (N-amid) depende do processo de aminação, que pode ser o mais limitante para a disponibilização de N para as plantas (Jones & Kielland, 2002). As frações N- $\alpha$ amin e N\_hexos foram as predominantes e com ampla variação nos solos deste estudo (Tabela 11), o que foi também constatado por Biondi (2006) para solo com diferentes condições de manejo. Em termos médios o tN\_hidr correspondeu a 22 % do tNt, mas para os solos 4 e 22 a fração hidrolisada correspondeu a cerca de 40 % do N total (Tabela 11).

Constatou-se ampla variabilidade para as três frações de N hidrolisado (N- $\alpha$ amin, N\_amid e N\_hexos). A maior ocorreu na fração tN\_amid (CV de 109 %) distinguindo-se oito grupos estatisticamente significativos. Na sequência com variabilidade intermediária foi a fração N- $\alpha$ amin (CV 72 %) diferenciando cinco grupos de solos e com a menor variabilidade (CV 41 %) a fração N\_hexos, na qual definiram-se quatro grupos. A maior proporção do N\_hidr ocorreu na fração N\_hexos (30 a 74 % do N\_hidr), seguida do N- $\alpha$ amin (5 a 61 %) e N\_amid

(1 a 28 %). Os  $tN_{\text{hidr\_ñident}}$  foram baixos (6 a 31 mg kg<sup>-1</sup>) correspondendo a apenas de 2 a 4 % do  $N_{\text{hidr}}$ .

O solo 1, com o maior  $tN_{\text{hidr}}$  apresentou os maiores teores nas frações  $N_{\alpha\text{-amin}}$ ,  $N_{\text{amid}}$  e  $N_{\text{hexos}}$ ; 308,06 mg kg<sup>-1</sup>, 152,47 e 349,41 mg kg<sup>-1</sup>, respectivamente. Foi também o solo com o maior teor de N não hidrolisado (2830,44 mg kg<sup>-1</sup>), que caracteriza formas mais estáveis ou sejam, recalcitrantes do N orgânico. Em contraste, para os solos 15 e 16 obtiveram-se os menores  $tN_{\text{hidr}}$ ; 203,70 e 144,62 mg kg<sup>-1</sup>, respectivamente, que corresponderam a apenas 10 % do  $tN_t$ . Estes solos também apresentaram baixos  $tN_{\alpha\text{-amin}}$  e  $tN_{\text{amid}}$ , correspondendo a apenas 10 % do N hidrolisado. Em contrapartida 51 e 70 % do N hidrolisado foi identificado como N-hexosaminas nos solos 15 e 16, respectivamente.

Tabela 11. Teores totais de N hidrolisado ( $tN_{\text{hidr}}$ ) por hidrólise ácida (HCl 6 mol L<sup>-1</sup>) e das frações orgânicas de N  $\alpha$ -amino ( $tN_{\alpha\text{-amin}}$ ), amida ( $tN_{\text{amid}}$ ), hexosamina ( $tN_{\text{hexos}}$ ), fração hidrolisada, mas não identificada ( $tN_{\text{hidr\_ñident}}$ ) e a fração não hidrolisada ( $tN_{\text{ñhidr}}$ ) e nos 14 solos. Números entre parênteses corresponde às proporções relativas (%)

Solo	$tN_{\text{hidr}}$	$tN_{\alpha\text{-amin}}$	$tN_{\text{amid}}$	$tN_{\text{hexos}}$	$tN_{\text{hidr\_ñident}}$	$tN_{\text{ñhidr}}$
-----mg kg <sup>-1</sup> -----						
1	906,61 (23) <sup>1</sup>	308,06 (34) <sup>2</sup>	152,47 (17) <sup>2</sup>	349,41 (39) <sup>2</sup>	31,03	2830,44
4	315,30 (43)	192,67 (61)	87,12 (28)	137,58 (44)	11,36	482,00
7	475,10 (29)	165,37 (35)	52,12 (11)	162,19 (34)	19,60	1283,54
8	341,89 (20)	128,44 (38)	30,34 (9)	149,89 (44)	11,28	1153,14
9	358,15 (19)	138,51 (39)	10,49 (3)	264,11 (74)	8,60	1708,19
12	305,85 (20)	136,86 (45)	43,56 (14)	219,55 (72)	6,65	1129,16
13	364,53 (17)	19,01 (5)	43,56 (12)	109,02 (30)	13,91	1183,46
14	248,76 (12)	79,22 (32)	3,88 (2)	101,96 (41)	8,07	760,84
15	203,70 (10)	22,24 (11)	1,94 (1)	104,87 (51)	6,23	450,07
16	144,62 (10)	16,54 (11)	14,9 (10)	100,80 (70)	6,04	1731,86
17	293,30 (21)	56,45 (19)	52,12 (18)	181,08 (62)	10,56	1934,25
20	315,14 (20)	85,87 (27)	10,49 (3)	141,8 (45)	9,71	1509,40
21	311,24(19)	79,24 (25)	14,9 (5)	203,61 (65)	8,67	1429,79
22	359,35 (42)	110,57 (31)	8,55 (2)	160,64 (45)	11,33	1906,19
CV (%)	50	72	109	41		

<sup>1</sup> Percentual do N total que foi hidrolisado

<sup>2</sup> Percentual do N hidrolisado ( $tN_{\text{hidr}}$ ), identificado nas respectivas frações.

Apesar do caráter agressivo da hidrólise ácida o processo mostrou-se sensível às variações da matéria orgânica. Os teores de N hidrolisado ( $tN_{\text{hidr}}$ ), por exemplo, correlacionaram melhor com os  $tC_{\text{MOP}}$  (R: 0,930 p < 0,01) do que com os  $tC_{\text{MOAM}}$  (R: -0,192), assim como correlacionou com de com constante k da cinética de mineralização (R:

0,792  $p < 0,01$ ). A maior correlação de  $k$  com os  $tN_{\text{hexos}}$  ( $R: 0,719 p < 0,01$ ), do que com os  $tN_{\text{-amid}}$  ( $R: 0,569 p < 0,03$ ) e  $tN_{\text{-amin}}$  ( $R: 0,625 p < 0,02$ ) reforçam a sensibilidade desta constante para diferenciar a labilidade das frações do N orgânico.

#### 4.5. Atividade enzimática e Índice de qualidade do solo (IQS)

Nas amostras iniciais dos solos a atividade da  $\beta$ -Glicosidase ( $a\beta\text{-Glic}$ ) foi, em média, (100,13  $\text{mg kg}^{-1} \text{h}^{-1}$  de PNP) maior do que a atividade da arissulfatase ( $a\text{Aris}$ ) (72,14  $\text{mg kg}^{-1} \text{h}^{-1}$  de PNP), mas ambas mostraram ampla variação entre os solos, com CV da ordem 70 % (Tabela 12). Solos com maior  $a\text{Aris}$  (1, 12, 17, 20 e 21) também apresentaram maiores  $a\beta\text{-Glic}$ . Da mesma forma, o solo 4 com a menor  $a\text{Aris}$  também mostrou a menor  $a\beta\text{-Glic}$  (Tabela 12).

Após cultivados com milho em apenas 45 d de crescimento, as atividades das enzimas nos solos também foram bastante variáveis, sobretudo a  $a\text{Aris}$  (CV de 92 %) (Tabela 7). De modo geral constataram-se menores  $a\text{Aris}$  e  $a\beta\text{-Glic}$  no solo após o cultivo do milho, exceto nos solos 1 e 16 onde a  $a\text{Aris}$  foi maior e nos solos 1, 4, 7 e 16 onde a  $a\beta\text{-Glic}$  foi maior.

A ampla variabilidade nas atividades da arissulfatase ( $a\text{Aris}$ ) e  $\beta$ -glicosidase ( $a\beta\text{Glic}$ ) evidenciada pelos coeficientes de variações, indicam a sensibilidade destas enzimas à diferentes manejos dos solos. Apesar da  $\beta$ -glicosidase relacionar-se ao metabolismo do C orgânico no solo, a  $a\beta\text{Glic}$  nas amostras iniciais do solo não se correlacionou com o teor de C total ( $t\text{Ct}$ ) ( $R: 0,359$ ), assim como o  $t\text{C}_{\text{MOP}}$  ( $R: -0,099$ ) e o  $t\text{C}_{\text{MOAM}}$  ( $R: 0,380$ ). Esta mesma tendência foi observada para as correlações com a  $a\text{Aris}$ , embora esta enzima atue no metabolismo de compostos sulfatados. Há indicações de que a  $a\text{Aris}$  aumenta com inclusão de gramíneas do gênero *Urochloa* nos sistemas de produções evidenciando sua importância para detectar alterações no funcionamento biológico do solo (Mendes et al, 2019). A capacidade do solo armazenar e estabilizar matéria orgânica e propriedades associadas, tais como a agregação e porosidade, por exemplo, influencia na capacidade do solo proteger e estabilizar enzimas (Bandick & Dick, 1999; Dick & Burns, 2011).

Tabela 12. Atividades das enzimas Arilsulfatase (*aAris*) e  $\beta$ -Glicosidase (*a $\beta$ Glic*) estimadas por meio da produção de p-nitrofenol (PNP), em amostras iniciais dos 14 solos e em amostras coletadas após o cultivo com milho por 45 d, nos tratamentos sem adubação nitrogenada, com respectivos coeficientes de variações entre os solos

Solo	<i>aAris</i>		<i>a<math>\beta</math>Glic</i>	
	Inicial <sup>2</sup>	Após cultivo <sup>3</sup>	Inicial <sup>2</sup>	Após cultivo <sup>3</sup>
	mg kg <sup>-1</sup> h <sup>-1</sup> de PNP <sup>1</sup>			
1	118,73	183,65	84,72	132,22
4	9,74	8,69	19,32	21,27
7	29,11	20,61	66,15	71,22
8	57,94	30,32	106,50	76,76
9	76,28	57,85	58,00	56,78
12	44,95	22,98	87,64	82,24
13	177,33	47,91	116,38	59,52
14	11,33	7,44	37,11	35,01
15	20,83	9,91	37,98	33,27
16	32,69	58,10	34,71	111,54
17	134,62	53,30	245,44	113,72
20	106,64	59,17	175,62	111,53
21	120,24	53,66	249,62	117,24
22	69,59	51,18	82,59	80,63
CV (%)	72	92	74	44

<sup>1</sup> p-nitrofenol produzido após reação das amostras de solo com soluções p-nitrofenol sulfato e p-nitrofenil- $\beta$ -D-glicopiranosídeo para as *aAris* e *a $\beta$ Glic*, respectivamente; <sup>2</sup> amostras de solo coletadas na profundidade de 0 a 10 cm; <sup>3</sup> amostras de solos utilizadas no cultivo do milho, coletadas na profundidade de 0 a 20 cm.

As menores *aAris* e *a $\beta$ Glic* nas amostras coletadas após o cultivo com milho por 45 d, podem ser atribuídas, em parte, ao efeito de diluição, considerando que para o experimento com milho utilizaram-se amostras dos solos coletadas na camada de 0 a 20 cm, enquanto as amostras iniciais foram coletadas nos primeiros 10 cm, de acordo com os preceitos da BioAs (Mendes et al., 2020). Consistentemente a *aAris* foi substancialmente menor para a maioria dos solos após o cultivo (Figura 7), enquanto isso *a $\beta$ Glic* foi menor apenas em seis dos solos. Os solos 1 e 16, após o cultivo foram os únicos que apresentaram maiores atividades das duas enzimas. O solo um tem a particularidade de ter sido manejado com frequente adubação com resíduos de bovinocultura de leite. No entanto, para solo 16 não há uma razão aparente para justificar as maiores atividades após o cultivo. Este solo proveio de um sistema de rotação soja, milho, sorgo e braquiária, e foi um dos solos com menor atividade das duas enzimas. Além disso a maior variabilidade da *aAris* evidencia a importância desta enzima para detectar alterações nas funções biológicas do solo.

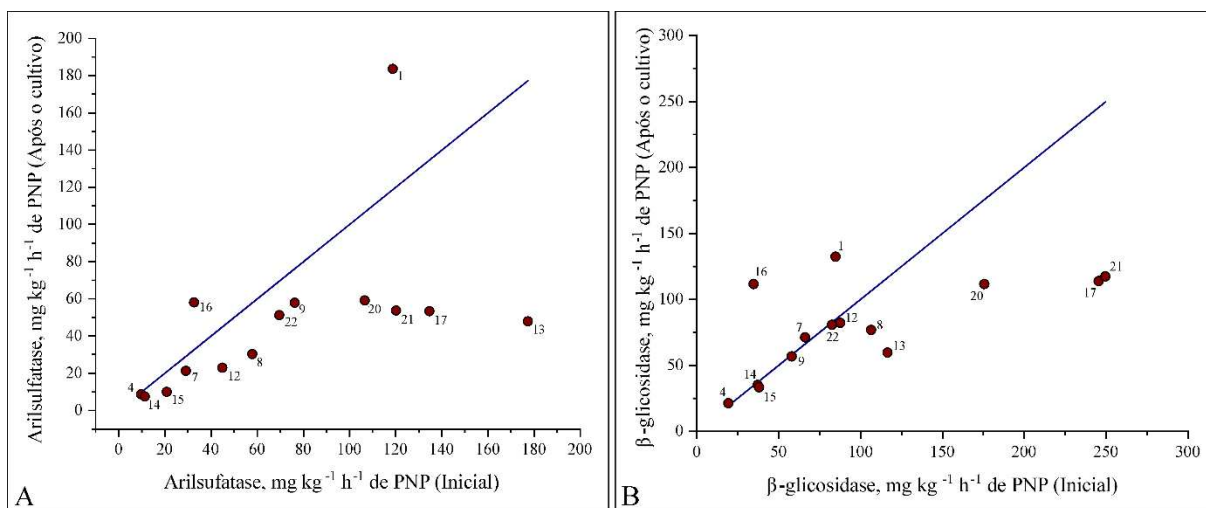


Figura 7. Relação entre as atividades de arilsulfatase ( $aAris$ ) e  $\beta$ Glicosidase ( $a\beta Glic$ ) em amostras dos solos iniciais e coletadas após o cultivo de milho por 45 dias. A linha define a equivalência entre as atividades.

De acordo com o método BioAs, os  $iQS$  são empregados para distinguir a qualidade dos solos quanto às funções de ciclagem, armazenamento e suprimento de nutrientes. As atividades enzimáticas são indicadoras da função ciclagem portanto seus índices tiveram a mesma variabilidade do que o  $iQSbio$ . Os índices das funções armazenamento e suprimento foram menos variáveis, CV na ordem de 20 %. Prevaecem solos com score alto e muito alto para a função suprimento.

O índice de qualidade biológica dos solos ( $iQSbio$ ), que pondera a  $aAris$ , e  $a\beta$ -Glic foi, em média (0,68), próximo ao valor médio de 0,71 do  $iQSqui$ , reiterando que este pondera propriedade químicas (Matéria orgânica, pH, acidez trocável e potencial, teores de Ca, Mg, K trocáveis e fósforo disponível). No entanto, o  $iQSbio$  foi mais variável (CV de 37%) do que o  $iQSqui$  (CV de 15 %). O  $iQSferbio$ , que pondera esses dois índices de qualidade, apresentou menor variabilidade também, com CV de 18 %, próximo ao do  $iQSqui$ .

Tabela 13. Índices de qualidade química (*iQSqui*) biológica (*iQSbio*) e Fertbio (*iQSFertbio*) e das funções (armazenamento e suprimento de nutrientes) para os 14 solos, de acordo com amostras coletadas na camada de 0 a 10 cm, segundo a tecnologia Bioanálise (BioAS) para expressar a qualidade/saúde<sup>2</sup> do solo (Embrapa. 2020)

Solo	Índices de qualidade <sup>2</sup>			Funções do solo		
	<i>iQSbio</i>	<i>iQSqui</i>	<i>iQSFertbio</i>	Ciclagem	Armazenamento	Suprimento
1	0,83	0,91	0,89	0,83	1,00	0,83
4	0,3	0,68	0,55	0,30	0,75	0,60
7	0,45	0,79	0,67	0,45	0,79	0,78
8	0,62	0,76	0,71	0,62	0,66	0,85
9	0,49	0,68	0,61	0,49	0,69	0,67
12	0,61	0,78	0,72	0,61	0,71	0,85
13	0,98	0,8	0,86	0,98	0,93	0,67
14	0,37	0,64	0,55	0,37	0,57	0,7
15	0,66	0,68	0,67	0,66	0,56	0,8
16	0,34	0,73	0,6	0,34	0,62	0,85
17	0,92	0,72	0,79	0,92	0,6	0,84
20	0,83	0,65	0,71	0,83	0,46	0,84
21	0,9	0,74	0,79	0,90	0,62	0,85
22	0,5	0,42	0,44	0,50	0,52	0,31
CV	37	15	18	37	22	20
<sup>1</sup> Legenda qualidade do solo	muito alto 0,81 a 1	alto 0,61 a 0,80	médio 0,41 a 0,60	baixo 0,21 a 0,40	muito baixo 0 a 0,20	

<sup>2</sup> Índices de qualidade, são scores ponderados, normatizados entre 0,00 e 1;

As amostras dos solos utilizados no cultivo do milho, sem adubação nitrogenada, coletadas nas camadas de 0 a 20 cm, mostraram maior sensibilidade na função ciclagem e no *iQSbio*, evidenciada pelo CV de 32 % (Tabela 14). A relação entre solos cultivados e a função ciclagem é determinante para a sustentabilidade agrícola e a saúde do ecossistema do solo. As práticas de manejo do solo, como o uso de fertilizantes, rotação de culturas e adição de matéria orgânica, influenciam diretamente na atividade biológica e na disponibilidade de nutrientes no solo. Enzimas, como a arilsulfatase e a  $\beta$ -glicosidase desempenham papéis fundamentais na decomposição da matéria orgânica e na ciclagem de nutrientes, refletindo na fertilidade e na saúde do solo (Mendes et al., 2021).

Tabela 14. Índices de qualidade química (*iQSqui*) biológica (*iQSbio*) e Fertbio (*iQSFertbio*) e das funções (armazenamento e suprimento de nutrientes) para os 14 solos, de acordo com amostras coletadas nas camadas de 0 a 20 cm, para expressar a qualidade/saúde<sup>2</sup> do solo (Embrapa. 2020)

Solo	Índices de qualidade <sup>2</sup>			Funções do solo		
	<i>iQSbio</i>	<i>iQSqui</i>	<i>iQSFertbio</i>	Ciclagem	Armazenamento	Suprimento
1	0,95	0,91	0,92	0,95	1	0,83
4	0,3	0,68	0,55	0,3	0,75	0,6
7	0,44	0,79	0,67	0,44	0,79	0,78
8	0,45	0,76	0,66	0,45	0,66	0,85
9	0,44	0,68	0,6	0,44	0,69	0,67
12	0,5	0,78	0,69	0,5	0,71	0,85
13	0,78	0,81	0,8	0,78	0,96	0,66
14	0,34	0,64	0,54	0,34	0,57	0,7
15	0,5	0,68	0,62	0,5	0,56	0,8
16	0,5	0,73	0,69	0,59	0,62	0,84
17	0,5	0,72	0,67	0,57	0,6	0,84
20	0,5	0,65	0,63	0,59	0,59	0,84
21	0,5	0,74	0,69	0,59	0,62	0,85
22	0,5	0,42	0,42	0,42	0,42	0,42
CV	32	16	18	32	23	17
<sup>1</sup> Legenda qualidade do solo	muito alto 0,81 a 1	alto 0,61 a 0,80	médio 0,41 a 0,60	baixo 0,21 a 0,40	muito baixo 0 a 0,20	

<sup>2</sup> Índices de qualidade, são scores ponderados, normalizados entre 0,00 e 1;

Os solos utilizados no cultivo do milho, sem adubação nitrogenada, foram agrupados de acordo com a responsividade a adubação nitrogenada, com base no índice de resposta ao N, em termos de produção de matéria seca (*ranMS\_PAM*) (Tabela 15). Esses solos foram coletados nas camadas de 0 a 20 cm, destacando o efeito de diluição da atividade das enzimas arilsulfatase e  $\beta$ -glicosidase. Porém, esses solos demonstram as condições reais de cultivo. Os índices das funções armazenamento e suprimento não variaram de acordo com a classe de responsividade dos solos a N (Tabela 15), que é esperado, considerando que eles têm relação com os índices de qualidade química (*iQSqui*) e Fertbio (*iQSFertbio*), os quais refletem a melhoria da fertilidade dos solos devido às práticas de correção, adubação e manejo de resíduos. Por outro lado, o índice da função ciclagem, que corresponde ao índice de qualidade biológica, mostrou-se mais sensível, o que se constata pelo maior CV e alguma relação com a responsividade dos solos a N (Lopes et al., 2013; Mendes et al., 2019b). Em termos médios, os solos mais responsivos tenderam a apresentar menor índice para a função ciclagem (Tabela 15),

destacando-se o solo quatro com o menor índice. Consolidada-se este argumento, considerando que índices da função ciclagem mais próximos de um, ocorreram em solos de moderada (13 e 21) a baixa (17) responsividade.

Tabela 15. Índices de qualidade e das funções dos solos cultivados com milho sem adubação nitrogenada, agrupados de acordo com a responsividade a adubação nitrogenada, com base no índice de resposta a N, em termos de produção de matéria seca (*ranMS\_PAM*).

Solo	Índices de qualidade <sup>2</sup>			Funções do solo		
	<i>i</i> QSbio	<i>i</i> QSqui	<i>i</i> QSfertbio	Ciclagem	Armazenamento	Suprimento
Responsividade elevada ( <i>ranMS_PAM</i> ≥ 100)						
4	0,3	0,68	0,55	0,3	0,75	0,60
8	0,45	0,76	0,66	0,45	0,66	0,85
15	0,50	0,68	0,62	0,50	0,56	0,80
$\bar{x} \pm s(x)^1$	0,42 ± 0,10	0,71 ± 0,05	0,61 ± 0,06	0,42 ± 0,10	0,66 ± 0,10	0,75 ± 0,13
Responsividade moderada ( $42 \leq \textit{ranMS\_PAM} \leq 99$ )						
7	0,44	0,79	0,67	0,44	0,79	0,78
12	0,5	0,78	0,69	0,50	0,71	0,85
13	0,78	0,81	0,80	0,78	0,96	0,66
16	0,59	0,73	0,69	0,59	0,62	0,85
20	0,59	0,65	0,63	0,59	0,46	0,84
21	0,59	0,74	0,69	0,59	0,62	0,85
22	0,45	0,42	0,43	0,45	0,52	0,31
$\bar{x} \pm (sx)$	0,56 ± 0,12	0,70 ± 0,14	0,66 ± 0,11	0,56 ± 0,12	0,67 ± 0,17	0,73 ± 0,20
Responsividade baixa ( <i>ranMS_PAM</i> < 16)						
1	0,95	0,91	0,92	0,95	1,0	0,83
9	0,44	0,68	0,60	0,44	0,69	0,67
14	0,34	0,64	0,54	0,34	0,57	0,70
17	0,57	0,72	0,67	0,57	0,60	0,84
$\bar{x} \pm (sx)$	0,58 ± 0,27	0,74 ± 0,12	0,68 ± 0,17	0,58 ± 0,27	0,72 ± 0,20	0,76 ± 0,09
CV (%)	32	16	18	32	23	20
<sup>1</sup> Legenda qualidade do solo	muito alto 0,81 a 1	Alto 0,61 a 0,80	médio 0,41 a 0,60	baixo 0,21 a 0,40	muito baixo 0 a 0,20	

#### 4.6. Illinois Soil Nitrogen Test

Os teores de N pelo ISNT (*t*N-ISNT) tanto nas amostras iniciais, como naquelas coletadas após o cultivo do milho mostraram ampla variação (CV: 55 e 42 %) (Tabela 16). De

acordo com as amostras iniciais foram diferenciados estatisticamente (teste Scott Knott,  $p < 0,05$ ) sete grupos de solo, enquanto nas amostras pós cultivo distinguiram-se oito grupos de solos. Nas duas situações apenas o solo 1 se destacou dos demais com os maiores  $tN$ -ISNT e solo 15 com os menores.

Para 10 solos ocorreu redução significativa ( $p < 0,05$ ) no  $tN$ -ISNT das amostras de após o cultivo do milho. No entanto, para quatro solos (4, 13, 15, e 20) em que houve aumento destes teores as diferenças não foram significativas.

Tabela 16. Teores de nitrogênio obtidos pelo método Illinois Soil Test ( $tN$ -ISNT) (Khan et al., 2001) nas amostras iniciais dos 14 solos e naquelas coletadas após o cultivo de milho por um período de 4d, no tratamento sem adubação nitrogenada, com os respectivos coeficientes de variação (CV) entre os solos

Solo	Inicial <sup>3</sup>	Após o cultivo <sup>4</sup>
	mg kg <sup>-1</sup>	
1	321,04 a A	226,13 a B (-30) <sup>1</sup>
4	49,49 f A	51,59 d A (-4)
7	99,23 d A	119,43 e B (20)
8	101,29 d A	128,72 d B (27)
9	160,47 b A	136,22 c B (-15)
12	97,04 d A	82,37 f B (-15)
13	91,27 d A	90,29 f A (-1)
14	67,97 e A	54,62 g B (-20)
15	34,74 g A	38,87 h A (12)
16	153,46 b A	135,76 c B (-12)
17	156,47 b A	133,43 c B (-15)
20	138,66 c A	145,65 b A (5)
21	159,81 b A	130,24 d B (-19)
22	165,57 b A	134,06 c B (-19)
CV (%)	55	42

<sup>1</sup> Percentual de variação nos  $tN$ -ISNT em relação aos teores nas amostras iniciais dos solos; <sup>2</sup> Em cada coluna, médias seguidas de mesma letra minúscula não diferem pelo teste de Scott-Knott ( $p < 0,05$ ); <sup>3</sup> amostras de solo coletadas na profundidade de 0 a 10 cm; <sup>4</sup> amostras de solos utilizadas no cultivo do milho, coletadas na profundidade de 0 a 20 cm. Em cada linha médias seguidas de mesma letra maiúscula não diferem pelo teste de F ( $p < 0,05$ ).

Embora o  $tN$ -ISNT não tenha se correlacionado com o  $tCt$  (R: 0,475) ele correlacionou-se com o  $tC\_MOP$  (R: 0,720,  $p < 0,01$ ), o que sugere a sua sensibilidade a frações mais lábeis

da matéria orgânica do solo. Isto é reforçado pela maior correlação do  $tN$ -ISNT com a fração  $tN_{\text{hexos}}$  ( $R: 0,787, p < 0,01$ ) do que com as frações  $tN_{\text{amid}}$  ( $R: 0,527$ ) e  $tN_{\alpha\text{-amin}}$  ( $0,525$ ) o que também foi verificado em outros trabalhos (Mulvaney & Khan, 2001; Barker et al., 2006; Kwon et al., 2009; Spargo et al., 2009; Otto et al., 2013). Esses N-aminoaçúcares do solo têm origem nas paredes celulares bacterianas (Kwon et al., 2009), caracterizando formas de elevada labilidade. O que se confirma pela correlação significativa ( $R: 0,719 p < 0,01$ ) com a constante de mineralização verificada neste trabalho e já destacada anteriormente. No entanto,  $tN$ -ISNT não se correlacionou o  $iQSbio$  ( $R: 0,344$ ), que caracteriza o índice da função ciclagem no solo. (Khan et al., 2001; Otto et al., 2013) sugerem que o acúmulo de N-amino açúcar no solo pode reduzir a resposta do milho à adubação nitrogenada, portanto o  $tN$ -ISNT pode ser um bom indicador. No Brasil, Otto et al. (2013) consideraram o ISNT como um índice promissor para estimar respostas potenciais à adubação nitrogenada em solos de cultivo de cana-de-açúcar.

O índice de resposta a adubação nitrogenada com base na produção de matéria seca ( $ranMS\_PAM$ ) ou conteúdo de N na parte aérea do milho ( $ranN\_PAM$ ) apresentou, em termos gerais, correlação com  $tN$ -ISNT de 0,568 e 0,552, respectivamente. Apesar da significância ( $p < 0,05$ ) estas correlações implicariam em um coeficiente de determinação ( $R^2$ ) da ordem de 0,320, que é baixo para uma relação causa efeito destas variáveis, com vistas à calibração. De acordo com Alvarez (1996) para estas circunstâncias o valor de  $R^2$  deve ser no mínimo de 0,700. No entanto, isolando-se os solos 9, 14, e 17 ( $ranMS\_PAM$  baixo) e o solo 12 ( $ranMS\_PAM$  moderado) alcançou-se um R de 0,921 ( $p < 0,01$ ) e uma relação funcional linear, com  $R^2$  de 0,848 (Figura 9). O comprometimento do ajuste matemático por estes solos pode ser atribuído à maior discrepância nos  $tN$ -ISNT. Os solos 9 e 14, com índice  $ranMS\_PAM$  da ordem de 23 % mostraram  $tN$ -ISNT bastante discrepantes: aproximadamente, 160 e 68  $mg\ kg^{-1}$ , respectivamente. A mesma tendência foi observada para os solos 12 (51 % de  $ranMS\_PAM$  e 97  $mg\ kg^{-1}$  de  $tN$ -ISNT) e 17 (39 % e 156  $mg\ kg^{-1}$ ).

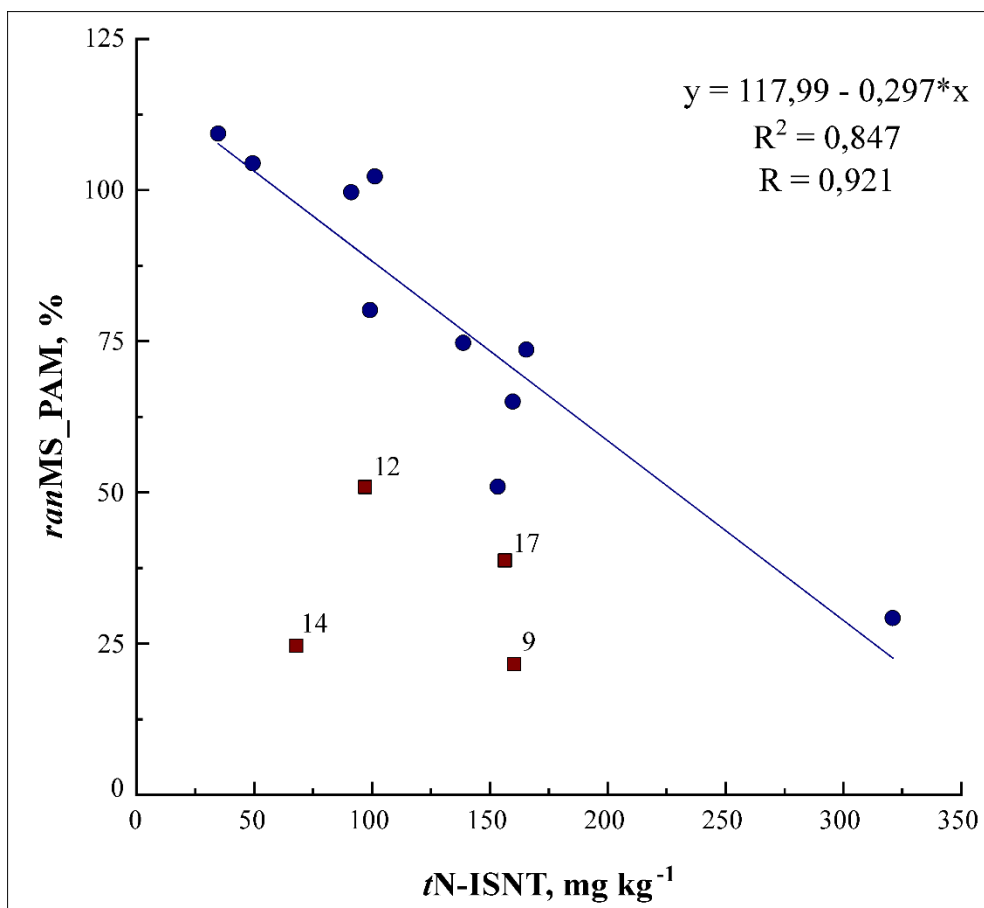


Figura 8. Relação entre os índices de responsividade a nitrogênio (*ranMS\_PAM*) e os teores de N pelo Illinois Soil Test (*tN-ISNT*). Solos destacado em vermelho não foram incluídos no ajuste da equação.

Esta equação possibilitou definir os limites dos *tN-ISNT* (mg kg<sup>-1</sup>) para as quatro classes de responsividade a nitrogênio em função do índice *ranMS\_PAM* (Tabela 17). Apesar disso, houve algumas incongruências na categorização dos solos de acordo com os dois critérios. O solo oito, por exemplo, qualificado como elevada responsividade apresentou *tN-ISNT* (101,29 mg kg<sup>-1</sup>) compatível à classe de média responsividade. O solo 22 com *tN-ISNT* de 165,57 mg kg<sup>-1</sup> o qualifica como de moderada responsividade, embora tenha sido categorizado como de média responsividade. Adicionalmente, o solo um com *tN-ISNT* de solo de baixa responsividade (321,04 mg kg<sup>-1</sup>) foi qualificado como de moderada responsividade. Estas poucas incongruências não comprometem a eficiência das classes de *tN-ISNT* para o diagnóstico dos solos.

Tabela 17. Teores de N pelo Illinois Soil Nitrogen Test (*t*N-ISNT) para as classes de diagnóstico da responsividade dos solos a N

Responsividade	<i>ranMS_PAM</i>		<i>t</i> N-ISNT – Antes do cultivo	
	Limites	Solo	Limites	Solo
	%		mg kg <sup>-1</sup>	
Elevada	> 100	4, 8, 15	< 60	4, 15
Média	100 - 42	7, 13, 20, 22, 12, 16, 21	60 - 162	7, 8, 9, 12, 13, 14, 16, 17, 20, 21,
Moderada	41 - 16	1, 9, 14, 17	256 - 161	22
Baixa	< 16		> 256	1

Solos identificados pela fonte em vermelho, foram os excluídos da regressão ajustada e apresentada na Figura 9.

Teor de N-ISNT acima 250 mg kg<sup>-1</sup> indicou solos baixa responsividade. Otto et. al. (2013) encontrou que este limite foi na faixa de 175 a 209 mg kg<sup>-1</sup> para solos com cultivo da cana de açúcar no Brasil e Khan et. al. (2001) e Spargo et. al. (2009) encontraram os limite 235 mg kg<sup>-1</sup> e 200 mg kg<sup>-1</sup>, respectivamente, para milho em solos dos Estados Unidos (Figura 10). Apesar das diferenças entre solos e manejo dos sistemas há uma relativa convergência destes limites. Nesta categoria incluiu-se apenas o solo um (321,04 mg kg<sup>-1</sup> de *t*N-ISNT), o que se justifica pelo longo histórico de adubação com dejetos de bovinos, favorecendo acúmulo de formas orgânicas de alta labilidade, o que se sustenta pelo maior constante de mineralização (k: 0,0285 d<sup>-1</sup>) e os maiores teores das frações de N orgânico hidrolisado (Mengel, 1996; Braos et al., 2022). Os 60 mg kg<sup>-1</sup> de *t*N-ISNT como limite para solos de elevada responsividade, são compatíveis com 57 mg kg<sup>-1</sup> encontrados por Otto et. al. (2013).

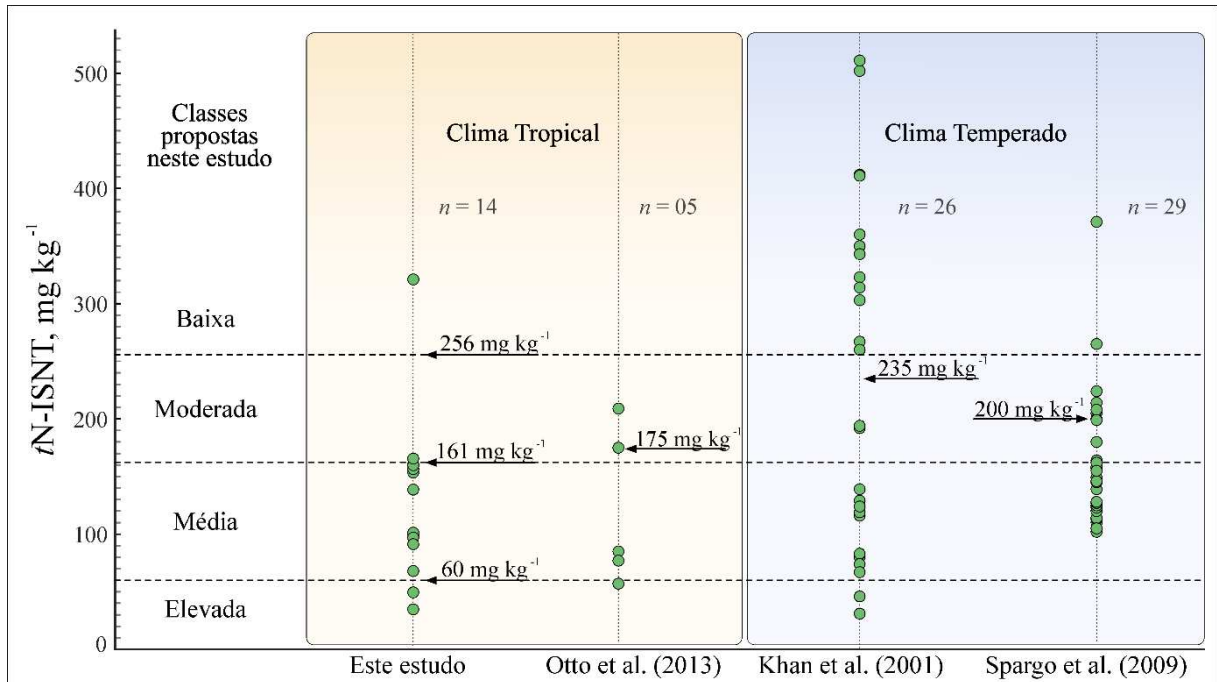


Figura 9. Comparação entre os limites críticos para o N-ISNT estabelecidos neste estudo e os trabalhos da literatura em virtude da classificação da resposta dos solos à adubação nitrogenada. Este estudo e o trabalho de Otto et al. (2013) foram conduzidos em clima tropical, enquanto os trabalhos de Khan et al. (2001) e Spargo et al. (2009) em clima temperado. Para o trabalho de Otto et al. (2013) foram considerados apenas os solos coletados nas profundidades de até 30 cm. *n*: número de solos analisados.

## 5. CONCLUSÕES

A partir dos solos com diferentes condições de manejo, utilizados neste estudo pode se concluir que:

- a variação na labilidade das formas orgânicas de N propiciaram variação na responsividade dos solos à adubação nitrogenada;
- os solos utilizados proporcionaram adequada variabilidade quanto à labilidade das formas orgânicas de nitrogênio e a responsividade a adubação nitrogenada;
- o teor de carbono da matéria orgânica particulada, a constante de mineralização da cinética de primeira ordem, os teores de aminoaçúcares e o índice de qualidade biológica da BioAs foram sensíveis para diagnosticar a labilidade das formas orgânicas do nitrogênio;
- o teor de nitrogênio avaliados pelo Illinois Soil Nitrogen Test mostrou-se sensível a variação na labilidade das formas orgânicas do nitrogênio e possibilitou definir limites para as classes de responsividade a adubação nitrogenada;
- teores de nitrogênio pelo Illinois Soil Nitrogen Test superiores a  $256 \text{ mg kg}^{-1}$  indicam solos de baixa responsividade; de 161 a  $256 \text{ mg kg}^{-1}$  solos de moderada responsividade; de 60 a  $162 \text{ mg kg}^{-1}$  de média responsividade e menores que  $60 \text{ mg kg}^{-1}$  indicam solos de elevada responsividade;
- o teor de nitrogênio pelo Illinois Soil Nitrogen Test acima do qual define a não responsividade a adubação nitrogenada foram comparáveis com aqueles relatados para diferentes solos, condições de manejo e de ambiente.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Alfaia, S. S. (2006). Caracterização e distribuição das formas do nitrogênio orgânico em três solos da Amazônia Central. *Acta Amazonica*, 36, 135–140. <https://doi.org/10.1590/s0044-59672006000200001>
- Alvarez, V. H. (1996). Correlações e calibração de métodos de análises de solo. In V. H. Alvarez, L. E. F. Fontes, & M. P. F. Fontes (Eds.), *O solo nos grandes domínios morfoclimáticos do Brasil e o desenvolvimento sustentado* (pp. 615-646). Sociedade Brasileira de Ciência do Solo.
- Alvarez, V. H.; Novais, R.F. ; Barros, N.F.; Cantarutti, R.B. e Lopes, A.S. Interpretação dos resultados das análises de solo. In Ribeiro, A.C.; Guimarães, P.T.G. e Alvarez, V. (ed.). *Recomendações para o uso de corretivos e fertilizantes em Minas Gerais – 5ª Aproximação. Comissão de Fertilidade do Solo do estado de Minas Gerias. Viçosa, MG. 1999. Pp. 25-32.*
- Bandick, A. K., & Dick, R. P. (1999). Field management effects on soil enzyme activities. *Soil Biology and Biochemistry*, 31, 1471–1479. [https://doi.org/10.1016/S0038-0717\(99\)00051-6](https://doi.org/10.1016/S0038-0717(99)00051-6)
- Barker, D. W., Sawyer, J. E., Al-Kaisi, M. M., & Lundvall, J. P. (2006). Assessment of the amino sugar-nitrogen test on Iowa soils: II. Field correlation and calibration. *Agronomy Journal*, 98, 1352–1358. <https://doi.org/10.2134/agronj2006.0034>
- Bettiol, A. C. T., Braos, L. B., Lopes, I. G., Andriolli, I., Ferreira, M. E., & da Cruz, M. C. P. (2022). Evaluation of potentially available nitrogen by biological and chemical methods in soil cultivated with maize in succession to cover crops. *Journal of Plant Nutrition*, 45, 1919–1932. <https://doi.org/10.1080/01904167.2022.2044488>
- Biondi, C. M. (2006). Frações orgânicas de nitrogênio em solos com diferentes usos agrícolas e sua disponibilidade para plantas. *Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Viçosa.*
- Braos, B. B., Ferreira, M. E., da Cruz, M. C. P., Braos, L. B., & Barbosa, J. C. (2016). Mild and moderate extraction methods to assess potentially available soil organic nitrogen. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, 40, e0151059. <https://doi.org/10.1590/18069657rbc20151059>
- Braos, L. B., Carlos, R. S., Kuhnen, F., Ferreira, M. E., Mulvaney, R. L., Khan, S. A., & Cristina, M. (2022). Predicting Soil Nitrogen Availability for Maize Production in Brazil. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, 45, 555–568.

Bremner, J. M. (1996). Nitrogen Total. In *Methods of Soil Analysis. Part 3. Chemical Method*. <https://doi.org/10.2136/sssabookser5.3.c37>

Bremner, J. M. (1965). Total Nitrogen. In A. G. Norman (Ed.), *Methods of Soil Analysis: Part 2 Chemical and Microbiological Properties (Sec. 9.2, pp. 1149-1178)*. Wisconsin: American Society of Agronomy.

Camargo, F. A. O., Gianello, C., & Vidor, C. (1997). Potencial de mineralização do nitrogênio em solos do Rio Grande do Sul. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, 21, 575–579. <https://doi.org/10.1590/S0100-06831997000400007>

Cambardella, C. A., & Elliott, E. T. (1992). Particulate Soil Organic-Matter Changes across a Grassland Cultivation Sequence. *Soil Science Society of America Journal*, 56, 777–783. <https://doi.org/10.2136/sssaj1992.03615995005600030017x>

Cantarella, H., & Trivelin, P. C. O. (2001). Determinação de nitrogênio inorgânico em solo pelo método da destilação a vapor. In *Análise química para avaliação da fertilidade de solos tropicais*. Campinas: Instituto Agronômico.

Cantarutti, R. B., Barros, N. F., Martinez, H. E. P., & Novais, R. F. (2007). Avaliação da fertilidade do solo e recomendação de fertilizantes. In R. F. Novais, V. H. Alvarez, N. F. Barros, R. B. Cantarutti, & J. C. L. Neves (Eds.), *Fertilidade do solo* (pp. 769-872). Viçosa: SBCS.

Chen, B., Liu, E., Tian, Q., Yan, C., & Zhang, Y. (2014). Soil nitrogen dynamics and crop residues. A review. *Agronomy for Sustainable Development*, 34, 429–442. <https://doi.org/10.1007/s13593-014-0207-8>

Defelipo, B. V., & Ribeiro, A. C. (1997). *Análise química do solo: metodologia*. Boletim técnico da Universidade Federal de Viçosa.

Dessureault-Rompré, J., Burton, D. L., & Zebarth, B. J. (2018). Soluble organic nitrogen in potentially mineralizable N assays: are we missing an important component? *Canadian Journal of Soil Science*, 98, 570–573. <https://doi.org/10.1139/cjss-2017-0151>.

Dick, R. P., & Burns, R. G. (2011). A brief history of soil enzymology research. In *Methods of Soil Enzymology* (pp. 1–34). <https://doi.org/10.2136/sssabookser9.c1>

Duxbury, J. M., Smith, M. S., & Doran, J. M. (1989). Soil Organic Matter as a Source and a Sink of Plant Nutrients. In D. C. Coleman, J. M. Oades, & G. Uehara (Eds.), *Dynamics of Soil Organic Matter in Tropical Ecosystems* (Vol. 2, pp. 33-67). Honolulu: University of Hawai.

Elzhov TV, Mullen KM, Spiess A, Bolker B (2023). `_minpack.lm`: R Interface to the Levenberg-Marquardt Nonlinear Least-Squares Algorithm Found in MINPACK, Plus Support for Bounds. R package version 1.2-4, <<https://CRAN.R-project.org/package=minpack.lm>>.

Embrapa. (2020). Tecnologia de bioanálise de solo Embrapa como a mais nova aliada para a sustentabilidade agrícola.

Gianello, C., & Bremner, J. M. (1986). A simple chemical method of assessing potentially available organic nitrogen in soil. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 17, 195–214. <https://doi.org/10.1080/00103628609367708>

Gianello, C., Camargo, F. A. O., Reichmann, E., & Tedesco, M. J. (2000). Avaliação da disponibilidade do nitrogênio do solo estimada por métodos químicos. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, 24, 93–101. <https://doi.org/10.1590/s0100-06832000000100012>

González-Prieto, S. J., Jocteur-Monrozier, L., Hétiér, J. M., & Carballas, T. (1997). Changes in the soil organic N fractions of a tropical Alfisol fertilized with 15N-urea and cropped to maize or pasture. *Plant and Soil*, 195, 151–160. <https://doi.org/10.1023/A:1004248803297>

Hattori, A. (1982). The Nitrogen Cycle in the Sea with Special Reference to Biogeochemical Processes. *Journal of the Oceanographical Society of Japan*, 38(4), 245-265.

IBGE. Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. Diretoria de Geociências. (2006). Sistematização das informações sobre recursos naturais: Mapa de solos do Brasil. Escala 1:5.000.000. Disponível em: <https://www.ibge.gov.br/geociencias/informacoes-ambientais/pedologia/15829-solos.html>. Acesso em: 15 mar. 2023.

Jones, D. L., & Kielland, K. (2002). Soil amino acid turnover dominates the nitrogen flux in permafrost-dominated taiga forest soils. *Soil Biology and Biochemistry*, 34, 209–219. [https://doi.org/10.1016/S0038-0717\(01\)00175-4](https://doi.org/10.1016/S0038-0717(01)00175-4)

Kai, H., Ahmad, Z., & Harada, T. (1973). Factors affecting immobilization and release of nitrogen in soil and chemical characteristics of the nitrogen newly immobilized III.

Transformation of the nitrogen immobilized in soil and its chemical characteristics. *Soil Science and Plant Nutrition*, 19, 275–286. <https://doi.org/10.1080/00380768.1973.10432597>.

Karlen, D. L., & Stott, D. E. (1994). A framework for evaluating physical and chemical indicators of soil quality. In *Defining soil quality for a sustainable environment* (pp. 53–72). Proceedings of a symposium, Minneapolis, MN. <https://doi.org/10.2136/sssaspecpub35.c4>

Khan, S. A., Mulvaney, R. L., & Hoefl, R. G. (2001). A simple soil test for detecting sites that are nonresponsive to nitrogen fertilization. *Soil Science Society of America Journal*, 65, 1751–1760. <https://doi.org/10.2136/sssaj2001.1751>

Klapwyk, J. H., & Ketterings, Q. M. (2006). Soil tests for predicting corn response to nitrogen fertilizer in New York. *Agronomy Journal*, 98, 675–681. <https://doi.org/10.2134/agronj2005.0241>

Kwon, H.-Y., Hudson, R. J. M., & Mulvaney, R. L. (2009). Characterization of the organic nitrogen fraction determined by the Illinois soil nitrogen test. *Soil Science Society of America Journal*, 73, 1033–1043. <https://doi.org/10.2136/sssaj2008.0233>

Laboski, C. A. M., Sawyer, J. E., Walters, D. T., Bundy, L. G., Hoefl, R. G., Randall, G. W., & Andraski, T. W. (2008). Evaluation of the Illinois soil nitrogen test in the North Central Region of the United States. *Agronomy Journal*, 100, 1070–1076. <https://doi.org/10.2134/agronj2007.0285>

Larson, W. E., & Pierce, F. J. (1991). Conservation and enhancement of soil quality. In *Evaluation for sustainable land management in the developing world* (Vol. 2).

Lopes, A. A. de C., Gomes de Sousa, D. M., Chaer, G. M., Bueno dos Reis Junior, F., Goedert, W. J., & de Carvalho Mendes, I. (2013). Interpretation of microbial soil indicators as a function of crop yield and organic carbon. *Soil Science Society of America Journal*, 77, 461–472. <https://doi.org/10.2136/sssaj2012.0191>

Malavolta, E. (1967). *Manual de química agrícola: adubos e adubação* (2a ed. rev. aum.). São Paulo-SP: Agronômica Ceres.

Mariano, E., Otto, R., Montezano, Z. F., Cantarella, H., & Trivelin, P. C. (2017). Soil nitrogen availability indices as predictors of sugarcane nitrogen requirements. *European Journal of*

Agronomy, 89, 25–37.

Marquardt, D. W. (1963). An algorithm for least-squares estimation of nonlinear parameters. *Journal of the Society for Industrial and Applied Mathematics*, 11, 431–441. <https://doi.org/10.1137/0111030>

Mendes, I. C., et al. (2020). Bioanálise De Solo: a mais nova aliada para a Sustentabilidade Agrícola. *Informações Agronômicas, (Npct)*, 1–11.

Mendes, I. C., et al. (2021). Soil quality and grain yield: A win–win combination in clayey tropical oxisols. *Geoderma*, 388. <https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2020.114880>

Mendes, I. C., et al. (2019a). BIOANÁLISE DE SOLO: ASPECTOS. *Tópicos em Ciência do Solo*, 1–64.

Mendes, I. C., et al. (2019b). Critical limits for microbial indicators in tropical Oxisols at post-harvest: The FERTBIO soil sample concept. *Applied Soil Ecology*, 139, 85–93. <https://doi.org/10.1016/j.apsoil.2019.02.025>

Mengel, K. (1996). Turnover of organic nitrogen in soils and its availability to crops. *Plant and Soil*, 181, 83–93. <https://doi.org/10.1007/BF00011295>

MMA. Ministério do Meio Ambiente. (2021). Base cartográfica digital georreferenciada dos grandes biomas do Brasil. Disponível em <http://mapas.mma.gov.br/i3geo/datadownload.htm>. Acesso em: 15 mar. 2023.

Mulvaney, R. L., & Khan, S. A. (2001). Diffusion methods to determine different forms of nitrogen in soil hydrolysates. *Soil Science Society of America Journal*, 65(5), 1284–1292. <https://doi.org/10.2136/sssaj2001.6541284x>

Mulvaney, R. L., Otto, R., Griesheim, K. L., Su, K., & Trivelin, P. C. O. (2016). Leaching methods can underestimate mineralization potential of soils. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 47(14), 1701–1708. <https://doi.org/10.1080/00103624.2016.1206561>

Novais, R. F. de, Neves, J. C. L., Barros, N. F. de, & others. (1991). Ensaio em ambiente controlado. *Métodos de Pesquisa em Fertilidade do Solo*. Brasília: Embrapa-SEA, 392.

Osterhaus, J. T., Bundy, L. G., & Andraski, T. W. (2008). Evaluation of the Illinois soil nitrogen

test for predicting corn nitrogen needs. *Soil Science Society of America Journal*, 72(1), 143–150. <https://doi.org/10.2136/sssaj2006.0208>

Otto, R., Mulvaney, R. L., Khan, S. A., & Trivelin, P. C. O. (2013). Quantifying soil nitrogen mineralization to improve fertilizer nitrogen management of sugarcane. *Biology and Fertility of Soils*, 49(8), 893–904. <https://doi.org/10.1007/s00374-013-0787-5>

R Core Team. (2023). R: A language and environment for statistical computing. R Foundation for Statistical Computing, Vienna, Austria. Disponível em: <https://www.R-project.org/>

Ruiz, H. A. (2005). Dispersão física do solo para análise granulométrica por agitação lenta. In Congresso Brasileiro de Ciência do Solo; 2005.

Schulten, H.-R., & Schnitzer, M. (1997). The chemistry of soil organic nitrogen: a review. *Biology and Fertility of Soils*, 26(1), 1–15. <https://doi.org/10.1007/s003740050335>

Smith, J. L., Schnabel, R. R., McNeal, B. L., & Campbel, G. S. (1980). Potential errors in the first-order model for estimating soil nitrogen mineralization potentials. *Soil Science Society of America Journal*, 44(5), 996–1000. <https://doi.org/10.2136/sssaj1984.03615995004800050048x>

Spargo, J. T., Alley, M. M., Thomason, W. E., & Nagle, S. M. (2009). Illinois soil nitrogen test for prediction of fertilizer nitrogen needs of corn in Virginia. *Soil Science Society of America Journal*, 73(2), 434–442. <https://doi.org/10.2136/sssaj2007.0437>

Stanford, G., & Smith, S. J. (1972). Nitrogen mineralization potentials of soils. *Soil Science Society of America Journal*, 36, NP-NP. <https://doi.org/10.2136/sssaj1972.03615995003600030049x>

Tedesco, M., Gianello, C., Bissiani, C. A., Bohnen, H., & Volkweiss, S. J. (1995). Análise de Solo, Plantas e outros Materiais (Bol. Técnico No. 5, Vol. 5, p. 174). Porto Alegre: Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

Wang, W. J., Smith, C. J., & Chen, D. (2003). Towards a standardised procedure for determining the potentially mineralisable nitrogen of soil. *Biology and Fertility of Soils*, 37(6), 362–374. <https://doi.org/10.1007/s00374-003-0604-7>

Williams, J. D., Crozier, C. R., White, J. G., Heiniger, R. W., Sripada, R. P., & Crouse, D. A. (2007). Illinois soil nitrogen test predicts southeastern U.S. corn economic optimum nitrogen rates. *Soil Science Society of America Journal*, 71(3), 735–744. <https://doi.org/10.2136/sssaj2006.0135>

Yonebayashi, K., & Hattori, T. (1980). Improvements in the method for fractional determination of soil organic nitrogen. *Soil Science and Plant Nutrition*, 26(4), 469–481. <https://doi.org/10.1080/00380768.1980>

Zou, C., Pearce, R. C., Grove, J. H., Li, Y., Hu, X., Chen, J., Li, J., & Jin, Y. (2018). Relationship of agronomic practices to soil nitrogen dynamics. In *Soil Productivity Enhancement*. IntechOpen.

## ANEXOS

**Anexo A.** Análise de Variância para a produção de massa seca da parte aérea de plantas de milho em função das doses 0, 50, 150 e 450 mg N dm<sup>-3</sup>.

Fontes de Variação	GL	Quadrado Médio	Fc	P > Fc
Bloco	2	2	0,052	0,949
Solo	13	5	20,231	0,000
Dose	3	4	158,575	0,000
Solo*Dose	39	6	2,770	0,000
Resíduo	110	3		
Total	167	1		

**Anexo B.** Análise de Variância para o N mineralizado acumulado no período de 133 dias em função da Incubação Aeróbica nos 14 solos.

Fontes de Variação	GL	Quadrado Médio	Fc	P > Fc
Solo	13	46689,9	83,49	0,000
Tempo	6	1489327	2663,34	0,000
Solo*Tempo	78	3758,8	6,72	0,000
Resíduo	196	559,2		
Total	293	33944,5		

**Anexo C.** Análise de Variância para os teores de N-ISNT antes e após o cultivo de milho nos 14 solos.

Fontes de Variação	GL	Quadrado Médio	Fc	P > Fc
Solo	13	20627,61	722,26	0,000
Época	1	3832	134,18	0,000
Solo*Época	13	1312,69	45,97	0,000
Resíduo	56	28,55		
Total	83	25800,85		