



UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA  
CENTRO DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA DO SOLO

**EWERTON GONÇALVES DE ABRANTES**

**DISPONIBILIDADE DE FÓSFORO EM SOLO ALCALINO  
CARBONÁTICO COM USO DE ENXOFRE ELEMENTAR**

AREIA  
2023

**EWERTON GONÇALVES DE ABRANTES**

**DISPONIBILIDADE DE FÓSFORO EM SOLO ALCALINO CALCÁRIO  
COM USO DE ENXOFRE ELEMENTAR**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência do Solo, como parte dos requisitos para obtenção do título de Doutor em Ciência do Solo.

**Orientador:** Prof. Dr. Alexandre Paiva da Silva

**Coorientador:** Prof. Dr. Raphael Moreira Beirigo

AREIA

2023

**Catálogo na publicação**  
**Seção de Catalogação e Classificação**

A161d Abrantes, Ewerton Gonçalves de.

Disponibilidade de fósforo em solo alcalino  
carbonático com uso de enxofre elementar / Ewerton  
Gonçalves de Abrantes. - Areia, 2023.

79 f. : il.

Orientação: Alexandre Paiva da Silva.

Coorientação: Raphael Moreira Beirigo.

Tese (Doutorado) - UFPB/CCA.

1. Ciência do Solo. 2. Solos de reação alcalina. 3.  
Fixação de P. 4. Fracionamento de P. 5. Extratores de  
P. I. Silva, Alexandre Paiva da. II. Beirigo, Raphael  
Moreira. III. Título.

UFPB/CCA-AREIA

CDU 631.4(043.2)

## EWERTON GONÇALVES DE ABRANTES

### DISPONIBILIDADE DE FÓSFORO EM SOLO ALCALINO CARBONÁTICO COM USO DE ENXOFRE ELEMENTAR

Aprovada em: 28/02/2019

#### BANCA EXAMINADORA

  
Prof. Dr. Alexandre Paiva da Silva  
PPGCS/CCA/UFPB – Orientador

  
Prof. Dr. Raphael Moreira Beirigo  
PPGCS/CCA/UFPB – Co-orientador

  
Prof. Dr. Josinaldo Lopes Araujo Rocha  
UACTA/CCTA/UFGG – Examinador

  
Dr. Rodrigo Santana Macedo  
INSA/MCTIC– Examinador

  
Prof. Dr. Márcio Rodrigues Lambais  
DSER/CCA/UFPB – Examinador

  
Prof. Dr. Walter Estrain Pereira  
DCFS/CCA/UFPB – Examinador

## AGRADECIMENTOS

À Universidade Federal Paraíba (UFPB), ao Departamento de Solos e Engenharia Rural (DSER) e ao Programa de Pós-Graduação em Ciência do Solo (PPGCS), pela oportunidade de realização do Curso;

À CAPES pelo financiamento e bolsa concedida;

Ao Programa de Pós-Graduação em Solos e Nutrição de Plantas (PPG SNP) da Universidade Federal de Viçosa (UFV) pela oportunidade de intercâmbio;

Aos Professores Alexandre Paiva da Silva e Raphael Moreira Beirigo pela atenção, respeito, confiança e orientação;

Aos Professores Josinaldo Lopes Araujo Rocha, Rodrigo Santana Macedo, Márcio Rodrigues Lambais e Walter Esfrain Pereira pelas valiosas contribuições;

Aos professores Victor Hugo Alvarez V. (*in memoriam*), Leonardo Vergultz e Jaime Wilson Vargas de Melo (UFV - Campus Viçosa), pela supervisão e ensinamentos.

A todos os professores e funcionários do Departamento de Solos e Engenharia Rural com os quais mantive contato, obtive conhecimentos e partilhei experiências durante a realização do Curso;

A empresa Ecofértil pela disponibilização de material de estudo;

Aos meus pais Francisco Abrantes Sarmento e Maria dos Remédios Gonçalves de Abrantes, e irmãos Paula Gonçalves de Abrantes e Franklin Gonçalves de Abrantes pelo incentivo e por sempre acreditarem e confiarem em mim;

Aos colegas Mateus Guimarães, João Batista, Diogo Freitas e Ernandes Fernandes e toda "equipe abacaxi", os quais nunca mediram esforços para ajudar na realização desse trabalho;

Aos amigos e pós-graduandos do PPGCS, Kalline Almeida, Jhony Vendruscolo, Evaldo Félix, Matheus Guimarães, Denis Meireles, João Batista e Diogo Freitas pela colaboração, amizade e incentivo.

A todos que, direta ou indiretamente, contribuíram para a realização deste trabalho.

## RESUMO

ABRANTES, EWERTON GONÇALVES. **Disponibilidade de fósforo em solo alcalino carbonático com uso do enxofre elementar**. Areia -PB, Centro de Ciências Agrárias, UFPB, Fevereiro de 2019. 79 p. il. Tese. Programa de Pós-Graduação em Ciência do Solo. Orientador: Prof. Dr. Alexandre Paiva da Silva. Co-Orientador: Prof. Dr. Raphael Moreira Beirigo.

Solos alcalinos carbonáticos apresentam baixa disponibilidade de fósforo (P), em função da presença e sorção, em carbonatos de cálcio, de diferentes formas de fosfatos de cálcio. Assim, o aumento da disponibilidade de P nesses solos passa pela redução do pH e aumento da solubilidade dos fosfatos precipitados, o que pode ser conseguido com o uso do enxofre elementar ( $S^0$ ). Pelo exposto, objetivou-se com o presente trabalho: a) avaliar a influência do  $S^0$  na reação do solo e na dinâmica das frações inorgânicas de P; b) avaliar o desempenho de diferentes extratores químicos na avaliação do P disponível em solo de reação alcalina carbonático do semiárido nordestino. O estudo constou de dois experimentos, conduzidos em ambiente protegido, utilizando-se material da camada superficial (0 - 0,30 m) de um Vertissolo Háplico ortico hipocarbonático, coletado no município de Governador Dix-Sept Rosado, Estado do Rio Grande do Norte. No primeiro experimento, denominado ensaio de incubação, empregou-se o delineamento inteiramente casualizado e quatro repetições, com os tratamentos arranjados em esquema fatorial  $5 \times 5$ , referente a cinco doses de  $S^0$  (0; 50; 100; 150 e 200% da dose de  $S^0$  para neutralizar o  $CaCO_3$ , o que equivaleu as doses de 0; 15; 30; 45 e 60 g  $kg^{-1}$  de  $S^0$ ), e cinco tempos de incubação (T) (14; 28; 42; 56 e 70 dias). A unidade experimental constou de um vaso contendo 0,3 kg de solo, com umidade mantida a 70 % da capacidade de campo. Nos respectivos tempos de incubação, as amostras de solo foram coletadas, secas e determinados os valores de pH em água, teores de sulfato e de  $EqCaCO_3$ , além dos valores de P-rem; adicionalmente, determinaram-se os teores de P pelos extratores água (P- $H_2O$ ), cloreto de cálcio (P- $CaCl_2$ ), Mehlich-1 (P-M1), Olsen (P-Olsen) e Resina trocadora de íons (P-RTI). No segundo experimento, denominado ensaio de correlação, adotou-se o delineamento de blocos casualizados e quatro repetições, com os tratamentos arranjados em esquema fatorial  $2 \times 5$ , referente a duas doses de  $S^0$  (0 e 30 g  $kg^{-1}$ ) e cinco doses de P [0; 25; 50; 75 e 100% do valor da CMAP (889 mg  $kg^{-1}$  de P), o que equivaleu as doses de 0; 222,3; 444; 666,7 e 889 mg  $kg^{-1}$  de P]. Inicialmente, vasos contendo 3  $dm^3$  de solo foram incubadas com as doses de  $S^0$  durante 42 dias; em seguida, as doses de P foram aplicadas, na forma de  $KH_2PO_4$ , e novamente incubadas durante 21 dias. Após esse período, foram coletadas subamostras de solo de cada vaso e nelas determinadas valores de pH em  $H_2O$ , teor de  $S-SO_4^{2-}$  e teor de P pelos extratores P- $H_2O$ , P- $CaCl_2$ , P-M1, P-Olsen e P-RTI; adicionalmente, realizou-se o fracionamento sequencial de P inorgânico, determinando-se as frações P-solúvel, e P ligado a alumínio (P-Al), ferro (P-Fe) e cálcio (P-Ca). Posteriormente, foram cultivadas, em cada vaso, duas plantas de sorgo forrageiro, cv. Ponta Negra. Após 50 dias de cultivo, efetuou-se o corte da parte aérea das plantas, obtendo-se após secagem os valores de massa da matéria seca da parte aérea (MSPA); nas referidas amostras foram determinados os teores de P e S e, posteriormente, calculados os acúmulos de P e S na parte aérea. No ensaio de incubação, houve diminuição do pH com a elevação das doses de  $S^0$  e do tempo de incubação, registrando-se redução de 8,5 para 5,1 com a dose de 60 g  $kg^{-1}$  de  $S^0$  incubada durante 70 dias. O enxofre elementar aumentou os teores de sulfato e os valores de P-rem, mas não influenciou os teores de carbonato; ademais, aumentou os teores de P- $CaCl_2$  e PM-1, reduziu os de P-RTI e não influenciou os de P- $H_2O$  e P-Olsen. Os teores de P-Olsen e P-RTI

não se correlacionam com características que refletem o fator capacidade tampão. No ensaio de correlação, a presença de  $S^0$  não influenciou a MSPA, mas aumentou os teores e os acúmulos de P e S. Os extratores P- $H_2O$ , P- $CaCl_2$ , P-M1, P-Olsen e P-RTI foram altamente correlacionados entre si, na presença e na ausência de  $S^0$ , mas apenas os extratores P-Olsen e P-RTI se correlacionaram com o P acumulado pela planta. Os teores de P obtidos pelos extratores P-Olsen e P-RTI se correlacionaram preferencialmente com a fração P-Al; contudo, a planta absorveu P na seguinte ordem decrescente: P-Ca > P-Fe > P-Al > P- $H_2O$  na ausência e P-Ca > P-Al > P-Fe > P- $H_2O$  na presença de S. Concluiu-se que os extratores P-Olsen e P-RTI são os mais adequados para a avaliação do P disponível nesses solos.

**Palavras-chave:** solos de reação alcalina; fixação de P; fracionamento de P; extratores de P; oxidação de S.

## ABSTRACT

ABRANTES, EWERTON GONÇALVES. **Phosphorus availability in carbonate alkaline soil with use of elemental sulfur.** Areia - PB, Centro de Ciências Agrárias, UFPB, February, 2019. 79 p. il. Thesis. Programa de Pós-Graduação em Ciência do Solo. Advisor: Prof. Dr. Alexandre Paiva da Silva. Co-Advisor: Prof. Dr. Raphael Moreira Beirigo.

Alkaline carbonate soils have low availability of phosphorus (P), due to the presence and sorption, in calcium carbonates, of different forms of calcium phosphates. Thus, increasing the availability of P in these soils involves reducing the pH and increasing the solubility of precipitated phosphates, which can be achieved with the use of elemental sulfur ( $S^0$ ). For these reasons, the objective of this work was: a) to evaluate the influence of  $S^0$  on soil reaction and on the dynamics of inorganic fractions of P; b) to evaluate the performance of different chemical extractors in the evaluation of available P in carbonate alkaline reaction soil in the northeastern semiarid region. The study consisted of two experiments, conducted in a protected environment, using material from the surface layer (0 - 0.30 m) of a Vertisol Haplic orthic hyp carbonate, collected in the municipality of Governador Dix-Sept Rosado, State of Rio Grande do Norte. In the first experiment, a completely randomized design with four replications was used, with treatments arranged in a  $5 \times 5$  factorial, referring to five  $S^0$  rates (0; 50; 100; 150 and 200% of the dose of  $S^0$  to neutralize  $CaCO_3$ , which was equivalent to 0; 15; 30; 45 and 60 g  $kg^{-1}$  of  $S^0$ ), and five incubation times (T) (14; 28; 42; 56 and 70 days). The experimental unit consisted of a pot containing 0.3 kg of soil, with humidity maintained at 70% of field capacity. At the respective incubation times, soil samples were collected, dried and determined pH values in water, sulfate and  $CaCO_3$  contents, in addition to P-rem values; additionally, the P contents were determined by the extractors water (P-w), calcium chloride (P- $CaCl_2$ ), Mehlich-1 (P-M1), Olsen (P-Olsen) and ion exchange resin (P-IER). In the second experiment, a randomized block design with four replications was adopted, with treatments arranged in a  $2 \times 5$  factorial, referring to two rates of  $S^0$  (0 and 30 g  $kg^{-1}$ ) and five rates of P [0; 25; 50; 75 and 100% of the CMAP value (889 mg  $kg^{-1}$  of P), which was equivalent to P rates of 0; 222.3; 444; 666.7 and 889 mg  $kg^{-1}$ ]. Initially, pots containing 3 dm<sup>3</sup> of soil were incubated with  $S^0$  rates for 42 days; then, P rates were applied, in the form of  $KH_2PO_4$ , and incubated again for 21 days. After this period, soil subsamples were collected from each pot and pH values in  $H_2O$ ,  $S-SO_4^{2-}$  contents and P contents by the extractors P- $H_2O$ , P- $CaCl_2$ , P-M1, P-Olsen and P-RTI were determined; additionally, the sequential fractionation of inorganic P was carried out, determining the fractions P-soluble, and P bound to aluminum (P-Al), iron (P-Fe) and calcium (P-Ca). Subsequently, two forage sorghum plants, cv. Ponta Negra. After 50 days of cultivation, the aerial part of the plants was cut, obtaining after drying the aerial part dry matter mass values (DMMV); in these samples, the P and S contents were determined and, subsequently, the accumulation of P and S in the aerial part was calculated. In the incubation assay, there was a decrease in pH with increasing  $S^0$  rates and incubation time, registering a reduction from 8.5 to 5.1 with a  $S^0$  rate of 60 g  $kg^{-1}$  incubated for 70 days. Elemental sulfur increased sulfate contents and P-rem values, but did not influence carbonate contents; moreover, it increased P- $CaCl_2$  and PM-1 contents, reduced P-IER and did not influence P- $H_2O$  and P-Olsen. The P-Olsen and P-IER levels do not correlate with variables that reflect the buffering capacity factor. In the correlation assay, the presence of  $S^0$  did not influence the DMMV, but increased the levels and accumulations of P and S. The extractors P- $H_2O$ , P- $CaCl_2$ , P-M1, P-Olsen and P-IER were highly correlated among themselves, in the presence and absence of  $S^0$ , but only the P-Olsen and P-RTI extractors correlated with the P accumulated by the

plant. The P contents obtained by the P-Olsen and P-IER extractors were preferentially correlated with the P-Al fraction; however, the plant absorbed P in the following decreasing order: P-Ca > P-Fe > P-Al > P-H<sub>2</sub>O in the absence and P-Ca > P-Al > P-Fe > P-H<sub>2</sub>O in the presence of S<sup>0</sup>. It was concluded that the P-Olsen and P-IER extractors are the most suitable for the evaluation of available P in these soils.

**Key-words:** alkaline reaction soils; P fixation; P fractionation; P extractors; sulphur oxidation.

## LISTA DE FIGURAS

- Figura 1** - Difratometria de Raios - X de amostra do material de origem (A), da fração areia (B) e argila (C) de um Vertissolo Hipocarbonático. Quartzo (Qz), feldspato (Fd) e calcita (Ca), ferrihidrita (Fe), estroncianita (Si), biotita (Bi), jarosita (Ja), monohidrocalcita (M<sub>2</sub>Ca), rodocrocita (Ro) e estroncianita (Es), mica (Mi) e clorita (Cl); minerais 2:1 (2:1), mica (Mi), caulinita (Ct), dolomita (Do), feldspato (Fd), biotita (Bi) e quartzo (Qz). ..... 29
- Figura 2** - Valores de pH de um Vertissolo Háplico carbonático, em função das doses de S<sup>0</sup> e do tempo de incubação das doses \*\* significativo a 1% pelo teste F..... 35
- Figura 3** - Teor de sulfato (SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>) de um Vertissolo Háplico carbonático, em função das doses de S<sup>0</sup> e do tempo de incubação das doses ..... 37
- Figura 4** - Teor de carbonato (CaCO<sub>3</sub>) de um Vertissolo Háplico carbonático, em função das doses de S<sup>0</sup> e do tempo de incubação das doses ..... 39
- Figura 5** - Valores de P remanescente (P-rem) de um Vertissolo Háplico carbonático, em função das doses de S<sup>0</sup> e do tempo de incubação das doses..... 40
- Figura 6** - Teores de P extraídos em H<sub>2</sub>O (A) e CaCl<sub>2</sub> 0,01 M (B) de um Vertissolo Háplico carbonático, em função das doses de S<sup>0</sup> e do tempo de incubação das doses..... 41
- Figura 7** - Teores de P extraídos por Olsen de um Vertissolo Háplico carbonático, em função das doses de S<sup>0</sup> e do tempo de incubação das doses. .... 42
- Figura 8** - Teores de P extraídos por Mehlich-1 de um Vertissolo Háplico carbonático, em função das doses de S<sup>0</sup> e do tempo de incubação das doses..... 44
- Figura 9** - Teores de P extraídos pela Resina de um Vertissolo Háplico carbonático, em função das doses de S<sup>0</sup> e do tempo de incubação das doses..... 45
- Figura 10** - Matéria seca da parte aérea de plantas de sorgo em função das doses de P na ausência (○) e na presença (●) de S<sup>0</sup> ..... 48
- Figura 11** - Teor e acúmulo de P (A e B) e S (C e D) na matéria seca de plantas de sorgo em função das doses de P na ausência (○) e na presença (●) de S<sup>0</sup> ..... 49
- Figura 12** - Teores de P extraídos por H<sub>2</sub>O (P-H<sub>2</sub>O) (A), CaCl<sub>2</sub> 0,01 mol L<sup>-1</sup> (P-CaCl<sub>2</sub>) (B), Mehlich-1 (P-M1) (C), Olsen (P-Olsen) (D) e resina de troca iônica (P-RTI) (E) em função das doses de P na ausência (○) e na presença (●) de S<sup>0</sup> ..... 52
- Figura 13** - Equações de regressão entre produção relativa de matéria seca de sorgo com os respectivos níveis críticos (90% da produção máxima), em função dos teores de P extraídos pelos cinco extratores avaliados, na presença (+S) e na ausência (-S) de S<sup>0</sup> 56
- Figura 14** - Teores das frações inorgânicas de P solúvel em água (P-H<sub>2</sub>O) (A), P ligado a Al (P-Al) (B), P ligado a Fe (P-Fe) (C) e P ligado a cálcio (P-Ca) (D) em função das doses de P na ausência e na presença de S<sup>0</sup> ..... 57

**Figura 15** - Distribuição percentual das frações de P avaliadas, em função das doses de P aplicadas, na ausência (-S) e na presença (+S) de S<sup>0</sup> ..... 59

## LISTA DE TABELAS

|                                                                                                                                                                                                                                                                                                               |    |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| <b>Tabela 1</b> - Caracterização química, granulométrica e de salinidade do Vertissolo Hipocarbonático háplico órtico, na profundidade de 0,30 m, antes da instalação do experimento.....                                                                                                                     | 27 |
| <b>Tabela 2</b> - Estimativas dos coeficientes de correlação linear de Pearson entre os teores de P extraídos por H <sub>2</sub> O, CaCl <sub>2</sub> 0,01 M, Mehlich-1, Olsen e Resina de troca iônica, o fósforo remanescente, o teor extraído de SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> , e CaCO <sub>3</sub> ..... | 46 |
| <b>Tabela 3</b> - Coeficientes de correlação linear de Pearson entre os teores de P extraídos do solo pelos cinco extratores avaliados e entre estes com o P acumulado pela planta na ausência (-S) e na presença (+S) de S <sup>0</sup> .....                                                                | 54 |
| <b>Tabela 4</b> - Coeficientes de correlação linear de Pearson entre os teores de P extraídos do solo por vários extratores e pela planta com os teores das frações inorgânicas de P, na ausência (-S) e na presença (+S) de S <sup>0</sup> .....                                                             | 60 |

## APÊNDICE

|                                                                                                                                                                                                                                                                                                             |    |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| <b>Tabela 1A</b> - Caracterização química e física do Vertissolo Hipocarbonático .....                                                                                                                                                                                                                      | 76 |
| <b>Tabela 2A</b> - Caracterização química do extrato de saturação do Vertissolo Hipocarbonático .....                                                                                                                                                                                                       | 77 |
| <b>Tabela 3A</b> - Quadrado médio do pH do solo em função de doses de enxofre elementar ao longo do período de incubação .....                                                                                                                                                                              | 78 |
| <b>Tabela 4A</b> - Quadrados médio dos teores de fósforo extraído por água (P-H <sub>2</sub> O), CaCl <sub>2</sub> 0,01 M (P-CaCl <sub>2</sub> ), Mehlich-1 (P-M1), Olsen (P-Olsen), e por Resina de Troca Iônica (P-RTI) em função de doses de enxofre elementar e tempo de incubação .....                | 78 |
| <b>Tabela 5A</b> - Quadrados médio dos teores de SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> extraído por CaCl <sub>2</sub> 0,01 mol L <sup>-1</sup> (S-SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> ), e P remanescente (P-rem) e CaCO <sub>3</sub> , em função de doses de enxofre elementar ao longo do período de incubação .....    | 78 |
| <b>Tabela 6A</b> - Quadrados médio dos teores disponíveis de P extraído por H <sub>2</sub> O (P-H <sub>2</sub> O), CaCl <sub>2</sub> 0,01 M (P-CaCl <sub>2</sub> ), Mehlich-1 (P-M1), Olsen (P-Olsen), e Resina de troca iônica (P-RTI) em função das doses de enxofre elementar (S) e de fósforo (P) ..... | 79 |
| <b>Tabela 7A</b> - Quadrados médios dos valores de produção de matéria seca da parte aérea (MS), dos teores de P (tP) e S (tS) foliar, e dos acúmulos de P (AcP) e S (AcS) em função das doses de enxofre elementar (S) e de fósforo (P).....                                                               | 79 |
| <b>Tabela 8A</b> - Quadrados médios dos teores das frações de P solúvel em água (P-H <sub>2</sub> O), P ligado a Al (P-Al), P ligado ao Fe (P-Fe), e P ligado ao Ca (P-Ca) em função das doses de enxofre elementar (S) e de fósforo (P).....                                                               | 79 |

## SUMÁRIO

|          |                                                               |           |
|----------|---------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>1</b> | <b>INTRODUÇÃO .....</b>                                       | <b>12</b> |
| <b>2</b> | <b>REVISÃO DE LITERATURA.....</b>                             | <b>14</b> |
| 2.1      | Dinâmica de P no solo .....                                   | 14        |
| 2.2      | Extratores de P disponível em SRA e carbonáticos .....        | 17        |
| 2.3      | Fracionamento de P .....                                      | 21        |
| 2.4      | Uso do S elementar e seus efeitos no solo .....               | 23        |
| <b>3</b> | <b>MATERIAL E MÉTODOS.....</b>                                | <b>26</b> |
| 3.1      | Local, clima e solo .....                                     | 26        |
| 3.2      | Experimento I - Ensaio de incubação.....                      | 30        |
| 3.3      | Experimento II – Ensaio de Correlação.....                    | 31        |
| <b>4</b> | <b>RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>                           | <b>35</b> |
| 4.1      | Experimento I – Ensaio de incubação .....                     | 35        |
| 4.1.1.   | pH do solo .....                                              | 35        |
| 4.1.2.   | Teores de sulfato, carbonato e valor de P remanescente.....   | 37        |
| 4.1.3.   | Teores de “P disponível” .....                                | 41        |
| 4.2      | Experimento II – Ensaio de correlação .....                   | 48        |
| 4.2.1.   | Produção e nutrição mineral .....                             | 48        |
| 4.2.2.   | Teores de P disponível.....                                   | 51        |
| 4.2.3.   | Correlações.....                                              | 53        |
| 4.2.4.   | Níveis críticos de P no solo .....                            | 54        |
| 4.2.5.   | Teores das frações inorgânicas de P .....                     | 56        |
| 4.2.6.   | Correlações entre P disponível e frações de P inorgânico..... | 59        |
| <b>5</b> | <b>CONCLUSÕES .....</b>                                       | <b>61</b> |
|          | <b>REFERÊNCIAS.....</b>                                       | <b>62</b> |
|          | <b>APÊNDICES .....</b>                                        | <b>73</b> |

## 1 INTRODUÇÃO

A baixa disponibilidade de fósforo (P) no solo é um dos principais fatores limitantes à produção agrícola mundial, sobretudo nas regiões tropicais (úmida, árida ou semiárida), devido à ocorrência de diversos fenômenos físico-químicos (adsorção, fixação, precipitação, etc), com reflexos negativos sobre a dinâmica do nutriente no solo e sua oferta para às plantas, aumentando, assim, a dependência de fertilizantes fosfatados (Withers et al., 2014).

Quimicamente, solos de reação alcalina (SRA) possuem atividade de  $\text{OH}^-$  maior do que a de  $\text{H}^+$  e valores de pH acima de 7,0, ou mais adequadamente superiores a 8,5 (Chesworth, 2008); por outro lado, solos carbonáticos resultam da formação e precipitação de carbonatos e, ou, gipsita (calcificação), pela evaporação da água e, ou, aumento da concentração iônica da solução do solo acima do produto de solubilidade da calcita (Kampf & Curi, 2012).

Solos de reação alcalina e, ou, carbonáticos são bastante comuns em regiões áridas e semiáridas, representando cerca de 10 e 30% da superfície terrestre, respectivamente (Brady & Weil, 1998; Lopes & Guilherme, 2007). No Brasil, tais solos são amplamente encontrados no semiárido nordestino, mais precisamente na Chapada do Apodi, a qual abriga grandes empreendimentos agrícolas, a exemplo do cultivo do meloeiro, cuja produção se destaca na pauta das exportações nacionais de frutas frescas (Kist et al., 2018);

Localizada na divisa entre os estados do Ceará e do Rio Grande do Norte, e inserida no polígono das secas, a Chapada do Apodi apresenta-se como um ambiente distinto sob o ponto de vista pedogenético. Possui grande diversidade de solos (Argissolos, Latossolos, Cambissolos e Vertissolos), derivados de rochas calcárias (Formação Jandaíra), com prevalência de reação neutra a alcalina e, ou, de caráter carbonático, o que afeta a disponibilidade de nutrientes para as culturas, sobretudo o P (Miranda et al., 2012).

A baixa disponibilidade de P em SRA e, ou, carbonáticos se deve à presença de altos teores de  $\text{Ca}^{2+}$  em solução, ou mesmo de  $\text{CaCO}_3$ , aliado a altos valores de pH (Cole et al., 1953; Bertrand et al., 2003; Naeem et al., 2013), o que de forma isolada e, ou, combinada, condiciona a precipitação/fixação de P. Nesse sentido, a precipitação de fosfatos regula a disponibilidade de P nesses solos, seja na forma de fosfatos de Ca, ou mesmo em superfícies de carbonatos livres, tornando o estudo da

dinâmica de P bastante complexa (Hagin & Hadas, 1962; Adhami et al., 2006).

O método de extração “padrão” para avaliar a disponibilidade de P disponível em SRA e, ou, carbonáticos é o extrator Olsen (bicarbonato de sódio 0,5 mol L<sup>-1</sup> a pH 8,5) (Silva & Raij, 1999). Contudo, no Brasil a extração de P nesses solos ainda é feita utilizando-se extratores à base de ácidos fortes diluídos, desenvolvidos para solos ácidos, a exemplo do extrator Mehlich-1 (Santos et al., 2007). Isto é contraditório, pois os extratores possuem mecanismos de extração diferentes entre si, em especial quanto às formas de P extraídas, as quais são bastante influenciadas pelo pH do solo (Sharpley et al. 1987; Herlihy & McCarthy, 2006).

A utilização de fertilizantes ou corretivos de reação ácida, a exemplo do enxofre elementar (S<sup>0</sup>), consiste numa alternativa promissora para mitigar os efeitos do pH elevado, diminuir a capacidade de fixação/precipitação e melhorar a disponibilidade de P em SRA e, ou, carbonáticos (Fixen & Ludwick, 1982; DeLuca et al., 1989; Ye et al., 2010; Chien et al., 2011; Wiedenfeld, 2011; Hashemimajd et al., 2012).

A ação benéfica do S<sup>0</sup> está baseada em sua oxidação para sulfato e produção de prótons, e como consequência, a redução do pH. Nessa situação, a estabilidade dos fosfatos de Ca e dos carbonatos é reduzida (Lindsay, 1979; Lindermann et al., 1991; Arai & Sparks, 2007), e formas menos estáveis de P-Ca, como os fosfatos mono e dicálcicos são solubilizadas, aumentando, assim, a disponibilidade de P (Hesterberg, 2010). Contudo, estudos dessa natureza ainda são incipientes nos SRA e, ou, carbonáticos do semiárido brasileiro.

Partindo-se do pressuposto de que a aplicação, e posterior oxidação do S<sup>0</sup> em SRA e, ou, carbonáticos promove a acidificação do solo, a qual contribui para solubilizar as formas de P-Ca menos estáveis, aumentando assim a disponibilidade de P nesses solos, objetivou-se com o presente trabalho: a) avaliar a influência do S<sup>0</sup> na reação do solo e na dinâmica das frações inorgânicas de P; b) avaliar o desempenho de diferentes extratores químicos na avaliação do P disponível em um solo de reação alcalina carbonático do semiárido nordestino.

## 2 REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1 Dinâmica de P no solo

O P total do solo apresenta-se dividido em várias formas, que variam de acordo com a natureza química e a energia de interação do nutriente com os coloides do solo (Novais et al., 2007). Conforme a natureza do composto, o P pode ser encontrado nas formas orgânica (fosfatos de inositol, ácidos nucleicos e ésteres de P) e inorgânica (em ligações com Fe, Al, Ca, argilas silicatadas, óxidos, oxihidróxidos, dentre outras) (Gatiboni et al., 2005; Souza Júnior et al., 2012).

A disponibilidade e, conseqüentemente, a capacidade de absorção e utilização do P do solo pelas plantas é determinada pelo fenômeno de retenção, que engloba os processos de adsorção e precipitação (Lindsay, 1979; Sample et al., 1980).

A adsorção é um termo genérico aplicado às reações químicas e físicas que ocorrem nas interfaces dos coloides (superfícies de separação de duas fases), denominadas de adsorvente (a superfície que retém) e adsorvato (substância que é retida) (Novais et al., 2007). Por outro lado, a precipitação é a reação entre íons, com a formação de uma nova fase ou de compostos pouco solúveis e de composição química conhecida (Sample et al., 1980; Fixen & Ludwixk, 1982; Moore & Reddy, 1994). Segundo Freeman & Rowell (1981), com a supersaturação da solução com P e Ca, inicia-se o processo de adsorção superficial do P e a nucleação dos cristais em superfícies de  $\text{CaCO}_3$ .

A adsorção de P pelos óxidos, oxihidróxidos de Fe e hidróxidos de Al é o mecanismo de retenção predominante em solos ácidos e mais intemperizados. A adsorção do P aos oxihidróxidos de Fe e Al ocorre em formas pouco cristalinas, e com alto desbalanço de cargas em superfície (Sanyal & Datta, 1991), em grupos funcionais ácidos de Lewis, em que os grupos  $\text{OH}^+$  e  $\text{OH}^{2+}$  ligados covalentemente ao  $\text{Fe}^{3+}$  ou  $\text{Al}^{3+}$  são trocados pelo íon fosfato (Parfitt, 1978). Segundo Peña & Torrent (1990), as superfícies de óxihidróxidos de Fe e as arestas de argilossilicatos possuem mais sítios de adsorção de maior afinidade do que o  $\text{CaCO}_3$ .

A precipitação ocorre a partir da reação do P com Fe e Al em solos ácidos, e com o  $\text{Ca}^{2+}$  em SRA ou neutra (Sample et al., 1980; Fixen & Ludwixk, 1982; Moore & Reddy, 1994; Naeem et al., 2013). Estrengita ( $\text{FePO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) e variscita ( $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) são exemplos de precipitados de P com Fe e Al, enquanto que fluorapatita

( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{F}_2$ ), hidroxiapatita ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ), fosfato dicálcico dihidratado ( $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) e fosfato octacálcico ( $\text{Ca}_8\text{H}_2(\text{PO}_4)_6 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) são os principais precipitados de P com Ca (Novais et al., 2007).

Os processos que levam à formação dos diferentes precipitados de P no solo são dependentes de diversos fatores: pH, força iônica, teores de Ca e Mg trocáveis e na solução, textura, porosidade e condutividade hidráulica (Bubba et al., 2003).

O pH do solo é um dos principais fatores que influenciam a retenção de P no solo, pois afetam diversos processos e reações relacionadas com a dinâmica de P no solo, a saber: a) solubilidade de minerais; b) formas dos íons dominantes na solução; c) reações de adsorção e dessorção; d) atividade microbiana; e) tempo de contato dos minerais com o P adicionado; f) teores de C orgânico e de carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) (Barrow, 1972; Burt et al., 2002; Sato & Comerford, 2005).

A formação e a estabilização do fosfato dicálcico no solo é maior em valores de pH superior a 5,0, visto esse composto ser termodinamicamente mais estável; contudo, com o aumento do pH, formas menos solúveis como a hidroxiapatita regulam a disponibilidade de P (Cole et al., 1953; Lindsay et al., 1989).

Outra importante variável que controla a retenção de P em SRA é o teor de carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) (Carreira et al., 2006). Em baixas concentrações de P ocorre a adsorção à superfície dos carbonatos, enquanto que em altas concentrações ocorre a precipitação e formação de fosfatos octacálcicos e dicálcicos (Holford & Mattingly, 1976; Lindsay et al., 1989).

De forma geral, a adsorção de fosfato na superfície dos carbonatos inicia-se com pequenas quantidades adsorvidas, seguindo-se pela precipitação de fosfato de Ca (Cole et al., 1953), conforme três diferentes estágios: I – quimiossorção do fosfato ao mineral, originando uma forma amorfa; II – cristalização do mineral; III – crescimento do cristal, transformando-se lentamente para formas mais estáveis, como o fosfato dicálcico e octacálcico (Sanyal & Datta 1991).

Vale ressaltar, entretanto, que embora o P seja adsorvido em  $\text{CaCO}_3$  com menor energia comparada a adsorção em oxihidróxidos de Fe e Al, o produto formado é uma forma de P-Ca que apresenta menor disponibilidade de P em relação ao P-Al (Solis & Torrent, 1989).

A retenção de P no solo também é influenciada pelo fator capacidade de P (FCP) do solo, representado pelo teor de argila e, ou, pelos valores de fósforo remanescente (P-rem). O P-rem refere-se a concentração de P restante na solução

de equilíbrio a partir de uma concentração inicial constante de P adicionada ao solo, correlacionando-se negativamente com o FCP (Bache & Williams, 1971; Novais et al., 2015).

Apesar de importantes, as informações sobre a retenção de P, incluindo os processos de adsorção e precipitação em SRA e, ou, carbonáticos são comparativamente mais escassas na literatura em relação aos solos de reação ácida e mais intemperizados das regiões tropicais úmidas.

Afif et al. (1993) avaliaram a disponibilidade de P em 19 amostras de solos calcários provenientes do oeste da Ásia e do Norte da África, apresentando diferentes teores de argila,  $\text{CaCO}_3$  e óxidos de Fe. Observaram que a disponibilidade de P foi influenciada por diversos fatores, incluindo composição química do solo, quantidade e reatividade de argilossilicatos, teores de  $\text{CaCO}_3$  e de óxidos de Fe, doses de P e tempo de avaliação após a aplicação das doses. Ademais, constataram que a disponibilidade de P correlacionou-se negativamente com o teor de  $\text{CaCO}_3$ , mas não se correlacionou com os teores de Fe, valores de CTC e teores de argila.

Ao avaliarem a capacidade de adsorção de P em 15 solos do semiárido brasileiro, Pereira & Faria (1998) observaram que solos com maiores valores de pH apresentaram maior capacidade de adsorção de P (CMAP), a qual se correlacionou positivamente com os teores de  $\text{Ca}^{2+}$  e  $\text{Mg}^{2+}$ . Quanto à energia de adsorção, constataram que os solos ácidos apresentaram valores mais altos em relação aos daqueles observados em solos vérticos e alcalinos.

Ao estudarem a atividade do  $\text{Ca}^{2+}$  na fase líquida em dois solos calcários, por meio de ajustes de isotermas de P em função dos fatores concentração, tempo de contato, pH e concentração de eletrólito, e a cinética de insolubilização de P nestes solos, Tunesi et al. (1999) observaram que a adsorção de P ocorreu de forma predominante quando o  $\text{Ca}^{2+}$  estava em baixas concentrações, a qual aumentou em função do tempo, observando-se adsorção de até 60% do P (Olsen). Em razão disso, os autores concluíram que a atividade do íon  $\text{Ca}^{2+}$  na solução foi o principal responsável pela formação de formas insolúveis de P-Ca.

Shariatmadari et al. (2006) avaliaram a cinética de liberação e a disponibilidade de P em 12 solos calcários de regiões áridas e semiáridas do Irã. Verificaram que a cinética de liberação de P dos solos foi inicialmente rápida, sucedida por uma fase de liberação mais baixa, sendo o modelo de Elovich o que melhor se ajustou aos

dados observados. Constataram ainda que a adsorção de P (avaliada pelos diferentes parâmetros das equações testadas) se correlacionou positivamente com as variáveis teor de argila ( $r = 0,562$  à  $0,580$ ),  $\text{CaCO}_3$  ( $r = 0,603$  à  $0,660$ ) e teor de Al extraído por DCB ( $r = 0,718$  à  $0,878$ ), indicando maior reserva de P adsorvido nos solos com maiores quantidades destes materiais.

Carreira et al. (2006) reexaminaram os fatores que controlam a sorção e analisaram os sítios específicos de sorção de P em Aridsols com altos teores de  $\text{CaCO}_3$  pedogênico da região do Novo México, EUA. Verificaram predomínio de formas de P-Ca em todos os horizontes e forte correlação da distribuição de P com o teor de halogêneos (fluor, por exemplo), indicando que o  $\text{CaCO}_3$  pedogênico é o agente geoquímico primário responsável pela redução das perdas de P por lixiviação, devido a precipitação secundária de P-Ca e, ou, da forte reação de sorção de P com  $\text{CaCO}_3$ .

## 2.2 Extratores de P disponível em SRA e carbonáticos

O P é certamente o nutriente que mais suscitou trabalhos visando à determinação de métodos para a sua extração do solo. Assim, há na literatura grande diversidade de métodos para a extração do P disponível do solo, incluindo soluções tamponadas de bases, soluções diluídas de ácidos, resinas, entre outros (Silva & Raij, 1999; Farias et al., 2009).

A eficácia dos extratores de P no solo depende da influência de variáveis como o fator capacidade de P, a fonte de P utilizada como fertilizante e as características da solução química extratora (Corrêa et al., 2008). No Brasil, os principais extratores químicos utilizados para avaliar a disponibilidade de P no solo são o Mehlich-1 e a Resina de Troca Iônica (RTI) (Oliveira et al., 2000).

O Mehlich-1 é o extrator químico mais utilizado para avaliar o P disponível no solo, apresentando boa capacidade preditiva em solos intemperizados, ácidos, com baixa CTC e baixos teores de P-Ca (Raij et al, 2001). Seu mecanismo de extração baseia-se na sua acidez (pH 1,2) e na troca de ligantes do sulfato pelo fosfato do solo, o que permite a solubilização de P-Ca, P-Al e P-Fe pelos íons  $\text{H}^+$ ; ademais, o  $\text{SO}_4^{2-}$  ocupa as cargas positivas dos colóides do solo, impedindo a readsorção do P (Novais & Smith, 1999). As principais vantagens do extrator Mehlich-1 são: facilidade de extração, rapidez, baixo custo e obtenção de extratos límpidos (Novais & Smith,

1999; Raij et al, 2001).

Contudo, em solos com maior capacidade tampão de acidez, ou em solos alcalinos, o extrator Mehlich-1 pode perder sua capacidade de extração, fenômeno denominado "desgaste do extrator" (Novais & Smith, 1999; Viegas et al., 2010). Em solos com altos teores de P-Ca, isso ocorre devido às condições de pH elevado, aos altos teores de matéria orgânica e de argila e aos maiores valores de FCP (Silva & Raij, 1999; Freitas et al., 2013). Por outro lado, em solos alcalinos carbonáticos, o desgaste do extrator Mehlich-1 resulta da ação tamponante dos carbonatos sobre a acidez do extrator, provocando redução do poder de extração e, consequente subestimação dos teores de P extraídos.

O método da RTI foi concebido como uma tentativa de reproduzir em laboratório o processo de absorção de P pelas plantas no campo. Assim, a RTI atua de forma a proporcionar a remoção contínua do P da solução pela troca com o bicarbonato da resina, criando um gradiente de concentração que força a dessorção do P da superfície dos coloides e a dissolução do P de precipitados, até que seja alcançado um equilíbrio eletroquímico entre o solo ou precipitado e a resina (Silva & Raij, 1999).

Uma das vantagens do uso da RTI é que ela não tem seu poder de exaustão alterado nos solos com maior FCP e não subestimam, assim, o P lábil; também é insensível às formas não-lábeis, como as de P-Ca; ademais, apresenta maior correlação com P extraído pela planta, além de não incluir agente químico de ação específica sobre as formas de fosfatos do solo (Raij & Quaggio, 1983). No entanto, este método é mais complexo que os demais, e necessita de longo período de extração (16 horas), separação da resina e extração do P da resina, o que eleva os custos das análises (Raij et al., 1984).

O extrator multielementar  $\text{CaCl}_2$   $0,01\text{mol L}^{-1}$  atua na determinação simultânea de vários nutrientes, incluindo N e suas formas inorgânicas ( $\text{NH}_4^+$  e  $\text{NO}_3^-$ ), sulfato, fosfato,  $\text{Al}^{3+}$ , micronutrientes, além de C orgânico solúvel (Houba et al., 1986; Houba et al., 2000). Apresenta boas correlações com outros extratores convencionais, extraíndo normalmente formas de P lábil. Quanto à sua operacionalidade, a força iônica do extrator aliado a altos teores de  $\text{Ca}^{2+}$ , promove a floculação das partículas do solo, gerando um extrato límpido, o que facilita a determinação (Schofield, 1955; Houba et al., 2000).

O extrator Olsen é o método de extração de P mais indicado para solos

alcalinos carbonáticos (Olsen et al., 1954), o qual consiste na extração de P com solução de  $\text{NaHCO}_3$   $0,5 \text{ mol L}^{-1}$  a pH 8,5 (Freire & Freire, 2017). Seu princípio baseia-se no funcionamento do  $\text{HCO}_3^-$  como bom trocador de fosfato, enquanto o  $\text{Na}^+$  reduz a atividade do  $\text{Ca}^{2+}$  que fica em solução (Silva & Raij, 1999). Assim, como a retenção de P em solos calcários é dominada pela precipitação de fosfatos de Ca ou pela sorção em superfícies de carbonatos e argilominerais (Lindsay et al., 1989), estas são as formas de P extraídas pelo extrator Olsen (Khorasgani et al., 2009).

Encontram-se na literatura vários trabalhos de pesquisa avaliando o desempenho do extrator Olsen comparado a de outros extratores químicos na avaliação do P disponível em solos de reação alcalina e, ou, calcários (Khorasgani et al., 2009; Delgado et al., 2010; Iatrou et al., 2014; Sanches-Alcalá et al., 2015).

O teor de P Olsen tem sido utilizado como índice de disponibilidade de P para fins de recomendação de adubação fosfatada. Nesse sentido, Delgado et al. (2010) compararam o desempenho dos métodos Olsen e Resina em solos de várzeas, constatando superioridade da Resina, provavelmente em função da inclusão do fator capacidade na determinação do P por esse método. Adicionalmente, verificaram a necessidade de considerar o efeito das variáveis fator capacidade, relação molar Na/Ca e a afinidade das superfícies de sorção pelo P quando o P Olsen for empregado como índice de disponibilidade de P nos referidos solos.

Khorasgani et al. (2009) avaliaram o desempenho de cinco diferentes extratores químicos (P-Olsen, P-Colwell, P-EDTA, P-Soltanpour & Schwab e P-Paauw) na quantificação do P disponível em 24 solos calcários da província do Khorasan, Irã. Os resultados indicaram boas correlações entre as quantidades extraídas pelos extratores, as quais variaram na seguinte ordem: P-Colwell > P-Olsen > P-EDTA > P-Soltanpour & Schwab > P-Paauw. Contudo, o P disponível avaliado pelos extratores Olsen e Paauw apresentaram os maiores coeficientes de correlação com as variáveis teor de P ( $r = 0,62^{**}$  e  $0,64^{**}$ ), acúmulo de P ( $r = 0,80^{**}$  e  $0,79^{**}$ ) e produção de matéria seca ( $r = 0,67^{**}$  e  $0,67^{**}$ ).

Na Grécia, Iatrou et al. (2014) compararam o desempenho dos extratores Mehlich-3 e Olsen na avaliação do P disponível em 200 solos com diferentes valores de pH e teores de carbonato de cálcio. Verificaram que, excluindo-se solos com pH menor do que 5,0 e teores de  $\text{CaCO}_3$  entre 10,3 e 48,3%, houve correlação positiva ( $r = 0,82$ ) entre os métodos Mehlich-3 e Olsen, sendo o método Olsen considerado um extrator pouco eficiente para avaliação do P disponível nessa faixa de solos.

Sanches-Alcalá et al. (2015) determinaram os níveis críticos pelos extratores Olsen e  $\text{CaCl}_2$  em 49 amostras de solos (calcários e não calcários) coletados na região Mediterrânea da Espanha, e seu relacionamento com diferentes atributos físicos e químicos do solo (pH, argila, C orgânico, CTC,  $\text{CaCO}_3$ , etc). Constataram que ambos os extratores se mostraram adequados para avaliar o P disponível nos solos, mas que o extrator Olsen apresentou menor variação dos níveis críticos. Além disso, verificaram que ambos os extratores foram moderadamente correlacionados com atributos de solos determinados em análises de rotina (pH e CE em solos calcários para o P Olsen). Por fim, concluíram que os teores de P Olsen foram menores em solos de reação neutra à levemente ácida, o que está condizente com o fato do extrator P Olsen superestimar os teores de P disponível em solos de reação fortemente ácida e calcários.

No Brasil, os estudos de correlação para extratores de P disponível em solos de reação alcalina e, ou, carbonáticos são relativamente mais escassos (Pereira et al., 1998; Lima & Oliveira, 1998; Silveira et al., 2006; Souza Junior et al., 2012; Souza et al., 2017).

Lima & Oliveira (1998) avaliaram a disponibilidade de P assimilável, pelos extratores Mehlich-1, Bray-1, Olsen e Schofield, em quatro pedossistemas representativos do Estado do Rio Grande do Norte (Areia Quartzosa distrófica, Areia Quartzosa hidromórfica, Orgânico eutrófico e Rendzina). Observaram que o método de Schofield se mostrou ineficiente, enquanto que o extrator Olsen mostrou-se eficiente nos solos com menor capacidade tampão, sendo impossível efetuar medição de P no solo orgânico; ademais, constataram que o extrator Mehlich-1 foi o que apresentou melhores índices de correlação biológica média em toda a população de solos estudados.

Sousa Junior et al. (2012) avaliaram a disponibilidade de P em 12 solos representativos do Estado da Paraíba (seis deles menos intemperizados, dos quais dois alcalinos – um Planossolo e um Vertissolo) pelos extratores Mehlich-1, Mehlich-3, Bray-1 e Resina. Verificaram que nos solos alcalinos com teores muito elevados de  $\text{Ca}^{2+}$  o Pi ocorreu principalmente na forma de P-Ca, e que os extratores Mehlich-1 e Bray-1 foram os extratores que mais se correlacionaram com a planta quanto à absorção de P nos solos estudados, tendo o extrator Bray-1 extraído pouco P em solos ricos em Ca e com pH elevado.

Souza et al. (2017) ao compararem o desempenho dos extratores Mehlich-1, Resina e Olsen em dois solos de origem calcária de Minas Gerais (Neossolo Flúvico e Latossolo) observaram maior extração de P pelo Mehlich-1 em relação aos outros extratores. Contudo, os extratores Resina e Olsen apresentaram as maiores correlações com o acúmulo de P e a produção de biomassa do pinhão manso, sendo o Olsen considerado o mais eficiente e o mais indicado para avaliar a disponibilidade de P nesses solos.

### 2.3 Fracionamento de P

Os diferentes métodos de fracionamento de P no solo visam identificar e quantificar as formas preferenciais de P retido nos coloides do solo, sob diferentes graus de disponibilidade (Silva et al., 2003). Além disso, são úteis para a compreensão das propriedades químicas que influenciam a sua disponibilidade (Pavinato et al., 2009).

O fosfato no solo pode estar distribuído em diversas formas geoquímicas, que incluem P-Ca, P-Al, P-Fe e formas residuais de fosfatos, os quais podem estar ligados a íons metálicos, matéria orgânica e argilas. De forma geral, a acidez do solo controla as diferentes formas de P no solo, as quais poderão se precipitar como fosfatos de Fe e Al em condições ácidas ou em fosfatos de cálcio (Ca-P) em condições alcalinas (Hinsinger, 2001).

Assim, o princípio do fracionamento consiste na substituição de  $\text{PO}_4^{3-}$  dos sítios de sorção (por competição aniônica), visando alterar a superfície de sorção ou mesmo dissolver compostos que contenham P (Silva & Raij, 1999).

O método mais conhecido para fracionamento de P inorgânico no solo é o de Chang & Jackson (1957), no qual são empregados extratores desde menor até maior força de extração para remover P inorgânico ( $\text{P}_i$ ) das formas mais disponíveis às mais estáveis, respectivamente (Novais et al., 2007). Por esse método é possível separar o  $\text{P}_i$  em diferentes frações: P facilmente solúvel ( $\text{P-H}_2\text{O}$ ), P ligado a alumínio (P-Al), P ligado a ferro (P-Fe), P ligado a cálcio (P-Ca) e P ocluído em óxidos de Fe e Al (P-Ocl) (Rocha et al., 2005; Souza Junior et al., 2012).

Para melhorar a compreensão da disponibilidade de P em solos carbonáticos, Jiang & Gu (1989) modificaram a metodologia original de Chang & Jackson (1957), dividindo as formas de P ligado a Ca em três sub-frações: fração fosfato dicálcico (P-

Ca<sub>2</sub>), fração fosfato octacálcico (P-Ca<sub>8</sub>) e fração hidroxiapatita (PCa<sub>10</sub>), permanecendo inalteradas as demais formas do método original (Shen et al., 2019).

A formação de fosfatos bi e tricálcicos de baixa solubilidade é bastante comum em solos do semiárido brasileiro, principalmente daqueles originários de rochas calcárias; contudo, são bastante escassas as informações sobre o comportamento dessas frações nesses solos (Oliveira, 2017), registrando-se prevalência de informações geradas em solos do Oriente Médio, sobretudo do Irã (Adhami et al., 2006; Mostashari et al., 2008; Khorasgani et al., 2009; Jalali & Ranjabar, 2010).

Ao estudarem o fracionamento e o processo de readsorção durante a extração de P em 18 solos calcários do Irã, Adhami et al. (2006) constataram predominância das formas na seguinte ordem decrescente: P-Ca<sub>10</sub> > P-Ca<sub>8</sub> > P-Ocl > P-Al > P-Fe > P-Ca<sub>2</sub>, tendo as frações P-Al e P-Fe representado apenas 5 e 10% do total, respectivamente. Quanto a readsorção, observaram influência das variáveis CTC e teor de argila apenas na etapa de extração da fração P-Ca<sub>8</sub>.

Mostashari et al. (2008) avaliaram as frações de P e sua relação com características de solos alcalinos calcários da província do Qazin, Irã. Observaram que as formas predominantes foram P-Ca<sub>10</sub> (apatita) e P-Ca<sub>8</sub> (fosfato octacálcico) com teores que variaram de 262 a 697 e de 72 a 314 g kg<sup>-1</sup>, respectivamente. Constataram ainda correlações positivas entre P total com P-Ca<sub>8</sub>, P-Al e P-Ca<sub>10</sub> e negativas com CaCO<sub>3</sub> e P-Ca<sub>10</sub>, tendo o P Olsen se correlacionado positivamente com as frações P-solúvel, P-Ca<sub>2</sub> (fosfato dicálcico), P-Fe e P-ocluso.

Utilizando o método proposto por Jiang & Gu (1989), Khorasgani et al. (2009) estudaram o fracionamento de P de solos calcários de Birdjan, região sudeste do Irã. Verificaram que a extração sequencial de P indicou a abundância de diversas frações de P inorgânico, as quais variaram na seguinte ordem decrescente: P-Ca<sub>10</sub>, P-Al, P-Ca<sub>8</sub>, P-Ca<sub>2</sub>, P-Oc e P-Fe, havendo correlações positivas e significativas de P Olsen com as frações P-Ca<sub>2</sub> ( $r = 0,993^{***}$ ) e P-Fe ( $r = 0,793^{*}$ ), e positivas, mas não significativas com a fração P-Al ( $0,566^{ns}$ ).

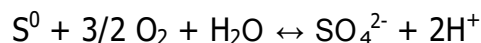
Jalali & Ranjabar (2010) estudaram a taxa de liberação e o fracionamento de P em 20 solos calcários do Irã, apresentando ampla variação de atributos físicos e químicos. Observaram que, em média, 67,7% do P aplicado tornou-se não extraível após 2160 h, e que houve grande variação nas concentrações de P nas diferentes frações avaliadas [P-KCl (74,8-115,6), P-NaOH (55,6-112,4), P-HCl (327,6-895,2) e

P-Res (143,8-198,8 mg kg<sup>-1</sup>); contudo, predominou a forma de P-HCl, demonstrando a preferência de ligações de P com Ca nesses solos.

## 2.4 Uso do S elementar e seus efeitos no solo

O enxofre elementar (S<sup>0</sup>) consiste numa alternativa barata e relativamente eficiente de fertilizante para repor o S perdido do solo, ou de corretivo químico de solos afetados pelo excesso de sais e sódio (Sousa et al., 2012). Entretanto, em ambos os casos, a eficiência de aplicação do S<sup>0</sup> depende da oxidação do S<sup>0</sup> para sulfato (Lucheta & Lambais, 2012).

O processo de oxidação S<sup>0</sup> é amplamente conhecido e ocorre pela ação de microrganismos, principalmente as bactérias do gênero *Acidithiobacillus* (Stamford et al., 2002; Lucheta & Lambais, 2012), que oxidam o S<sup>0</sup> para o SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> e após reação com H<sup>+</sup> da hidrólise da água produz ácido sulfúrico, reduzindo o pH do solo (Stamford et al., 2002, Stamford et al., 2004; Sameni & Kasraian, 2004; Heydarnezhad et al., 2012; Lucheta & Lambais, 2012), conforme reação:



As taxas de oxidação do S<sup>0</sup> no solo são influenciadas por diversos fatores ambientais, destacando-se entre eles temperatura, umidade, aeração, pH do solo, diversidade microbiana, tamanho da partícula, dispersão no solo e fonte de S aplicada (Lee et al., 1988; Lawrence et al., 1988; Germida & Janzen, 1993; Lucheta & Lambais, 2012).

Conforme Lucheta & Lambais (2012), em geral, as taxas de oxidação de S<sup>0</sup> são maiores em temperaturas entre 10 e 40° C, com a umidade do solo próxima à capacidade de campo e para partículas com dimensões entre 80 e 1.000 mesh; ademais, a oxidação tende a ser maior em SRA e, ou, que receberam CaCO<sub>3</sub> e naqueles previamente fertilizados com S<sup>0</sup> (maior proliferação de organismos oxidantes).

O S<sup>0</sup> atua na mitigação de alguns dos efeitos da alcalinidade do solo (pH e disponibilidade de nutrientes), assim como na solubilização de fosfatos ligados ao Ca (Stamford et al., 2004; Frandoloso et al., 2010). Em razão disso, o S<sup>0</sup> pode se

tornar uma alternativa interessante para diminuir a adsorção de P, e consequentemente, aumentar a disponibilidade de P às plantas (Franceloso et al., 2010; Sousa et al., 2012; Karimizarchi et al., 2014).

Outro efeito relacionado à aplicação do  $S^0$  no solo é a troca de ligantes, em que os íons sulfato, resultantes da oxidação da  $S^0$ , podem substituir e liberar os íons fosfato dos sítios de adsorção, inclusive daqueles em ligações P-Ca em solos de reação neutra e alcalina (Aulakh, 2003). Além disso, o sulfato formado após a oxidação do  $S^0$  pode atuar na dessorção de P em  $CaCO_3$ ; assim, o sulfato pode formar pares iônicos com  $Ca^{2+}$  e diminuir a sua atividade, reduzindo, dessa forma, a adsorção de P (Millero et al., 2001).

Na literatura encontram-se vários trabalhos referentes à utilização de  $S^0$  para diferentes finalidades, incluindo corretivo da salinidade (Abdelhamid et al., 2013; Kubenkulov et al., 2013; Andrade et al., 2018; Araújo et al., 2015), nutrição, produção e qualidade das culturas (Motior et al., 2011; Wiedenfeld, 2011; Heydarnezhad et al., 2012; Karimizarchi et al., 2014; Karimizarchi et al., 2018), solubilização de fosfato natural (Stamford et al., 2002; Stamford et al., 2004) e aumento da fitodisponibilidade de P (DeLuca et al., 1989; Kaplan & Orman, 1998; Franceloso et al., 2010; Hashemimajd et al., 2012).

Modalish et al. (1989) avaliaram o efeito de três doses de  $S^0$  (0,5, 1,5 e 3,0%) em três solos calcários com diferentes teores de  $CaCO_3$ , texturas e teor de P. Constataram diminuição significativa do pH do solo, aumentos da condutividade elétrica e do teor de sulfato, bem como do teor de P disponível, extraído pelo extrator Olsen nos três solos, sendo os efeitos mais pronunciados quanto menor foi o teor de  $CaCO_3$ . A maioria das mudanças ocorreram na dose de 0,5% de  $S^0$  e dentro das nove primeiras semanas após a incubação das doses.

Jaggi et al. (2005) avaliaram o efeito da aplicação de  $S^0$  (0,5 g kg<sup>-1</sup>) e da umidade do solo nas mudanças de pH e na concentração de P disponível em solos de reação ácida (pH 4,9), neutra (pH 7,1) e alcalina (pH 10,2). Observaram que não houve alterações significativas no pH de solos ácidos e neutros, havendo reduções nos valores de pH no solo alcalino, independente das condições de umidade do solo. Para a disponibilidade de P, observaram que, no solo alcalino, a aplicação de  $S^0$  combinada com a temperatura de 36°C e a irrigação baseada em 60% do volume total de poros aumentou a concentração de P disponível, avaliada pelo extrator Olsen, em 86% após um período de incubação de 42 dias.

Heydarnezhad et al. (2012) ao estudarem o efeito de duas doses de  $S^0$  (0 e 5 g  $kg^{-1}$ , 28° C e 60 dias) na disponibilidade de nutrientes em dois solos calcários do Irã, observaram que a aplicação de  $S^0$  reduziu os valores de pH (7,88 para 6,59 e 7,91 para 7,04), e elevou a condutividade elétrica (2,6 para 4,8 e 3,3 para 5,4 dS/m) e a disponibilidade de P avaliada pelo extrator Olsen (16,3 para 32,6 e 11,1 para 16,8 mg  $kg^{-1}$ ), indicando que a oxidação de  $S^0$  aumenta a solubilidade de compostos insolúveis de P.

Ao avaliarem o efeito de doses de  $S^0$  (0,25, 0,5 e 1,0 g  $kg^{-1}$  de solo) em solo alcalino, Hashemimajd et al. (2012) verificaram decréscimo dos valores de pH aos 28 dias, não havendo variação significativa após esse período nas menores doses. Observaram ainda aumentos nos valores de condutividade elétrica, devido a formação de sulfato de Ca, e do teor de P extraído pelo extrator Olsen, que alcançou maior valor na oitava semana após a incubação das doses, decrescendo posteriormente.

Em alguns trabalhos, entretanto, tem sido relatada ausência de efeitos da aplicação de  $S^0$  nas propriedades químicas do solo (Sameni & Kasraian, 2004; Shenker & Chen, 2005; Chien et al., 2011). Tais resultados podem estar relacionados à baixa taxa de oxidação do  $S^0$  aplicado, ou devido a teores elevados de  $CaCO_3$ , o qual atua como tampão do pH. Ademais, altas concentrações de ácido sulfúrico formado na oxidação do  $S^0$  pode inibir a atividade dos microrganismos que transformam  $S^0$  em  $SO_4^{2-}$  (Barrow, 1971).

Ye et al. (2010) estudaram como o  $S^0$  (0, 112, 224 e 448  $kg\ ha^{-1}$ ) altera a distribuição de P (fracionamento de Hedley) em solos orgânicos calcários cultivados com cana-de-açúcar no sul da Flórida, EUA. De forma geral, constataram reduções nos teores de P lábil, P-Fe e P-Al; a fração P-Ca permaneceu inalterada no início, mas diminuiu significativamente no final do cultivo. Verificaram ainda pouca variação nos valores de pH e baixa capacidade de suprimento de P às plantas, fato que associaram a elevada capacidade tampão de acidez dos solos.

Embora a aplicação de  $S^0$  seja uma alternativa promissora para aumentar a disponibilidade de P no solo, ainda há poucas informações na literatura sobre os efeitos dessa aplicação nas frações de P do solo e no desempenho de diferentes extratores de P disponível em SRA carbonáticos do semiárido nordestino, o que poderia contribuir para aprofundar o conhecimento da dinâmica de P e subsidiar o manejo racional do nutriente nesses solos.

### 3 MATERIAL E MÉTODOS

#### 3.1 Local, clima e solo

O estudo constou de dois experimentos, conduzidos em ambiente protegido, utilizando-se material da camada superficial (0 - 0,30 m) de um Vertissolo Háplico Órtico Hipocarbonático, coletado no município de Governador Dix-Sept Rosado (5°27'32"S, 37°31'15" O e 26 m de altitude), o qual está situado na microrregião da Chapada do Apodi, e pertencente à mesorregião do Oeste Potiguar, no Estado do Rio Grande do Norte (CPRM, 2005).

Segundo a classificação de Köppen, o clima local é do tipo muito quente e semiárido, com estação chuvosa entre fevereiro e maio, registrando-se precipitação pluviométrica anual de 712 mm, temperatura média em torno de 27,4 °C e umidade relativa do ar de 70%. A formação vegetal predominante é a do tipo Caatinga hiperxerófila com abundância de cactáceas, complementada com os Carnaubais (CPRM, 2005).

Geologicamente, o município encontra-se inserido na Província Borborema, sendo constituído pelos sedimentos das formações Jandaíra do Grupo Barreiras, além dos Depósitos Aluvionares. O material de origem é o calcário da Formação Jandaíra, do Grupo Apodi, sendo calcário bioclástico, calco-arenito e calcário dolomítico os componentes mais comuns (Brasil, 1981; CPRM, 2005).

A descrição do perfil de solo foi realizada conforme Lemos & Santos (1995). Após coletadas, as amostras foram secas ao ar, destorroadas e passadas em peneira de malha de 2,0 mm, e encaminhadas aos Laboratórios de Química e Fertilidade do Solo e de Física do Solo do CCA/UFPB para fins de caracterização química e de fertilidade, e análise granulométrica, respectivamente (**Tabela 1**).

**Tabela 1** - Caracterização química, granulométrica e de salinidade do Vertissolo Hipocarbonático háplico órtico, na profundidade de 0,30 m, antes da instalação do experimento

| Variável                                      | Unidade                            | Valor  | Variável                      | Unidade                            | Valor           |
|-----------------------------------------------|------------------------------------|--------|-------------------------------|------------------------------------|-----------------|
| Análises químicas                             |                                    |        | Granulometria                 |                                    |                 |
| pH (H <sub>2</sub> O) <sup>(2)</sup>          |                                    | 8,4    | Areia                         | g kg <sup>-1</sup>                 | 310             |
| pH (CaCl <sub>2</sub> ) <sup>(2)</sup>        |                                    | 7,7    | Silte                         | g kg <sup>-1</sup>                 | 397             |
| Na <sup>+</sup> <sup>(3)</sup>                | cmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> | 0,46   | Argila                        | g kg <sup>-1</sup>                 | 293             |
| K <sup>+</sup> <sup>(3)</sup>                 | cmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> | 0,84   | Classe textural               | -                                  | Franca argilosa |
| Ca <sup>2+</sup> <sup>(4)</sup>               | cmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> | 29,02  |                               |                                    |                 |
| Mg <sup>2+</sup> <sup>(4)</sup>               | cmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> | 10,69  |                               | Salinidade                         |                 |
| Al <sup>3+</sup> <sup>(4)</sup>               | cmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> | 0,00   | pH                            | -                                  | 8,5             |
| H+Al <sup>(5)</sup>                           | cmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> | 0,00   | CE <sub>es</sub>              | dS m <sup>-1</sup>                 | 1,98            |
| t <sup>(6)</sup>                              | cmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> | 41,01  | Na <sup>+</sup>               | mmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> | 5,50            |
| T <sup>(7)</sup>                              | cmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> | 41,01  | K <sup>+</sup>                | mmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> | 4,36            |
| V <sup>(8)</sup>                              | %                                  | 100    | Ca <sup>2+</sup>              | mmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> | 5,00            |
| PST <sup>(9)</sup>                            | %                                  | 1,12   | Mg <sup>2+</sup>              | mmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> | 8,75            |
| P Mehlich-1                                   | mg kg <sup>-1</sup>                | 5,13   | CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> | mmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> | 0,00            |
| P Olsen <sup>(10)</sup>                       | mg kg <sup>-1</sup>                | 142,21 | HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> | mmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> | 156,3           |
| P-RTI <sup>(11)</sup>                         | mg kg <sup>-1</sup>                | 4,0    | Cl <sup>-</sup>               | mmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> | 93,8            |
| P-rem <sup>(12)</sup>                         | mg L <sup>-1</sup>                 | 16,7   | SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> | mmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> | 0,14            |
| SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> <sup>(13)</sup> | mg dm <sup>3</sup>                 | 9,54   |                               |                                    |                 |
| CMA <sup>(14)</sup>                           | g kg <sup>-1</sup>                 | 889    |                               |                                    |                 |
| EAP <sup>(15)</sup>                           | L mg <sup>-1</sup>                 | 0,085  |                               |                                    |                 |
| CaCO <sub>3</sub>                             | g kg <sup>-1</sup>                 | 95,81  |                               |                                    |                 |
| COS <sup>(16)</sup>                           | g kg <sup>-1</sup>                 | 3,73   |                               |                                    |                 |

<sup>(1)</sup> Amostra composta oriunda da camada de 0 – 20 cm; <sup>(2)</sup> Relação solo:água 1:2,5; <sup>(3)</sup> Extrator Mehlich-1; <sup>(4)</sup> Extrator KCl 1 M; <sup>(5)</sup> Extrator acetato de cálcio 0,5 M a pH 7,0; <sup>(6)</sup> Capacidade de troca catiônica; <sup>(7)</sup> Capacidade de troca catiônica a pH 7,0; <sup>(8)</sup> Saturação por bases; <sup>(9)</sup> Porcentagem de sódio trocável; <sup>(10)</sup> Extrator Olsen (NaHCO<sub>3</sub> 0,5 M a pH 8,5); <sup>(11)</sup> Fósforo extraído por resina de troca iônica; <sup>(12)</sup> Fósforo remanescente; <sup>(13)</sup> Extrator CaCl<sub>2</sub> 0,01 M; <sup>(14)</sup> Capacidade máxima de adsorção de fosfato; <sup>(15)</sup> Energia de adsorção de fosfato; <sup>(16)</sup> Carbono orgânico do solo.

A caracterização química constou das seguintes determinações: pH em H<sub>2</sub>O e CaCl<sub>2</sub>; teores de Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup>, Ca<sup>2+</sup>, Mg<sup>2+</sup>, Al<sup>3+</sup> e H + Al, sendo os teores de Na<sup>+</sup> e K<sup>+</sup> extraídos em Mehlich-1 e dosados por fotometria de chama, enquanto que os teores de Ca<sup>2+</sup>, Mg<sup>2+</sup> e Al<sup>3+</sup> foram extraídos por KCl 1 mol L<sup>-1</sup>, e determinados por absorção atômica; teor de P disponível extraído por Mehlich-1 (Donagema et al., 2017), Olsen

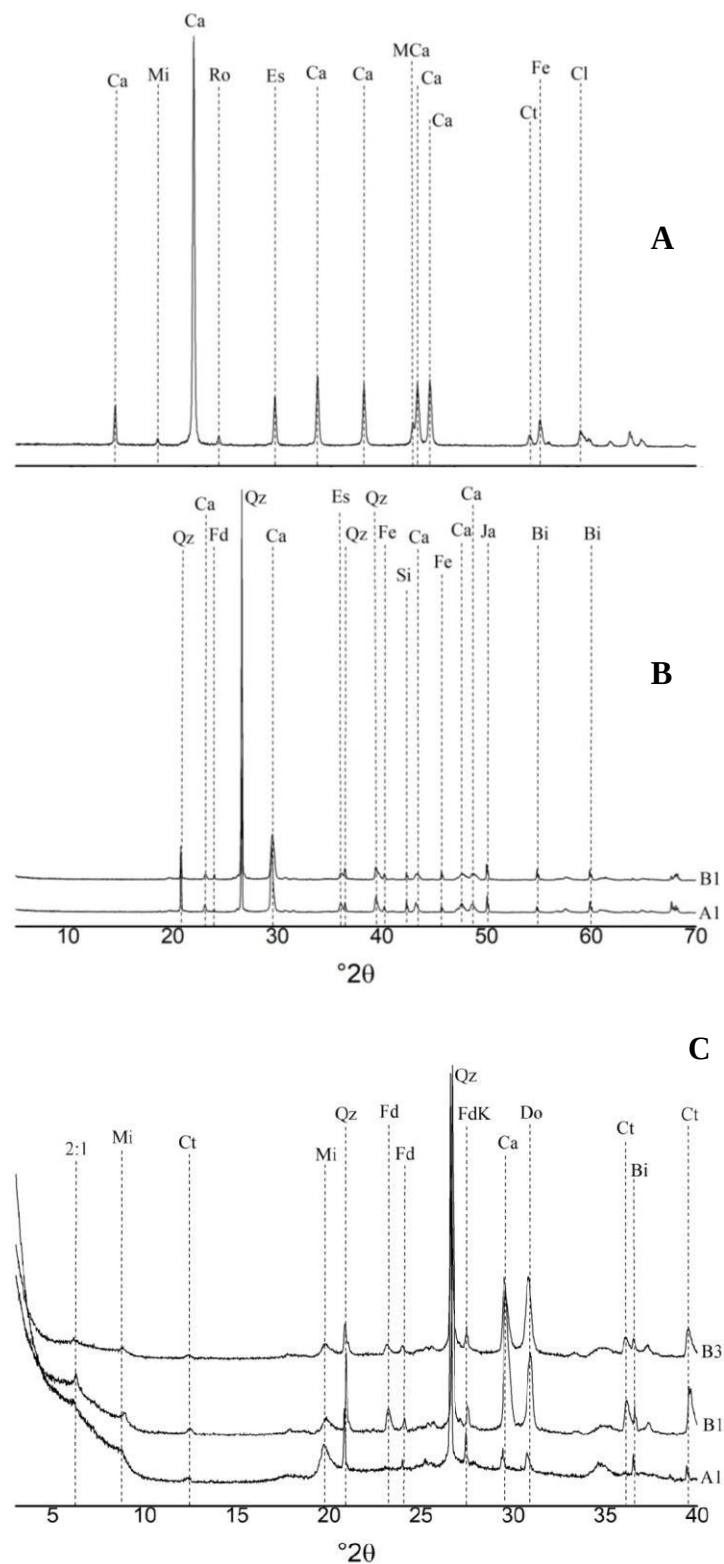
(Olsen et al., 1954) e Resina de troca iônica (Raij et al. 1999); P remanescente (P-rem) (Alvarez et al., 2000), e sulfato extraído por  $\text{CaCl}_2$   $0,01 \text{ mol L}^{-1}$  (Alvarez et al., 2001). A partir destes valores foram estimados os valores de soma de bases (SB), CTC efetiva (t), CTC potencial (T), saturação por bases (V%) e o percentual de sódio trocável (PST).

O teor de carbono orgânico foi determinado conforme metodologia proposta por Wang et al. (2012), com o uso de mufla (perda por ignição), e temperatura de  $375^\circ\text{C}$ . Os teores de  $\text{CaCO}_3$  foram determinados por titulação ácido-base, com digestão em  $\text{HCl}$   $0,5 \text{ mol L}^{-1}$  e titulação com solução padronizada de  $\text{NaOH}$  (Donagema et al., 2017).

A análise granulométrica foi realizada pelo método da pipeta (Donagema et al., 2017), enquanto a salinidade do solo foi caracterizado por meio das seguintes determinações: pH, condutividade elétrica, teores de cátions ( $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Na}^+$  e  $\text{K}^+$ ) e ânions ( $\text{Cl}^-$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{HCO}_3^-$  e  $\text{SO}_4^{2-}$ ) no extrato de saturação (Donagema et al., 2017) (**Tabela 1**).

A isoterma de sorção de P foram construída utilizando tubos de 25 ml com 1 g de solo adicionando-se concentrações crescentes de P em solução de equilíbrio de  $\text{CaCl}$   $0,01 \text{ mol L}^{-1}$ . As concentrações de P utilizadas foram 0, 6, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 90 e  $110 \text{ mg L}^{-1}$ , realizando-se em duplicatas. Com as médias relativas às quantidades de P adsorvido ao solo em função da concentração de equilíbrio, foram ajustadas as isotermas de Langmuir (região única),  $q = (\text{EAP} \times \text{CMAP} \times \text{Ceq}) / (1 + \text{EAP} \times \text{Ceq})$ , em que:  $q$  = P sorvido,  $\text{EAP}$  = constante relacionada à energia de ligação,  $\text{CMAP}$  = capacidade de adsorção de P e  $\text{Ceq}$  = P na solução de equilíbrio (Olsen & Watanabe, 1957).

Amostras da camada superficial do solo (0-0,20 m) e dos demais horizontes do perfil foram separadas, e as frações areia e argila submetidas às análises mineralógicas, por meio das técnicas de difratometria de raio-x (DRX) e fluorescência de raio-X (FRX). Os minerais da fração argila foram identificados por DRX em lâminas orientadas com argila total em suspensão, com eliminação de óxidos de Fe (Claessen, 1997). A fração areia do solo e a amostra do material de origem foram maceradas, e o pó cristalino passado para lâminas não orientadas. As análises foram realizadas por um DRX da marca Bruker, modelo D2 Phaser, operando com radiação  $\text{K}\alpha$  de cobre, 30 kV e 15 mA (**Figura 1**).



**Figura 1** - Difractometria de Raios - X de amostra do material de origem (A), da fração areia (B) e argila (C) de um Vertissolo Hipocarbonático. Quartzo (Qz), feldspato (Fd) e calcita (Ca), ferrihidrita (Fe), estroncianita (Si), biotita (Bi), jarosita (Ja), monohidrocalcita (MCa), rodocrocita (Ro) e estroncianita (Es), mica (Mi) e clorita (Cl); minerais 2:1 (2:1), mica (Mi), caulinita (Ct), dolomita (Do), feldspato (Fd), biotita (Bi) e quartzo (Qz).

### 3.2 Experimento I - Ensaio de incubação

O experimento foi realizado no período de março de 2016 à agosto de 2017, em abrigo telado, do Centro de Ciências Agrárias (CCA), da Universidade Federal da Paraíba (UFPB), localizado no município de Areia (6°51'47"S, 35°34'13"O e 575 m de altitude), Estado da Paraíba.

O experimento foi conduzido em delineamento inteiramente casualizado, com os tratamentos arranjos em esquema fatorial  $5 \times 5$  com quatro repetições, referente a cinco doses de  $S^0$  (0; 50; 100; 150 e 200% da dose de  $S^0$  para neutralizar o  $CaCO_3$ , o que equivaleu as doses de 0; 15; 30; 45 e 60 g  $kg^{-1}$  de  $S^0$ ), e cinco tempos de incubação (14; 28; 42; 56 e 70 dias); entretanto, para a avaliação dos valores de pH adotaram-se dez tempos de incubação (7; 14; 21; 28; 35; 42; 49; 56; 63 e 70 dias).

Inicialmente, amostras da camada superficial (0 - 0,30 m) de um Vertissolo Háplico Órtico Hipocarbonático (300 g de TFSA) foram incubadas com as respectivas doses de  $S^0$  em recipientes plásticos, sendo a umidade do solo mantida à 70% da capacidade de campo.

A fonte de enxofre elementar utilizada foi o enxofre elementar comercial em forma de pó (99% S), com diâmetro de partículas entre 0,25 e 0,50 mm.

A água utilizada para a manutenção da umidade das amostras durante o experimento apresentava as seguintes características físico-químicas: pH a 25°C = 6,20; condutividade elétrica a 25°C = 0,08 dS/m, cátions e ânions (mg/L):  $Ba^{2+}$  = 0,05;  $HCO_3^-$  = 19,9;  $Ca^{2+}$  = 1,42;  $Mg^{2+}$  = 0,99;  $K^+$  = 2,50;  $Na^+$  = 11,3;  $SO_4^{2-}$  = 1,34;  $Cl^-$  = 11,3.

Transcorridos cada período de incubação, foram retiradas subamostras de solo de cada unidade experimental; em seguida as subamostras foram secas ao ar, destorroadas e passadas em peneira de malha de 2,0 mm. Nessas subamostras foram realizadas as seguintes determinações: pH em  $H_2O$  na relação solo:água 1:2,5; teor de  $S-SO_4^{2-}$  em  $CaCl_2$  0,01 M, conforme Alvarez V. et al., 2001; e teor de  $CaCO_3$ , de acordo com Donagema et al., 2017).

Nas subamostras foi avaliado também o P disponível extraído por cinco diferentes extratores: P- $H_2O$  (relação solo:extrator 1:10), Mehlich-1 (relação 1:10 de solo para  $HCl$  0,05 mol  $L^{-1}$  +  $H_2SO_4$  0,0125 mol  $L^{-1}$ ), Olsen (relação 1:20 de  $NaHCO_3$  0,05 mol  $L^{-1}$  a pH 8,5),  $CaCl_2$  (relação 1:10 de  $CaCl_2$  0,01 mol  $L^{-1}$ ), e resina de troca

iônica (RTI). A dosagem de P obtida pelos extratores  $H_2O$ , Mehlich-1, Olsen e  $CaCl_2$  foi realizada pelo método fotolorimétrico do azul de molibdênio (EMBRAPA, 2017), enquanto que a dosagem de P pelo extrator Resina foi realizada conforme Murphy e Riley (1962).

Os dados foram analisados por meio de análises de variância, regressão e correlação, todas até o nível de 10% de significância.

Nas análises de variância foi empregado o software SISVAR<sup>®</sup> (Ferreira, 2000), enquanto que nas análises de regressão empregou-se o software TableCurve 3D<sup>®</sup> trial version, sendo a escolha do modelo realizada com base na significância dos parâmetros e no coeficiente de determinação. Nas análises de correlação foram estimados os coeficientes de correlação linear de Pearson entre os teores de P obtidos pelos diferentes extratores com os valores de P rem, teor de  $SO_4^{2-}$  e teor de  $CaCO_3$ .

### 3.3 Experimento II – Ensaio de Correlação

O experimento foi realizado no período de agosto de 2017 à agosto de 2018, em abrigo telado, do Centro de Ciências Agrárias (CCA), da Universidade Federal da Paraíba (UFPB), localizado no município de Areia, Estado da Paraíba, o qual está definido pelas seguintes coordenadas geográficas: 6°51'47" de latitude sul, 35°34'13" de longitude oeste e 575 m de altitude.

Adotou-se o delineamento de blocos casualizados, com os tratamentos arranjados em esquema fatorial  $2 \times 5$  com quatro repetições, referente a duas doses de  $S^0$  (0 e 30 g  $kg^{-1}$  de  $S^0$ ) e cinco doses de P (0; 222,3; 444,5; 666,7 e 889 mg  $kg^{-1}$  de P), totalizando 40 unidades experimentais, constituída por uma vaso plástico, contendo 3 dm<sup>3</sup> de solo.

As doses de P foram baseadas no valor de CMAP (889 mg  $kg^{-1}$  de P), sendo os níveis equivalentes a 0; 25; 50; 75 e 100% do valor da CMAP. Por outro lado, a dose de  $S^0$  (30 g  $kg^{-1}$ ) foi escolhida por ter sido àquela responsável pela redução do valor de pH do solo para 7,0 aos 42 dias após a incubação das doses.

A fonte utilizada foi o enxofre elementar comercial em forma de pó (99% S), apresentando partículas com diâmetro entre 0,25 e 0,50 mm.

Inicialmente, subamostras (3,5 kg de TFSA) do Vertissolo Háplico Órtico

Hipocarbonático foram incubadas com as doses de  $S^0$ , mantendo-se a umidade do solo próxima de 70% da capacidade de campo.

A água utilizada para a manutenção da umidade do solo das unidades experimentais apresentou as seguintes características físico-químicas: pH a 25°C = 6,20; condutividade elétrica a 25°C = 0,08 dS m<sup>-1</sup>; cátions e ânions (mg L<sup>-1</sup>): Ba<sup>2+</sup> = 0,05; HCO<sub>3</sub><sup>-</sup> = 19,9; Ca<sup>2+</sup> = 1,42; Mg<sup>2+</sup> = 0,99; K<sup>+</sup> = 2,50; Na<sup>+</sup> = 11,3; SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> = 1,34; Cl<sup>-</sup> = 11,3.

Após 42 dias, foram aplicadas as doses de P avaliadas, utilizando-se reagente KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> p.a., balanceando-se o K aplicado nos tratamentos com KCl; após, o solo foi novamente incubado por 21 dias, mantendo-se a umidade do solo à 70% da capacidade de campo.

Após esse período, subamostras de solo de cada vaso foram coletadas e secas ao ar, destorroadas e passadas em peneira de malha de 2,0 mm para determinação dos seguintes atributos: pH em H<sub>2</sub>O; teor de P pelos extratores H<sub>2</sub>O, Mehlich-1, Olsen, CaCl<sub>2</sub> 0,01 mol L<sup>-1</sup> e resina de troca iônica; teor de S-SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> extraído por CaCl<sub>2</sub> 0,01 mol L<sup>-1</sup>, conforme Alvarez V. et al. (2001).

Nessas mesmas amostras foi realizado o fracionamento sequencial de P inorgânico, conforme esquema proposto por Chang & Jackson (1957), mas seguindo o método descrito em Kuo (1996). Nesse procedimento, o P foi dividido em quatro frações, utilizando-se o procedimento de extração sequencial na seguinte ordem:

- 1) Extração com NH<sub>4</sub>Cl 1 mol L<sup>-1</sup> para extrair P solúvel (P-solúvel);
- 2) Extração com NH<sub>4</sub>F 0,5 mol L<sup>-1</sup> a pH 8,2 para extrair P-Al;
- 3) Extração com NaOH 0,1 mol L<sup>-1</sup> para extrair P-Fe;
- 4) Extração com H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,25 mol L<sup>-1</sup> para extrair P-Ca;

Os tempos de extração das respectivas frações foram estabelecidos conforme Souza Júnior et al. (2012), sendo de 0,5; 1; 17 e 1 h, respectivamente. Em todas as extrações as amostras foram agitadas a 150 rpm; após cada extração, as amostras foram lavadas duas vezes com solução de NaCl 1 mol L<sup>-1</sup>, perfazendo, assim, o extrato. A dosagem de P nos extratos foi feita por colorimetria, conforme Braga & Defelipo (1974).

Após a coleta das amostras, foram semeadas, em cada vaso, quatro sementes de sorgo forrageiro cv. Ponta Negra. Aos dez dias após o plantio foi feito o desbaste das plantas deixando-se duas plantas por vaso.

Além das doses de P e S<sup>0</sup> os vasos receberam adubação básica com N e micronutrientes, conforme recomendação de Malavolta (1980) modificada. Foram aplicadas as seguintes doses, em mg kg<sup>-1</sup>: N = 200; B = 0,5; Cu = 1,5; Mn = 4; Mo = 0,15 e Zn = 5,0, utilizando-se as seguintes fontes: ureia, H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>, CuSO<sub>4</sub>.5H<sub>2</sub>O, MnSO<sub>4</sub>.4H<sub>2</sub>O, molibdato de amônio e ZnSO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O, respectivamente.

A dose de N foi parcelada em três aplicações (14, 28 e 42 dias após semeadura), enquanto que os micronutrientes foram aplicados na forma de "coquetel", em dose única, aos 15 dias após a semeadura.

Na época de florescimento, aos 50 dias após semeadura, foi efetuado o corte da parte aérea das plantas de cada vaso, a 1 cm do solo. Em seguida, o material vegetal foi lavado em água corrente de torneira e, posteriormente, com água destilada. Posteriormente, o material vegetal foi seco em estufa de circulação forçada de ar (60-65 °C), até peso constante, para obtenção da massa da matéria seca da parte aérea (MSPA). Nesse material foram determinados os teores de P (digestão sulfúrica) e de S (digestão nítrico perclórica), conforme Tedesco et al. (1995). Posteriormente, foram calculados os respectivos acúmulos (mg planta<sup>-1</sup>), multiplicando-se os dados de massa de matéria seca (g planta<sup>-1</sup>) pelos respectivos teores (mg g<sup>-1</sup>).

Os dados de massa de matéria seca, teores e acúmulos foliares de P e S, teores de P disponíveis extraídos pelos extratores avaliados e teores das frações inorgânicas de P foram submetidos as análises de variância e avaliados por meio de regressão polinomial, realizando-se o desdobramento das doses de P em função da ausência ou presença de S<sup>0</sup>; nessas análises, a escolha do modelo foi baseada na significância dos estimadores dos parâmetros de regressão de probabilidade e nos valores de R<sup>2</sup>.

Foram ainda estimados os coeficientes de correlação linear de Pearson entre os teores de P obtidos pelos diferentes extratores com os teores das frações de P inorgânico avaliadas.

No cálculo dos níveis críticos de P no solo, a relação entre os dados de massa de matéria seca da parte aérea e os teores de P no solo pelos diferentes extratores foi ajustada usando a equação assintótica de Mitscherlich (National Academy of Sciences, 1961), optando-se pelo modelo polinomial de segundo grau quando o ajuste não foi satisfatório.

$$Y = a (100 - e^{-bx}) \quad (\text{Eq. 1})$$

em que:

Y = matéria seca da parte aérea produzida (g/planta);

X = teor de P extraído pelos extratores H<sub>2</sub>O, CaCl<sub>2</sub> 0,01 mol L<sup>-1</sup>, Mehlich-1, Olsen e resina de troca iônica;

a = produtividade máxima;

b = parâmetro relacionado à curvatura.

Para gerar valores mais realísticos do parâmetro a, os valores de massa da matéria seca foram convertidos em produção relativa. Assim, para calcular o nível crítico no solo pelo modelo ajustado convencionou-se utilizar 90% do valor de a.

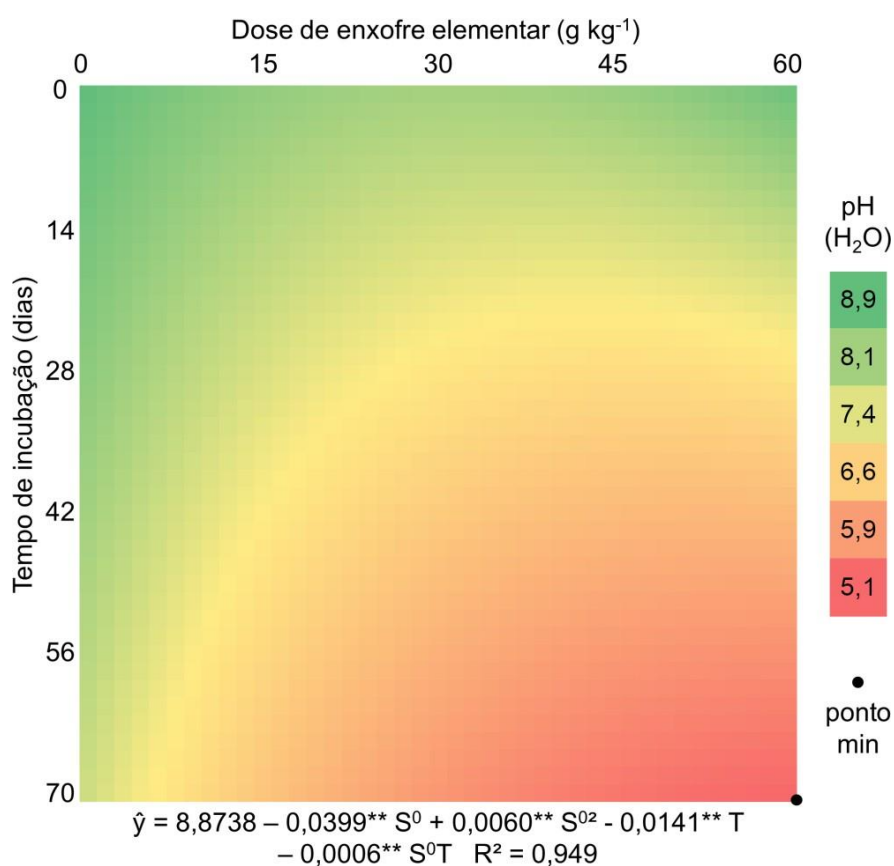
Todas as análises foram realizadas com o software SISVAR (Ferreira, 2000), adotando-se nível de significância de até 10%.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 Experimento I – Ensaio de incubação

#### 4.1.1. pH do solo

Os valores de pH foram reduzidos de forma quadrática com a elevação das doses de  $S^0$  e de forma linear com o tempo de incubação das mesmas, havendo interação negativa entre esses dois fatores (**Figura 2**). Pela equação de regressão ajustada estimou-se valor mínimo de 5,14, combinando-se a dose de  $60 \text{ g kg}^{-1}$  de  $S^0$  e tempo de incubação de 70 dias, o que representa uma redução de 72% em relação aos valores de pH observados inicialmente (8,87).



**Figura 2** - Valores de pH de um Vertissolo Háplico carbonático, em função das doses de  $S^0$  e do tempo de incubação das doses \*\* significativo a 1% pelo teste F

Os resultados obtidos se devem o fato de que a oxidação do  $S^0$  para  $S\text{-SO}_4^{2-}$  gera  $\text{H}^+$ , e estes conduzem a redução do pH do solo, bem como a capacidade do So

neutralizar os carbonatos livres no solo (Kaplan & Orman, 1998); ademais, indicam que os fatores ambientais foram não limitantes à reação (Stamford et al., 2002).

Em geral, as taxas de oxidação de  $S^0$  são maiores em temperaturas entre 10 e 40° C, com a umidade do solo próxima à capacidade de campo e para partículas com dimensões entre 80 e 1.000 mesh; assim, a oxidação tende a ser maior em SRA e, ou, que receberam  $CaCO_3$  e naqueles previamente fertilizados com  $S^0$  (maior proliferação de organismos oxidantes) (Lucheta & Lambais, 2012).

Encontram-se na literatura diversos trabalhos reportando redução nos valores de pH do solo com a aplicação de  $S^0$ , incluindo desde solos com baixos teores de  $CaCO_3$  e menos tamponados (Horowitz & Meurer, 2006) até solos alcalinos não carbonáticos, a exemplo de solos nátricos (Kubenkulov et al. 2013; Araujo et al., 2015; Andrade et al., 2018). Em geral, as doses de  $S^0$  utilizadas para alcançar o pH desejado nesses solos são menores, indicando maior eficiência da aplicação de  $S^0$ .

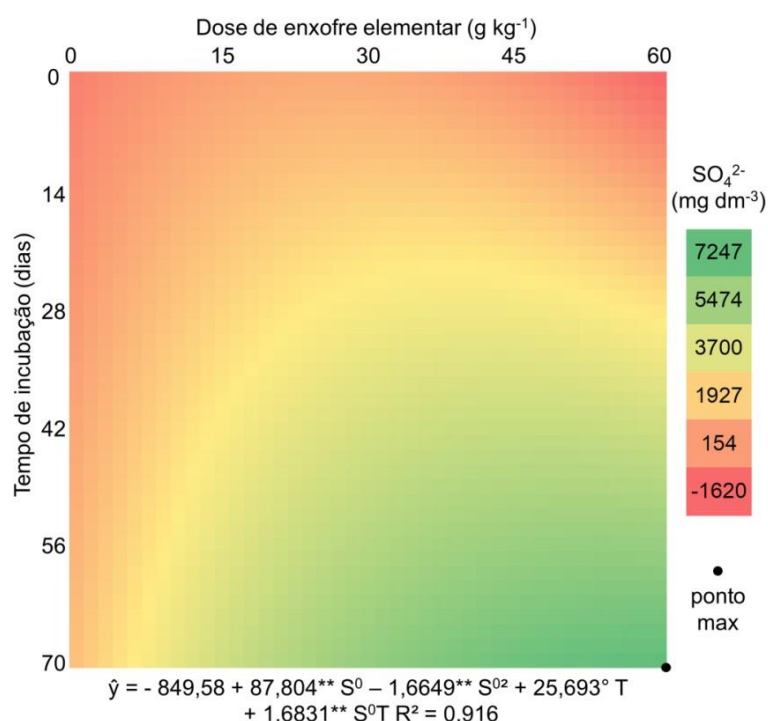
Em solos carbonáticos, entretanto, o  $CaCO_3$  consome os  $H^+$  produzidos na oxidação do  $S^0$ , indicando o  $CaCO_3$  como uma variável que tampona o efeito da acidificação promovida pela oxidação, reduzindo a eficiência do  $S^0$  na redução do pH. Nesse sentido, De Luca et al. (1989) observaram decréscimo de apenas 0,09 unidades de pH (de 8,57 para 8,48) após 28 dias de incubação de 100 kg ha<sup>-1</sup> de  $S^0$  num solo contendo 67,4 g kg<sup>-1</sup> de  $CaCO_3$ .

Apesar do teor elevado de  $CaCO_3$  do solo deste trabalho (95,0 g kg<sup>-1</sup>), observou-se redução de até 3,7 unidades de pH após o período de incubação de 70 dias. Vale ressaltar, entretanto, que essa redução foi registrada com a aplicação da maior dose de  $S^0$  (60 g kg<sup>-1</sup>), a qual foi bastante superior às utilizadas na maioria dos trabalhos encontrados na literatura (0,25 a 30 g kg<sup>-1</sup> de  $S^0$ ). Tais diferenças, em termos de doses e de reduções no pH do solo, se devem ao fato de ter sido adotado, no presente trabalho, o critério da neutralização do  $CaCO_3$ .

Ainda com base na equação de regressão ajustada ressalta-se que a dose 30 g kg<sup>-1</sup>  $S^0$  e o tempo de incubação de 42 dias foram responsáveis pela redução do valor de pH do solo inicial (8,8) para o valor igual a 7,0; dessa forma, essa foi a combinação escolhida para a realização do segundo experimento integrante deste trabalho.

#### 4.1.2. Teores de sulfato, carbonato e valor de P remanescente

Os teores de  $\text{SO}_4^{2-}$  aumentaram de forma quadrática com a elevação das doses de  $\text{S}^0$  e de forma linear com o tempo de incubação das doses, havendo interação positiva desses fatores sobre essa variável (**Figura 3**). Tais resultados indicam que a oxidação do  $\text{S}^0$  para  $\text{SO}_4^{2-}$  ocorreu normalmente, sem que houvesse influência negativa dos diversos fatores ambientais envolvidos nessa reação (temperatura, umidade, aeração, pH do solo, diversidade microbiana, tamanho da partícula, dispersão no solo, fonte de S, etc) (Lucheta & Lambais, 2012).



**Figura 3** - Teor de sulfato ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) de um Vertissolo Háplico carbonático, em função das doses de  $\text{S}^0$  e do tempo de incubação das doses

\*\* e  $^{\circ}$  significativo a 1 e 10% de probabilidade pelo teste F, respectivamente.

Com base na equação de regressão ajustada, estimou-se teor máximo de  $\text{SO}_4^{2-}$  (7292,2  $\text{mg dm}^{-3}$ ) combinando-se a maior dose de  $\text{S}^0$  (60  $\text{g kg}^{-1}$ ) com o maior tempo de incubação (70 dias); esse teor suplantou em mais de 100 vezes o teor de sulfato (9,54  $\text{mg dm}^{-3}$ ) registrado no tratamento controle (dose 0  $\text{g kg}^{-1}$  de  $\text{S}^0$  e tempo de incubação igual a zero dias) (**Figura 4**). Turan et al. (2013) também verificaram aumentos consideráveis no teor de sulfato em Vertissolo da Turquia, após incubação das doses de  $\text{S}^0$  por um período de 56 dias; os autores registraram incrementos de

aproximadamente 20 vezes nos teores de  $\text{SO}_4^{2-}$  em relação aos do tratamento controle quando aplicaram a dose de  $0,8 \text{ g kg}^{-1}$  de  $\text{S}^0$ .

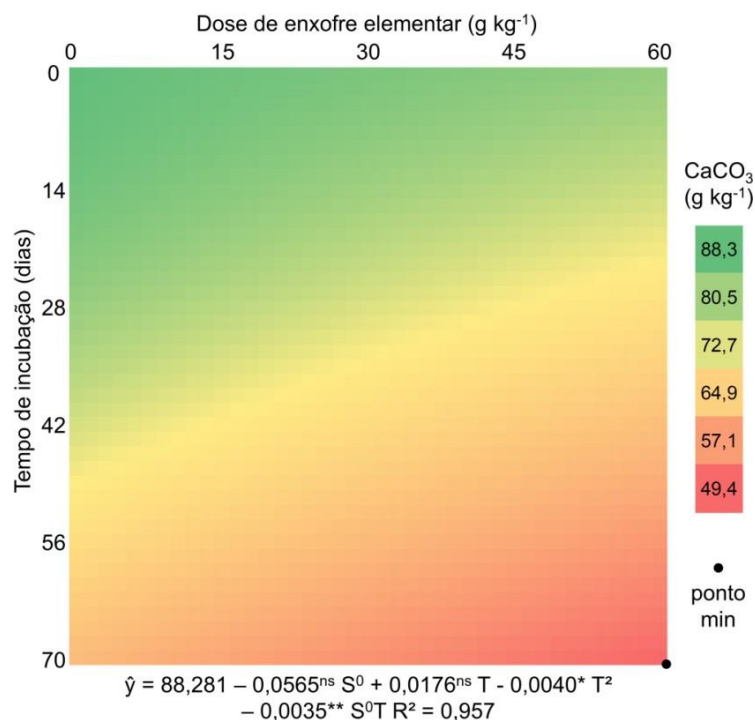
Modalish et al. (1989) avaliaram o efeito de três doses de  $\text{S}^0$  (0,5, 1,5 e 3,0%) sobre os teores de sulfato em três solos calcários da Arábia Saudita. Constataram efeitos significativos dos fatores textura, doses, tempo e profundidade de incubação das doses de  $\text{S}^0$ , sendo os maiores aumentos registrados no solo com menor teor de argila e de carbonato, na dose de 3,0% de  $\text{S}^0$ , dentro das nove primeiras semanas de incubação e na profundidade de 0,10 m. Ao restringir a avaliação à profundidade de 0,10 m, os autores constataram incrementos nos teores de sulfato que variaram de 300 a 4800 %, corroborando assim com a tendência de elevação dos teores de sulfato encontrada nesse trabalho (**Figura 4**).

Diante desses resultados infere-se que apesar dos efeitos positivos do  $\text{S}^0$  na redução dos valores de pH do solo e na elevação dos teores de  $\text{SO}_4^{2-}$ , houve um aporte considerável de sulfato ao solo, o qual excede em muito a demanda das culturas; em razão disso, o excesso de  $\text{SO}_4^{2-}$  pode resultar em desequilíbrios nutricionais e, ou, reduzir a disponibilidade de outros nutrientes, incluindo o P (Alvarez V. et al., 2007).

Os teores de  $\text{CaCO}_3$  não foram influenciados pelas doses de  $\text{S}^0$ , mas aumentaram de forma quadrática com a elevação do tempo de incubação das doses; ademais, houve interação negativa dos fatores dose e tempo de incubação das doses de  $\text{S}^0$  sobre essa variável (**Figura 4**). Tais resultados estão relacionados com os efeitos promovidos pelo  $\text{S}^0$  na acidificação do solo (**Figura 3**) e demonstram que o efeito das doses de  $\text{S}^0$  sobre os teores de  $\text{CO}_3$  é dependente da variável tempo de incubação.

Assim, a partir da equação de regressão ajustada estimou-se teor mínimo de  $\text{CO}_3$  ( $51,8 \text{ g kg}^{-1}$ ) combinando-se a maior dose de  $\text{S}^0$  ( $60 \text{ g kg}^{-1}$ ) com o maior tempo de incubação das doses (70 dias), o que corresponde a uma redução de 70,5% em relação ao teor de  $\text{CO}_3$  ( $88,3 \text{ g kg}^{-1}$ ) registrado no tratamento controle (**Figura 5**).

Ao combinarem a dose de  $476 \text{ kg ha}^{-1}$  de  $\text{S}^0$  e tempo de incubação de 159 dias, Abdelhamid et al. (2013) constataram discreta redução no teor de  $\text{CO}_3$ , o qual diminuiu de 12,8 para 11,4%. Vale ressaltar, entretanto, que apesar do maior tempo de incubação, as doses aplicadas no referido trabalho foram bastante inferiores as avaliadas no presente trabalho.

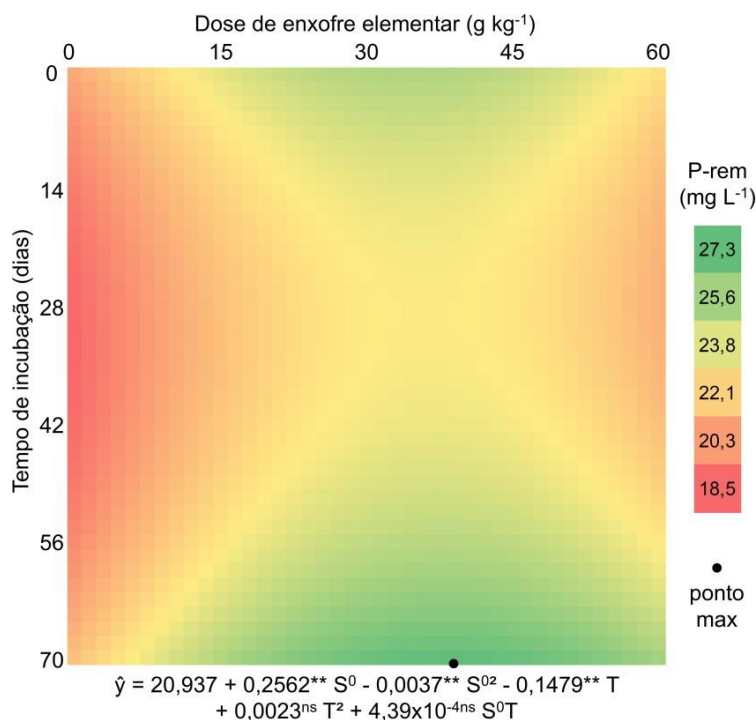


**Figura 4** - Teor de carbonato ( $\text{CaCO}_3$ ) de um Vertissolo Háplico carbonático, em função das doses de  $\text{S}^0$  e do tempo de incubação das doses

\*, \*\* e <sup>ns</sup> significativo a 5 e 1%, e não significativo, respectivamente, pelo teste F

De forma geral, os íons  $\text{H}^+$  produzidos durante a oxidação biológica do  $\text{S}^0$  são consumidos pelo  $\text{CaCO}_3$  em solos carbonáticos, indicando esse atributo como variável que tampona o efeito da acidificação promovida pela oxidação do  $\text{S}^0$ . Conforme Zhang et al. (2016), o teor de  $\text{CaCO}_3$  é um forte tamponante da acidez do solo quando seu teor é elevado (entre 2,5 e 30%); quando os teores são baixos (inferior a 2,5%) esse ânion se mostra ineficiente em tamponar a acidez do solo, fato que se deve ao revestimento da superfície do  $\text{CaCO}_3$  pelos colóides orgânicos e inorgânicos do solo, prevenindo, assim, a dissolução do  $\text{CaCO}_3$ .

Os valores de P-rem aumentaram de forma quadrática com a elevação das doses de  $\text{S}^0$ , diminuíram de forma quadrática com o aumento do tempo de incubação, havendo interação positiva entre os fatores dose e tempo de incubação (**Figura 5**). Em razão disso, pela equação de regressão ajustada estimou-se valor máximo de P-rem ( $27,0 \text{ mg L}^{-1}$ ) combinando-se a dose de  $37,3 \text{ g kg}^{-1}$  de  $\text{S}^0$  com o maior tempo de incubação (70 dias); esse valor corresponde a um aumento de 35,0 % em relação ao valor de P-rem ( $20,9 \text{ mg L}^{-1}$ ) observado no tratamento controle (**Figura 5**).



**Figura 5** - Valores de P remanescente (P-rem) de um Vertissolo Háplico carbonático, em função das doses de S<sup>0</sup> e do tempo de incubação das doses.

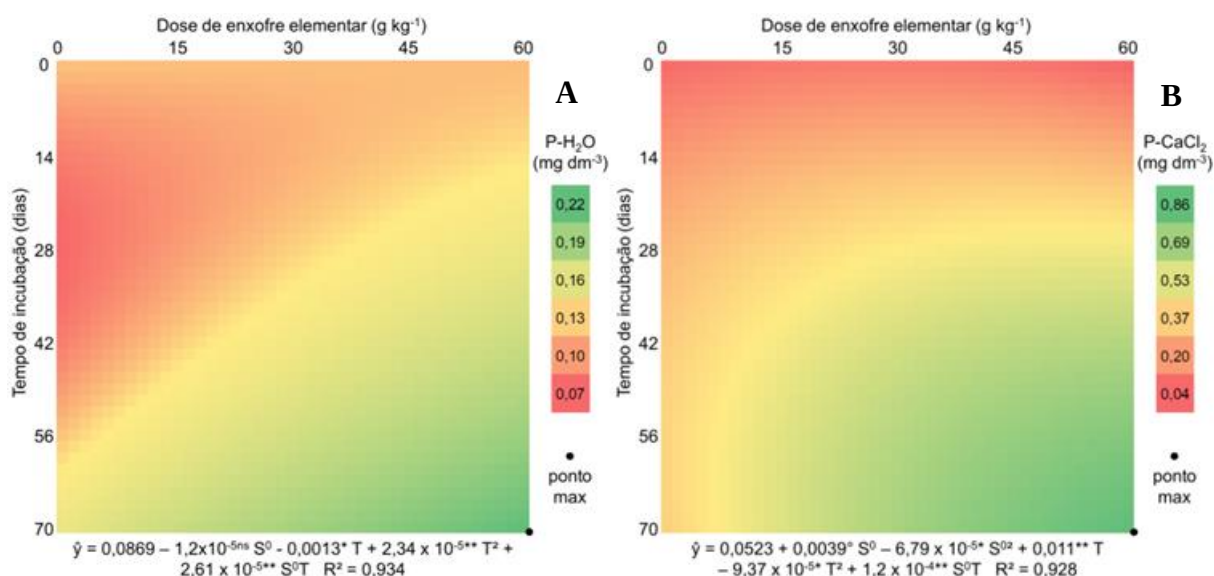
\*\* e <sup>ns</sup> significativo a 5% e não significativo, respectivamente, pelo teste F

A elevação dos valores de P-rem com o aumento das doses de S<sup>0</sup> indica que a acidificação do solo promovida pelo S<sup>0</sup> também contribuiu para reduzir a capacidade tampão de P do solo (**Figura 5**). Tais resultados podem ser explicados por um provável efeito de competição entre os ânions sulfato e fosfato, ou mesmo pela redução dos teores de CaCO<sub>3</sub>, o qual pode fixar P em valores de pH's mais alcalinos. Resultados semelhantes foram obtidos por diversos autores (DeLuca et al., 1989; Hashemimajd et al., 2012; Abdelhamid et al., 2013).

A capacidade tampão é fator relevante na avaliação da disponibilidade de P no solo, sobretudo naqueles mais intemperizados, sendo influenciada pela quantidade e qualidade dos constituintes minerais da fração argila. Nos solos menos desenvolvidos, a exemplo daqueles da região Nordeste, em que predominam altos valores de pH, alta concentração de sais, elevados teores de Ca e baixos teores de Fe e Al a adsorção de P tende a ser menor, devido as cargas negativas presentes nas superfícies dos colóides diminuírem o potencial eletrostático do plano de adsorção e aumentar a repulsão entre o fosfato e a superfície adsorvente. Assim, a sorção de P nesses solos ocorre principalmente pela precipitação do P com os íons Ca, sobretudo naqueles de origem calcária (Broggi et al., 2011).

#### 4.1.3. Teores de “P disponível”

Os teores de P-H<sub>2</sub>O não foram influenciados pelas doses de S<sup>0</sup>, mas diminuíram de forma quadrática com o tempo de incubação das mesmas; além disso, houve interação positiva entre esses dois fatores (**Figura 6A**). Por outro lado, os teores de P-CaCl<sub>2</sub> aumentaram de forma quadrática em função das doses de S<sup>0</sup> e do tempo de incubação, havendo também interação positiva entre esses dois fatores (**Figura 6B**).



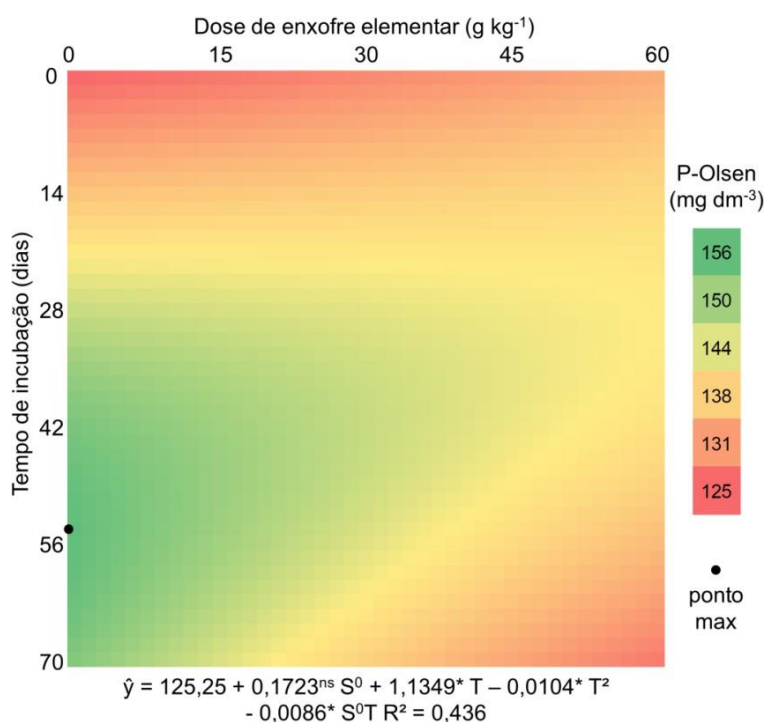
**Figura 6** - Teores de P extraídos em H<sub>2</sub>O (A) e CaCl<sub>2</sub> 0,01 M (B) de um Vertissolo Háplico carbonático, em função das doses de S<sup>0</sup> e do tempo de incubação das doses  
°, \*, \*\* e <sup>ns</sup>: significativo a 10, 5 e a 1%, e não significativo, respectivamente, pelo teste F.

De forma geral, os incrementos nos teores de P-H<sub>2</sub>O e P-CaCl<sub>2</sub> foram baixos em termos absolutos (de 0,06 a 0,36 mg dm<sup>-3</sup> para P-H<sub>2</sub>O e de 0,18 a 0,49 mg dm<sup>-3</sup> para P-CaCl<sub>2</sub>), sendo os teores de P-CaCl<sub>2</sub> 4,5 vezes maiores, em média, em relação aos de P-H<sub>2</sub>O (**Figura 6A**). Em razão da interação positiva entre os fatores doses de S<sup>0</sup> e tempo de incubação, estimaram-se valores máximos ao combinar a maior dose de S<sup>0</sup> (60 g kg<sup>-1</sup>) com o maior tempo de incubação (70 dias).

A utilização de H<sub>2</sub>O e/ou, soluções iônicas como CaCl<sub>2</sub> 0,01 M tem como vantagem a baixa interferência nas trocas iônicas, e no caso da última, o fato de o Ca<sup>2+</sup> ser o cátion predominante na maioria dos solos; assim seu uso é mais adequado para mensurar o fator intensidade de P no solo (Houba et al., 2000; Carreira et al., 2006). Contudo, o extrator CaCl<sub>2</sub> se mostrou ineficiente na avaliação

da disponibilidade de P em quatro solos de diferentes pedoambientes do Estado do Rio Grande do Norte (dois Neossolo Quartzarênicos, um Organossolo e um Chernossolo), exibindo baixo poder de extração na população de solos estudada e ausência de diferenças entre os teores de P recuperados em função das doses aplicadas (Lima & Oliveira, 1998).

Os teores de P-Olsen aumentaram de forma quadrática com o tempo de incubação, verificando-se interação negativa com as doses de  $S^0$  (**Figura 7**). Assim, o teor de P-Olsen foi maior ( $155,8 \text{ mg dm}^{-3}$ ) com o tempo de incubação de 57 dias e a dose zero de  $S^0$ , diminuindo para  $136,8 \text{ mg dm}^{-3}$  quando a dose de  $S^0$  foi aumentada para  $60 \text{ g kg}^{-1}$ , devido ao efeito da interação negativa.



**Figura 7** - Teores de P extraídos por Olsen de um Vertissolo Háplico carbonático, em função das doses de  $S^0$  e do tempo de incubação das doses.

\*, \*\* e <sup>ns</sup>: significativo a 5 e 1%, e não significativo, respectivamente pelo teste F

Modalish et al. (1989) verificaram efeito das doses de  $S^0$  e do tempo de incubação das doses sobre os teores de P-Olsen em três solos alcalinos calcários da Arábia Saudita, registrando-se maiores teores com a dose de  $30 \text{ g kg}^{-1}$  de  $S^0$  e tempo de incubação entre 21 e 56 dias. Ainda conforme os autores houve diferença na resposta à aplicação de  $S^0$  entre os solos, sendo as respostas mais baixas observadas no solo com maior teor de  $\text{CaCO}_3$ , maior relação  $\text{CaCO}_3/\text{argila}$ , maior

valor de pH e com maior capacidade de retenção de P.

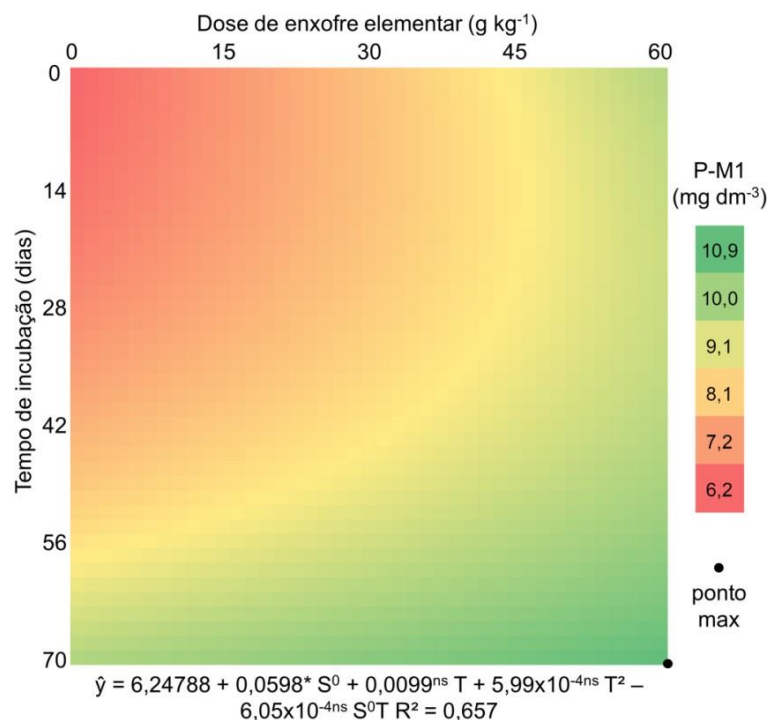
De forma geral, os teores de P-Olsen foram mais elevados em relação aos demais extratores. Lima & Oliveira (1998) também constataram superioridade do extrator Olsen na extração de P em solos do Rio Grande do Norte em relação aos extratores Mehlich-1, Bray e  $\text{CaCl}_2$  0,01 M, fato que atribuíram a estabilidade e a versatilidade do referido extrator nas mais diferentes condições de solo.

A superioridade do extrator Olsen se deve ao fato do mesmo ser um extrator com pH mais elevado (8,5), contendo íons bicarbonatos que atuam complexando os cátions ligados ao P, aumentando assim a extração deste elemento (Lima & Oliveira, 1998). Adicionalmente, o sulfato formado pela oxidação do  $\text{S}^0$  pode atuar na dessorção de fosfato; além disso, pode haver liberação do fosfato co-precipitado com carbonatos para a solução por troca de ligantes, e ainda transformação de P-Ca para formas de P-Al e P-Fe, as quais são mais estáveis em pH's mais baixos e, as preferencialmente extraídas pelo extrator Olsen (Novais et al., 2007).

Os teores de P-M1 aumentaram linearmente com a elevação das doses de  $\text{S}^0$  e de forma quadrática com o tempo de incubação (**Figura 8**). Com base na equação de regressão ajustada estimou-se maior teor de P ( $10,9 \text{ mg dm}^{-3}$ ) com a dose de  $60 \text{ g kg}^{-1}$  de  $\text{S}^0$  combinada com o tempo de incubação de 70 dias, o que corresponde a um aumento de 75,0% em relação ao teor observado no tratamento controle ( $0 \text{ g kg}^{-1}$  de  $\text{S}^0$  e tempo zero de incubação).

O aumento nos teores de P-M1 com a elevação das doses de  $\text{S}^0$  e do tempo de incubação se deve a dissolução de carbonatos, contendo fosfato co-precipitado; ademais, o aumento dos teores de  $\text{SO}_4^{2-}$  em solução pode ter contribuído para aumentar o poder de extração de P. O extrator Mehlich-1 consegue extrair do solo maior quantidade de P-Ca, devido a menor estabilidade e a maior solubilidade de fosfatos de Ca em meio ácido (Souza et al., 2017).

Apesar disso, a extração de P-M1 em solos alcalinos calcários tem sido normalmente baixa, devido a ação tamponante dos carbonatos sobre a acidez do extrator, provocando redução do poder de extração (Silva & Raij, 1999; Viegas et al., 2010; Freitas et al., 2013). Segundo Guo et al. (1996), 0,75% de carbonatos neutraliza 50% da acidez do extrator Mehlich-1, o que provavelmente explica os teores mais baixos de P-M1 em relação aos de P-Olsen, o qual é considerado insensível aos carbonatos presentes no solo.

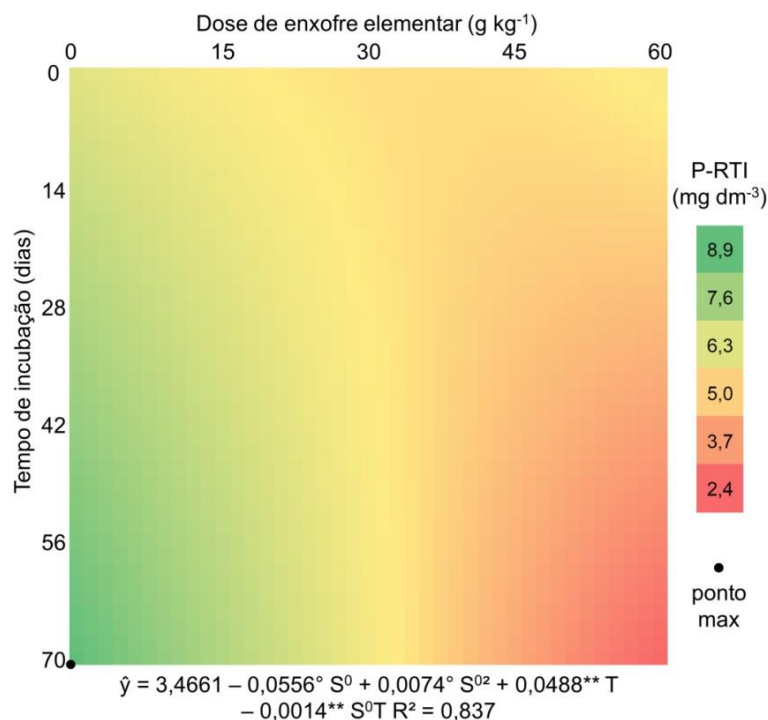


**Figura 8** - Teores de P extraídos por Mehlich-1 de um Vertissolo Háplico carbonático, em função das doses de S<sup>0</sup> e do tempo de incubação das doses

\*, \*\* e <sup>ns</sup>: significativo a 5 e 1%, e não significativo, respectivamente pelo teste F

Os teores de P-RTI diminuíram de forma quadrática com as doses de S<sup>0</sup> e aumentaram de forma linear com o tempo de incubação, sendo verificada interação negativa entre esses dois fatores (**Figura 9**). Assim, com base na equação de regressão ajustada estimou-se maior teor de P (6,87 mg dm<sup>-3</sup>) com a dose de 0 g kg<sup>-1</sup> de S<sup>0</sup> combinada com o tempo de incubação de 70 dias, o que representa um aumento de 98,5% em relação ao teor observado no tratamento controle (0 g kg<sup>-1</sup> de S<sup>0</sup> e tempo zero de incubação).

Apesar da acidificação promovida pela oxidação do S<sup>0</sup>, a diminuição dos teores de P-RTI em função da elevação das doses de S<sup>0</sup> indica possível aumento do fator capacidade tampão de fosfato (FCP) do solo em pH's menores (Delgado et al., 2010). Isso provavelmente se deveu ao aumento das cargas positivas em óxidos de Fe e hidróxidos de Al, anteriormente presentes como complexos aniônicos, o que resultou em maior adsorção de fosfato, e com uma energia de ligação maior em relação ao Ca<sup>2+</sup> (Arruda et al., 2015).



**Figura 9** - Teores de P extraídos pela Resina de um Vertissolo Háplico carbonático, em função das doses de S<sup>0</sup> e do tempo de incubação das doses.

° e \*\*: significativo a 10 e 1%, respectivamente pelo teste F

De forma geral, o extrator RTI recupera apenas as formas lábeis de P, assemelhando-se ao fenômeno de absorção de nutrientes pelas raízes das plantas. Além disso, esse extrator pouco interfere no tamponamento do pH do solo, não modifica o pH da solução extratora e não provoca dissolução e/ou complexação de compostos (Silva & Raij, 1999; Sousa Junior et al., 2006); ademais, a utilização da resina mista, empregada nesse trabalho, resulta em maior extração do P-Ca, em comparação com os valores obtidos pela resina aniônica, devido a solubilização do P-Ca não lábil (Freitas et al., 2013; Valadares et al., 2017).

#### 4.1.4. Correlações

Os teores de P extraídos pelos diferentes extratores foram correlacionados com características do solo relacionadas com a capacidade tampão de fosfato (CTP) (**Tabela 2**).

O pH apresentou correlação com todos teores de P extraídos, com o P-rem, e o SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, sendo positiva apenas com o P-Olsen, o P-RTI e o CaCO<sub>3</sub> (**Tabela 2**). Os coeficientes negativos entre o pH e os teores de P-H<sub>2</sub>O, P-CaCl<sub>2</sub> e P-M1 se deve ao

aumento dos teores de P em função da aplicação de  $S^0$  sob eventual acidificação promovida, visto que o pH decresceu em função das doses de  $S^0$ .

**Tabela 2** - Estimativas dos coeficientes de correlação linear de Pearson entre os teores de P extraídos por  $H_2O$ ,  $CaCl_2$  0,01 M, Mehlich-1, Olsen e Resina de troca iônica, o fósforo remanescente, o teor extraído de  $SO_4^{2-}$ , e  $CaCO_3$

| Variável    | pH       | P-rem                | $SO_4^{2-}$          | $CaCO_3$            |
|-------------|----------|----------------------|----------------------|---------------------|
| P- $H_2O$   | -0,901** | 0,633**              | 0,845**              | -0,937**            |
| P- $CaCl_2$ | -0,928** | 0,547**              | 0,944**              | -0,881**            |
| P-M1        | -0,805** | 0,707**              | 0,777**              | -0,719**            |
| P-Olsen     | 0,340°   | -0,231 <sup>ns</sup> | -0,293 <sup>ns</sup> | 0,201 <sup>ns</sup> |
| P-RTI       | 0,617**  | -0,435*              | -0,588**             | 0,326 <sup>ns</sup> |

<sup>ns</sup>, \*\*, \* e °: não significativo e significativo a 1, 5 e 10%, respectivamente, pelo teste t

A correlação alta e negativa entre o pH e o teor de  $SO_4^{2-}$  era esperado visto que o resultado final da oxidação do  $S^0$  é o  $SO_4^{2-}$ , processo esse que gera  $H^+$  e reduz o pH, conforme descrito por Lucheta & Lambais (2012). A correlação positiva do pH com o  $CaCO_3$  reflete o aumento do seu teor com o aumento do pH (**Tabela 2**), e neste experimento, observou-se que os teores de  $CaCO_3$  decresceram em função das doses de  $S^0$ , devido ao decréscimo do pH.

O P-rem, como indicador da capacidade tampão de P no solo teve correlação alta e negativa com o pH, o que de fato é uma vantagem com a utilização de  $S^0$ , indicando menor capacidade de retenção de P no solo após reação com o  $S^0$ . O aumento do P-rem em função do decréscimo do pH pode indicar decréscimo na quantidade de sítios de sorção de ânions, o que pode estar relacionado ao aumento da concentração de ânions  $SO_4^{2-}$ , e saturação dos sítios de sorção, e consequentemente reduziu a capacidade tampão de fosfato, mesmo com o decréscimo do pH, onde as cargas positivas dependentes de pH atuariam mais fortemente na adsorção de P (**Tabela 2**).

O P- $H_2O$  teve correlação positiva e alta com o P- $CaCl_2$  e P-M1, enquanto que negativa, porém baixa com o P-Olsen e P-RTI. O P- $H_2O$  teve correlação positiva e alta com o P-rem e o teor  $SO_4^{2-}$ . O P- $H_2O$  teve comportamento semelhante ao P- $CaCl_2$  (**Tabela 2**). O P extraído por  $H_2O$  e por  $CaCl_2$  refletem o P solúvel e prontamente disponível, enquanto que o P-Olsen e P-RTI refletem o P adsorvido em argilominerais mais o solúvel.

O P-M1 teve correlação positiva e alta com o P-rem e o teor de  $\text{SO}_4^{2-}$ , enquanto que negativa, porém baixa com o P-RTI. O aumento dos teores de  $\text{SO}_4^{2-}$  elevou a disponibilidade de P-M1, mesmo que em baixas concentrações. O P-Olsen apresentou baixa correlação com o P-RTI. As baixas correlações ou não correlação entre o P-Olsen e os demais atributos avaliados infere baixa linearidade nos comportamentos entre esses atributos. O P-rem apresentou alta correlação com o teor de  $\text{SO}_4^{2-}$ , o que pode ter ocorrido devido ao decréscimo do pH, como já mencionado anteriormente (**Tabela 2**). Sánchez-Alcalá et al. (2015) observaram que os teores de P-Olsen variam em função do pH, com comportamento quadrático, com os menores valores na faixa de pH entre 5,5 e 7,5, o que explica a baixa correlação linear com o pH no presente trabalho.

A correlação negativa entre os teores extraídos de P- $\text{H}_2\text{O}$ , P- $\text{CaCl}_2$  com P-M1 indica aumento dos teores conforme a dissolução dos carbonatos, o que pode indicar que, ou parte do fosfato estava co-precipitado junto aos carbonatos, ou que o fosfato que estava fixado nas formas P-Ca foi solubilizado devido a menor estabilidade desses grupos minerais em pH's abaixo de 8,2, em que inicia a precipitação de carbonatos, como a calcita (**Tabela 2**).

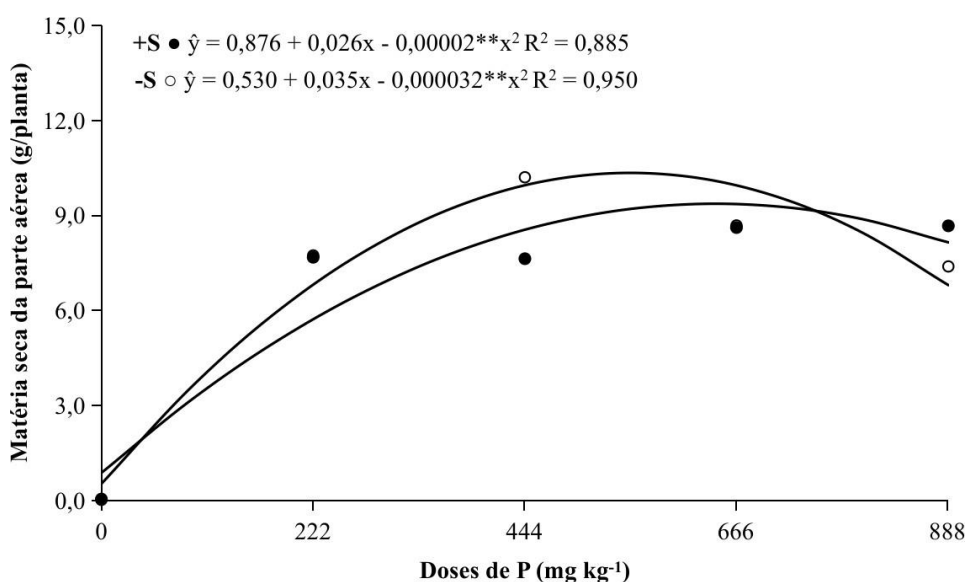
O  $\text{CaCO}_3$  teve correlação alta e positiva com o pH, e negativa com os teores de P extraídos por  $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CaCl}_2$  e Mehlich-1, e o teor extraído de sulfato. Enquanto que o teor de P extraído por Olsen e RTI não tiveram correlação com o  $\text{CaCO}_3$ . Os valores de P-rem tiveram correlação média e negativa com os teores de  $\text{CaCO}_3$  (**Tabela 2**).

A correlação positiva do  $\text{CaCO}_3$  com o pH indica que, como esperado, com o aumento do pH, o teor de  $\text{CaCO}_3$  tende a aumentar, que é embasado na estabilidade dos minerais calcita e dolomita ser maior conforme pH eleva-se (**Tabela 2**).

## 4.2 Experimento II – Ensaio de correlação

### 4.2.1. Produção e nutrição mineral

O aumento das doses de P elevou a produção de matéria seca das plantas, tanto na ausência quanto na presença de  $S^0$  (**Figura 10**), tendo a aplicação de 30 g  $kg^{-1}$  de  $S^0$  reduzido a produção de matéria seca em aproximadamente 20%. Assim, a partir dos modelos de regressão ajustados estimaram-se produções máximas de 10,1 e 9,3 g/planta na ausência e na presença de  $S^0$ , obtidas com as doses de 547,0 e 650,0 mg  $kg^{-1}$  de P, respectivamente.



**Figura 10** - Matéria seca da parte aérea de plantas de sorgo em função das doses de P na ausência (○) e na presença (●) de  $S^0$

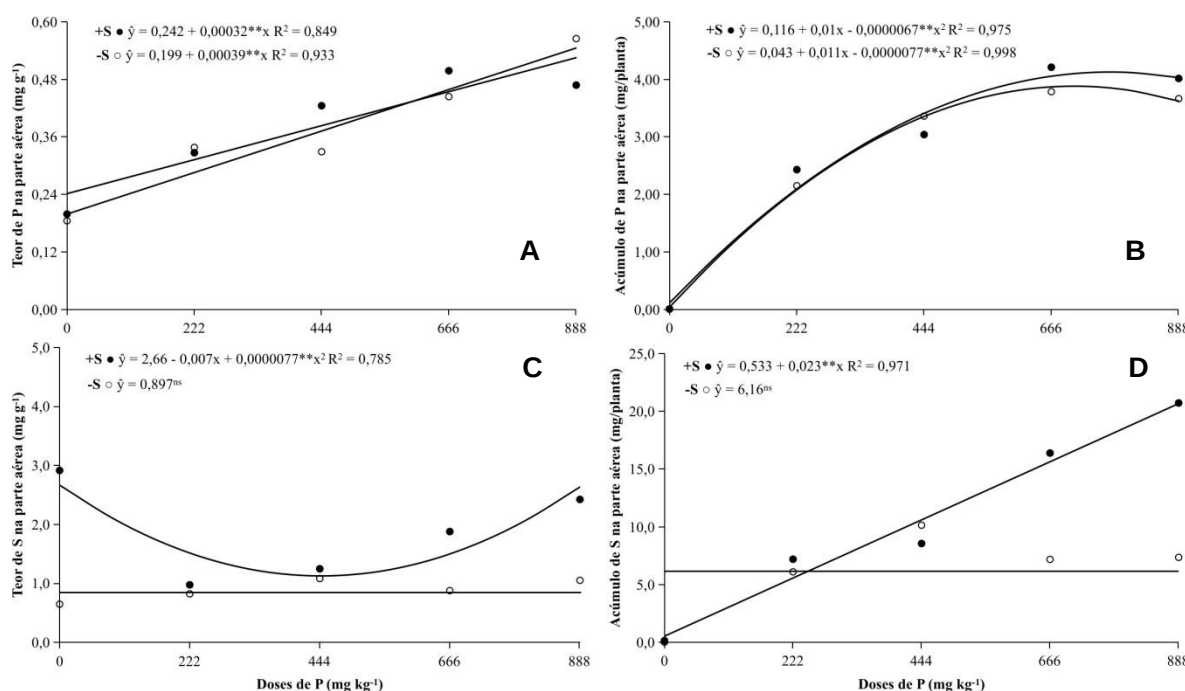
\*\* : significativo a 1% pelo teste F

Tais resultados discordam daqueles normalmente encontrados na literatura. De Luca et al. (1989) observaram que a aplicação de P associada ao  $S^0$  resultou em maior produção de matéria seca de trigo cultivado em três diferentes solos alcalinos calcários do Estado de Montana, EUA. Frandoloso et al. (2010) constataram maior produção e maior eficiência de utilização de P pelo milho em função das doses de P na presença de  $S^0$ . Resultados semelhantes foram também obtidos por Stamford et al. (2004).

Os menores valores de matéria seca com a aplicação de  $S^0$  registrados neste

trabalho se deveram ao aumento da salinidade do solo promovida pela aplicação da dose de  $30 \text{ g kg}^{-1}$  de  $\text{S}^0$ . Em solos calcários, a oxidação do  $\text{S}^0$  inicialmente para sulfato e posteriormente para ácido sulfúrico reage com o carbonato nativo formando sulfato de cálcio. Posteriormente, a transformação do carbonato em sulfato de cálcio aumenta o  $\text{Ca}^{2+}$  na fase sólida, o qual substitui o  $\text{Na}^+$  no complexo coloidal, aumentando assim os valores de condutividade elétrica e RAS (Ahmed et al., 2017).

A elevação das doses de P aumentou linearmente os teores foliares de P tanto na ausência quanto na presença de  $\text{S}^0$ , sendo registrados maiores teores na presença de  $\text{S}^0$  até a dose de  $666,7 \text{ mg kg}^{-1}$  de P (**Figura 11**). Kaplan & Orman (1998) observaram que a aplicação de  $2 \text{ t ha}^{-1}$  de  $\text{S}^0$  aumentou os teores foliares de P em sorgo cultivado em solo calcário. A aplicação de  $476 \text{ kg ha}^{-1}$  de  $\text{S}^0$  em solo calcário resultou em aumento nos teores foliares de P na cultura do feijão-fava (Abdelhamid et al., 2013), corroborando, assim, os resultados obtidos neste trabalho.



**Figura 11** - Teor e acúmulo de P (A e B) e S (C e D) na matéria seca de plantas de sorgo em função das doses de P na ausência (○) e na presença (●) de  $\text{S}^0$

\* e \*\*: significativo a 5 e 1%, respectivamente, pelo teste F

Os acúmulos foliares de P aumentaram de forma quadrática em função das doses de P aplicadas, observando-se maiores acúmulos na presença de  $\text{S}^0$ . Estimaram-se acúmulos máximos de  $3,97$  e  $3,84 \text{ mg planta}^{-1}$  com as doses de  $714$  e

746 mg kg<sup>-1</sup> de P na ausência e na presença de S<sup>0</sup>, respectivamente (**Figura 11**). Isso indica que a aplicação de S<sup>0</sup> se refletiu em maiores teores e acúmulos foliares de P, mesmo com menor produção de matéria seca, sugerindo possível “efeito de concentração”.

Os teores foliares de S aumentaram de forma quadrática com a elevação das doses de P na presença de S<sup>0</sup>, estimando-se maior teor de S na maior dose de P, o que indica efeito sinérgico entre o P e o S; por outro lado, na ausência de S<sup>0</sup> os dados não se ajustaram aos modelos de regressão testados, estimando-se teor médio de 0,89 mg g<sup>-1</sup> de S (**Figura 11**).

Ao contrário do que ocorreu com as plantas sem aplicação de S<sup>0</sup>, os teores foliares de S nas plantas com aplicação de S<sup>0</sup> estão dentro da faixa de teores considerada adequada para o sorgo (1,5 a 3,0 mg g<sup>-1</sup>) (Cantarella et al., 1997), indicando que o S<sup>0</sup> mostrou-se capaz em suprir a demanda de S pela cultura nesse solo. A nutrição adequada com S é importante para o desenvolvimento da cultura, visto que o S é componente de aminoácidos como a cisteína e a metionina, e proteínas que participam de rotas metabólicas na planta (Haneklaus et al., 1997).

O aumento das doses de P elevou os acúmulos de S de forma linear nas plantas na presença de S<sup>0</sup>; por outro lado, na ausência de S<sup>0</sup> os acúmulos não se ajustaram aos modelos testados, estimando-se acúmulo médio de 6,16 mg planta<sup>-1</sup> (**Figura 11**).

Os acúmulos de S refletem o efeito sinérgico entre o P e o S mencionado anteriormente. Na menor dose de P registrou-se o menor acúmulo de S, devido a menor produção de matéria seca, mesmo o teor de S tendo sido alto. Todavia, com o aumento das doses de P, na presença de S<sup>0</sup>, houve aumento da produção de matéria seca e aumento dos teores foliares de S, com consequente incremento linear dos acúmulos de S (**Figura 11**).

Ainda com relação ao estado nutricional, ressalta-se que os teores foliares de P e S foram bastante divergentes; apesar da literatura reportar teores similares destes nutrientes para a maioria das culturas, constatou-se que mesmo na ausência de S<sup>0</sup>, os teores foliares de S foram superiores aos de P, o que reflete os baixos teores de P disponível e o aporte de S via aplicação de S<sup>0</sup>.

#### 4.2.2. Teores de P disponível

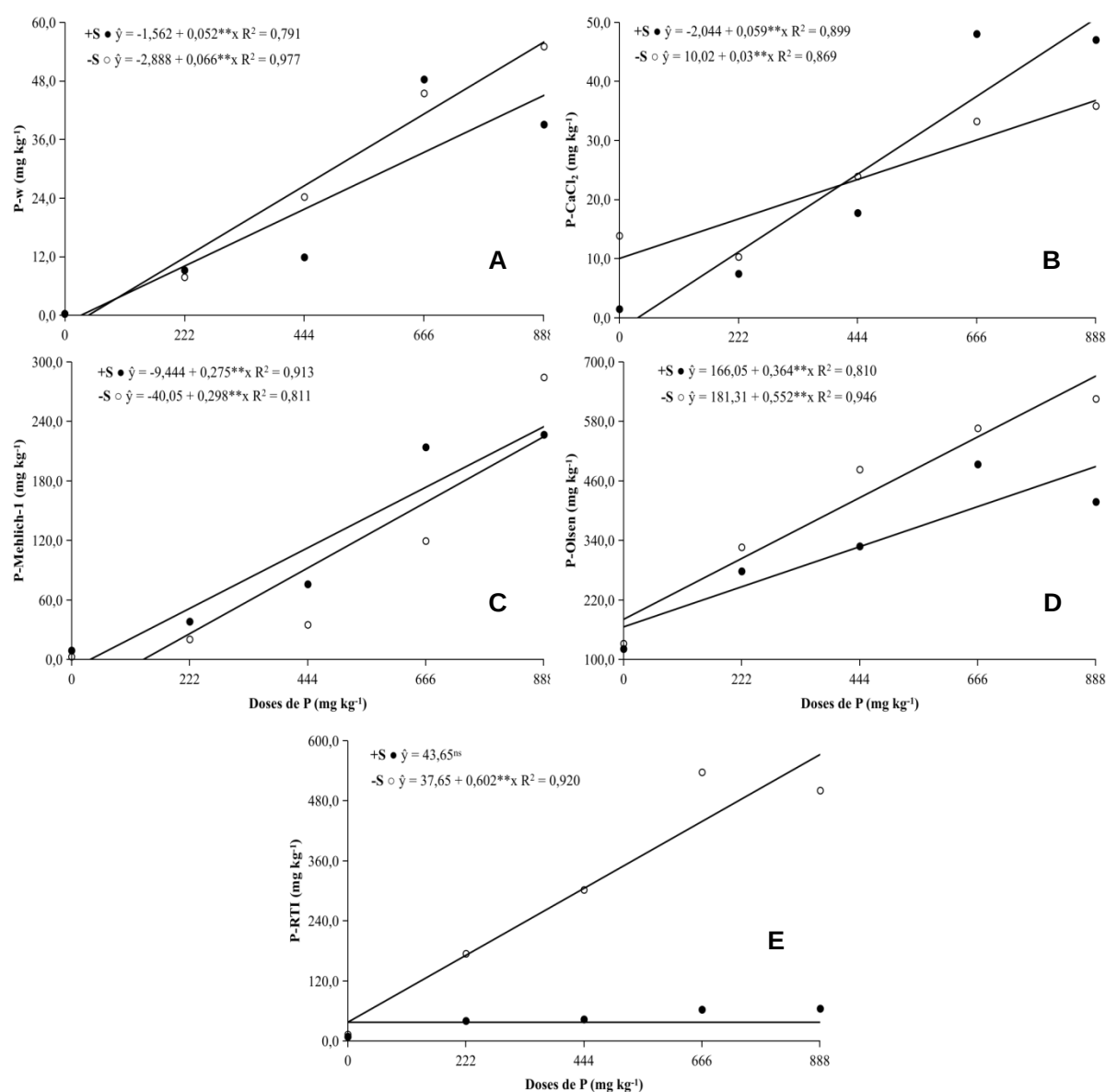
Os teores de P disponível extraídos pelos cinco extratores avaliados aumentaram em função das doses de P aplicadas, havendo, entretanto, variações nos teores obtidos em função do extrator avaliado e da aplicação de  $S^0$  (**Figura 12**).

Com relação aos extratores, observou-se que a extração ocorreu na seguinte ordem decrescente, em  $\text{mg kg}^{-1}$ : P-Olsen (377,1) > P-RTI (175,4) > P-M1 (102,5) > P- $\text{H}_2\text{O}$  (24,1) > P- $\text{CaCl}_2$  (23,9). Quanto ao efeito da aplicação de  $S^0$ , verificou-se que, de forma geral, os teores de P foram maiores na ausência de  $S^0$  (**Figura 12**).

Os teores de P- $\text{H}_2\text{O}$  aumentaram linearmente em função das doses de P aplicadas, tanto na ausência quanto na presença de  $S^0$ , com discreta superioridade dos teores na presença de  $S^0$  nas menores doses de P e na dose de  $666 \text{ mg kg}^{-1}$  de P (**Figura 12**). Nas doses de 444 e  $888 \text{ mg kg}^{-1}$  de P, entretanto, os teores de P- $\text{H}_2\text{O}$  na presença de  $S^0$  foram reduzidos, o que pode estar relacionado com a maior fixação de P, devido a acidificação promovida pelo  $S^0$  e o surgimento de novos sítios de sorção associados a óxidos de Fe e hidróxidos de Al (Sato & Comerford, 2005; Horowitz & Meurer, 2006).

Os teores de P- $\text{CaCl}_2$  aumentaram linearmente em função das doses de P, tanto na ausência quanto na presença  $S^0$ ; contudo, houve comportamento distinto dos teores em função da aplicação de  $S^0$  (**Figura 12**). Assim, os teores de P- $\text{CaCl}_2$  foram maiores na ausência de  $S^0$  até a dose de  $666,8 \text{ mg kg}^{-1}$ , sendo mais elevados nas maiores doses de P na presença de  $S^0$ . Os maiores teores de P- $\text{CaCl}_2$  com a aplicação de  $S^0$  nas maiores doses de P se deve a predominância, nessas condições, de maiores teores de P lábil (Houba et al., 2000).

Os teores de P-M1 foram também linearmente aumentados com a elevação das doses de P, tanto na ausência quanto na presença de  $S^0$ , sendo registrados maiores teores, com exceção da maior dose de P, na presença de  $S^0$  (**Figura 12**). O menor teor de P na maior dose de P na ausência de  $S^0$  pode ter sido provocado por condições que favoreceram o desgaste do extrator do extrator M1, cujo mecanismo de extração baseia-se na sua acidez (pH 1,2) e na troca de ligantes do sulfato pelo fosfato do solo, o que permite a solubilização de P-Ca, P-Al e P-Fe pelos íons  $\text{H}^+$ ; ademais, o  $\text{SO}_4^{2-}$  ocupa as cargas positivas dos colóides do solo, impedindo a readsorção do P (Novais & Smith, 1999).



**Figura 12** - Teores de P extraídos por H<sub>2</sub>O (P-H<sub>2</sub>O) (A), CaCl<sub>2</sub> 0,01 mol L<sup>-1</sup> (P-CaCl<sub>2</sub>) (B), Mehlich-1 (P-M1) (C), Olsen (P-Olsen) (D) e resina de troca iônica (P-RTI) (E) em função das doses de P na ausência (○) e na presença (●) de S<sup>0</sup>

\*\* e <sup>ns</sup>: significativo a 1%, e não significativo, respectivamente pelo teste F

Os teores de P-Olsen também aumentaram linearmente com a elevação das doses de P, tanto na ausência quanto na presença de S<sup>0</sup>, registrando-se em todas as doses de P maiores teores na ausência de S<sup>0</sup> (**Figura 12**). Tais resultados corroboram o fato de o extrator Olsen apresentar maior habilidade de extrair, em solos calcários e/ou, de reação alcalina como o do presente trabalho, P ligado a fosfatos de Ca (Olsen, 1954). Por outro lado, em valores de pH mais baixos, a adsorção de P ocorrer principalmente às superfícies hidroxiladas, com a presença de

óxidos de Fe e Al ou arestas de argilossilicatos, sendo este P pouco extraível pelo extrator Olsen (Rahnemaie et al., 2007).

Conforme constatado para os demais extratores, os teores de P extraídos pelo extrator P-RTI aumentaram linearmente em função das doses de P aplicadas, tanto na ausência quanto na presença de  $S^0$ . Contudo, em todas as doses de P aplicadas os teores de P foram maiores na ausência de  $S^0$ . Tais resultados podem estar relacionados aos teores elevados de sulfato provenientes da oxidação do  $S^0$ , o qual teria ocupado os sítios de sorção da resina, saturando-a, e diminuindo, assim, a eficiência da mesma em extrair o fosfato do solo (Freitas et al., 2013).

#### 4.2.3. Correlações

Os teores de P extraídos pelos cinco extratores avaliados apresentaram forte correlação entre si, tanto na ausência quanto na presença de  $S^0$  (**Tabela 3**). Todavia, os coeficientes de correlação foram maiores na presença de  $S^0$  e nas correlações envolvendo os extratores  $H_2O$  e  $CaCl_2$ . Ademais, os coeficientes de correlação do P extraído pelo extrator M1 com os extratores Olsen e RTI, e do extrator Olsen com o extrator RTI, na ausência de  $S^0$ , foram não significativos, apesar da elevada magnitude dos coeficientes de correlação ( $p > 0,77$ ).

Tais resultados indicam que, a priori, os extratores avaliados, apesar das diferenças na composição química e no mecanismo de ação dos mesmos, exibiram desempenho equivalente na avaliação do P disponível nesse solo. Contudo, o desempenho dos extratores avaliados foi superior na presença de  $S^0$ , sobretudo daqueles cujo mecanismo de ação é mais simples, a exemplo dos extratores  $H_2O$  e  $CaCl_2$ . Por outro lado, em virtude da atuação de mecanismos de extração mais complexos, as correlações envolvendo os extratores Olsen, M1 e RTI foram não significativos, apesar dos elevados coeficientes de correlação.

**Tabela 3** - Coeficientes de correlação linear de Pearson entre os teores de P extraídos do solo pelos cinco extratores avaliados e entre estes com o P acumulado pela planta na ausência (-S) e na presença (+S) de S<sup>0</sup>

| Extrator            | P-CaCl <sub>2</sub> | P-M1    | P-Olsen             | P-RTI               | Planta              |
|---------------------|---------------------|---------|---------------------|---------------------|---------------------|
| <b>-S</b>           |                     |         |                     |                     |                     |
| P-H <sub>2</sub> O  | 0,970**             | 0,897*  | 0,948*              | 0,968*              | 0,885 <sup>ns</sup> |
| P-CaCl <sub>2</sub> |                     | 0,838°  | 0,884*              | 0,921*              | 0,770 <sup>ns</sup> |
| P-M1                |                     |         | 0,780 <sup>ns</sup> | 0,776 <sup>ns</sup> | 0,620 <sup>ns</sup> |
| P-Olsen             |                     |         |                     | 0,968 <sup>ns</sup> | 0,972**             |
| P-RTI               |                     |         |                     |                     | 0,928*              |
| <b>+S</b>           |                     |         |                     |                     |                     |
| P-H <sub>2</sub> O  | 0,983**             | 0,976** | 0,935*              | 0,886*              | 0,860°              |
| P-CaCl <sub>2</sub> |                     | 0,997** | 0,925*              | 0,836°              | 0,872°              |
| P-M1                |                     |         | 0,908*              | 0,822°              | 0,862°              |
| P-Olsen             |                     |         |                     | 0,936**             | 0,977**             |
| P-RTI               |                     |         |                     |                     | 0,941*              |

<sup>ns</sup>, \*\*, \* e °: não significativo e significativo a 1, 5 e 10%, respectivamente, pelo teste t

Os teores de P extraídos pelos cinco extratores avaliados, na presença de S<sup>0</sup>, apresentaram coeficientes de correlação significativos e de elevada magnitude com o acúmulo de P pela planta; contudo, na ausência de S<sup>0</sup> os coeficientes de correlação entre o P extraído pelos extratores H<sub>2</sub>O, CaCl<sub>2</sub>, e M1 e o P acumulado pela planta foram não significativos (**Tabela 3**).

Os resultados obtidos indicam a possibilidade de utilizar, na presença de S<sup>0</sup>, qualquer um dos cinco extratores avaliados para avaliar o P disponível nesse solo. Na ausência de S<sup>0</sup>, entretanto, apenas os extratores Olsen e RTI se mostraram adequados para avaliar o P disponível nesse solo, visto a não significância das correlações entre os teores de P extraídos pelos demais extratores com o P acumulado pela planta.

#### 4.2.4. Níveis críticos de P no solo

Com base nas equações de regressão ajustadas entre os valores de produção relativa de matéria seca de plantas de sorgo, em função dos teores de P extraídos pelos respectivos extratores avaliados, estimaram-se os níveis críticos de P no solo, definido neste trabalho como sendo o teor de P associado a 90% da produção máxima (**Figura 13**).

Observaram-se consideráveis variações nos valores de NC entre os extratores e em função da aplicação de S<sup>0</sup>. No geral, verificou-se que, com exceção do extrator M1, os NC foram maiores na ausência de S<sup>0</sup>, obedecendo a seguinte

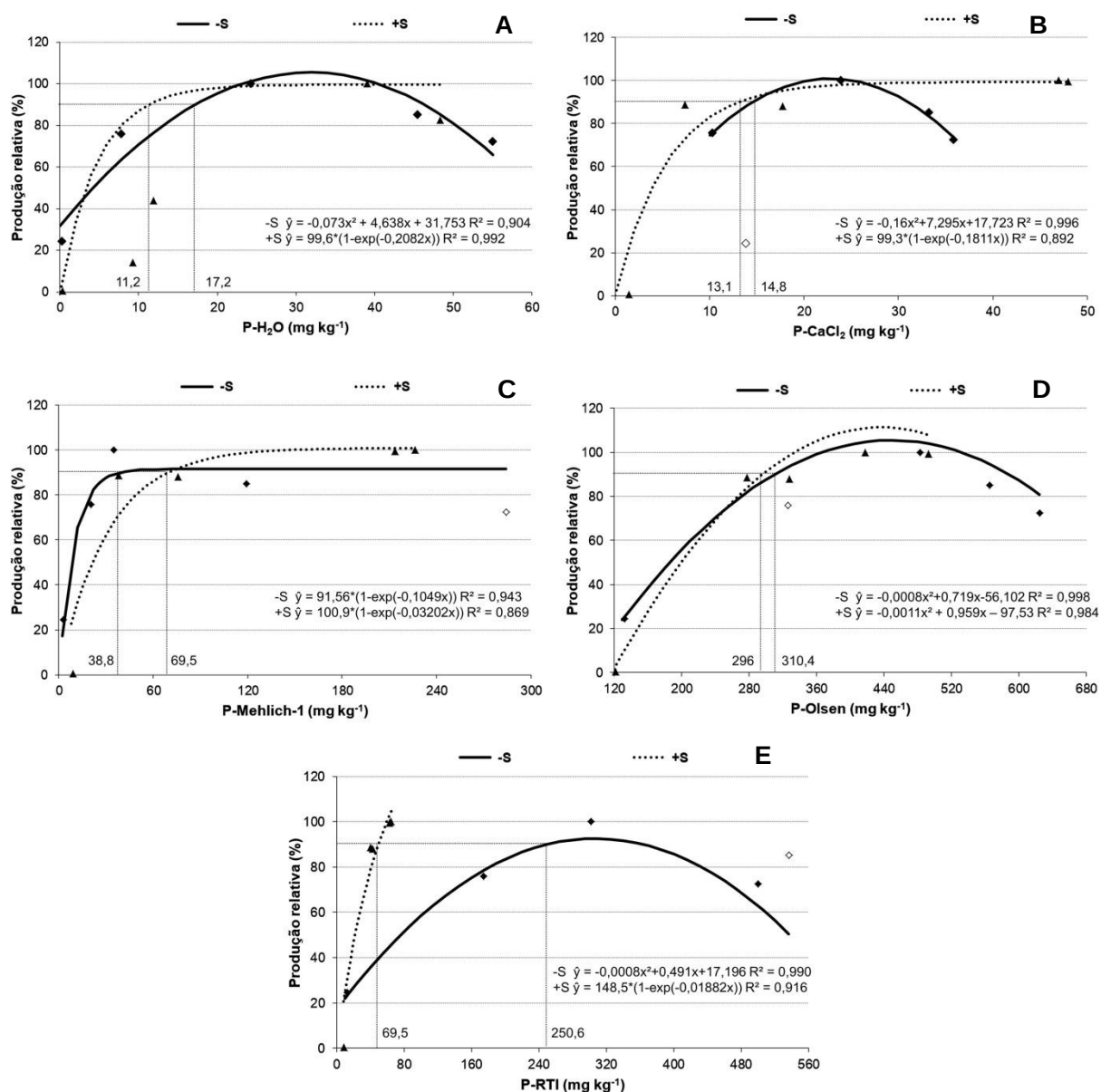
ordem decrescente de valores: Olsen > Mehlich-1 = RTI > CaCl<sub>2</sub> > H<sub>2</sub>O na presença de S<sup>0</sup> e Olsen > RTI > Mehlich-1 > H<sub>2</sub>O > CaCl<sub>2</sub> na ausência de S<sup>0</sup>.

Os maiores valores de NC estimados para o extrator Olsen resultam das maiores quantidades de P extraídas por esse extrator (**Figura 10**), sendo os referidos valores 18,0; 21,0; 8,0 e 1,2 vezes maior, respectivamente, em relação aos extratores H<sub>2</sub>O, CaCl<sub>2</sub>, Mehlich-1 e RTI na ausência de S<sup>0</sup>, e 26,0; 23,0; 4,3 e 4,3 vezes maior, respectivamente, em relação aos NC estimados para os mesmos extratores na presença de S<sup>0</sup> (**Figura 13**).

Tais resultados demonstram que a aplicação de S<sup>0</sup>, o qual diminui o pH do solo, resultou em maiores valores de NC estimados pelo extrator Olsen, o que difere dos resultados encontrados por Sánchez-Alcalá et al. (2015) ao observaram forte correlação positiva entre o nível crítico de P obtido pelo extrator Olsen com os valores de pH e os teores de CaCO<sub>3</sub> em solos calcários.

O extrator Olsen tem a capacidade de extrair formas de P associadas com óxidos de Fe e Al mal cristalizados, incluindo P organicamente complexado com Fe e Al, e formas de P ligado a Ca de alta solubilidade. Assim, como o extrator Olsen possui reação alcalina (pH 8,5), ligeiramente superior ao valor do pH inicial do solo (pH 8,4), é possível que o mesmo tenha extraído P por troca de ligantes com -OH; ademais, devido ao valor de pH elevado do extrator pode ter ocorrido dissolução de P ligado a Fe e Al.

Os menores valores de NC estimados para os extratores H<sub>2</sub>O e CaCl<sub>2</sub> refletem os mecanismos de extração dos referidos extratores. Os referidos extratores extraem quantidades de P lábil presentes na solução do solo; contudo, tais quantidades são geralmente muito baixas e apresentam ampla variação, o que dificulta sua utilização para fins de avaliação da disponibilidade e recomendações de adubação. Ademais, as maiores extrações de P-CaCl<sub>2</sub> em relação a P-H<sub>2</sub>O se deve a habilidade do íon Ca<sup>2+</sup> suprimir a solubilização do P na solução extratora de P-CaCl<sub>2</sub> (Auxtero et al., 2013).

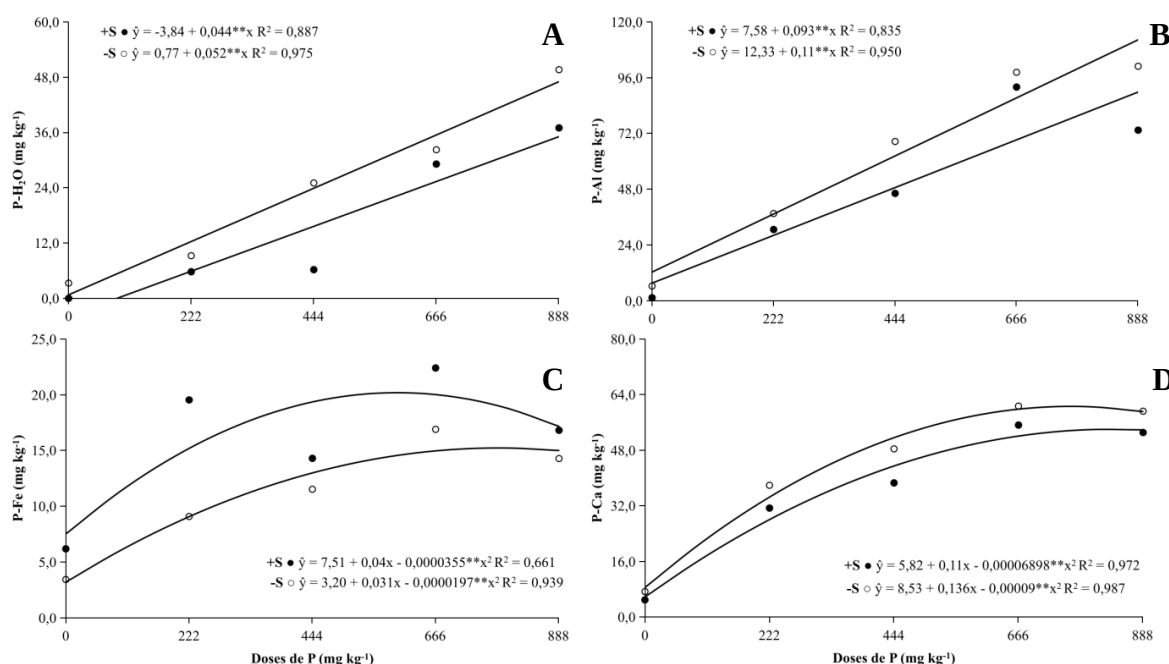


**Figura 13** - Equações de regressão entre produção relativa de matéria seca de sorgo com os respectivos níveis críticos (90% da produção máxima), em função dos teores de P extraídos pelos cinco extratores avaliados, na presença (+S) e na ausência (-S) de S<sup>0</sup>.

#### 4.2.5. Teores das frações inorgânicas de P

Os teores das diferentes frações de P inorgânico aumentaram em função da elevação das doses de P, tanto na ausência quanto na presença de S<sup>0</sup>, havendo diferenças entre os teores das frações avaliadas e da aplicação de S<sup>0</sup>. De forma geral, os teores das frações avaliadas obedeceram a seguinte ordem decrescente: P-Al > P-Ca > P-H<sub>2</sub>O > P-Fe, sendo registrados maiores teores de todas as frações

avaliadas, com exceção da fração P-Fe, na ausência de S<sup>0</sup> (Figura 14).



**Figura 14** - Teores das frações inorgânicas de P solúvel em água (P-H<sub>2</sub>O) (A), P ligado a Al (P-Al) (B), P ligado a Fe (P-Fe) (C) e P ligado a cálcio (P-Ca) (D) em função das doses de P na ausência e na presença de S<sup>0</sup>.

\*\* e <sup>ns</sup>: significativo a 1%, e não significativo, respectivamente, pelo teste F.

Em Vertissolo não calcário do semiárido nordestino, Silveira et al. (2006) observou predomínio da fração P-Ca dentre as frações inorgânicas avaliadas, discordando, assim, dos resultados obtidos no presente trabalho; contudo, os autores salientam que a soma das frações P-Fe e P-Al suplantaram o teor da fração P-Ca.

Os teores das frações P-H<sub>2</sub>O e P-Al aumentaram linearmente em função das doses de P aplicadas, na ausência e na presença de S<sup>0</sup>, registrando-se maiores teores e incrementos dos mesmos na ausência de S<sup>0</sup> (Figuras 14 A e 14 B).

O aumento dos teores da fração P-H<sub>2</sub>O resulta do P excedente, proveniente das doses de P aplicadas, que ficou em equilíbrio na solução com a fase sólida do solo, visto que parte do P aplicado precipitou e/ou, foi adsorvido à fase sólida.

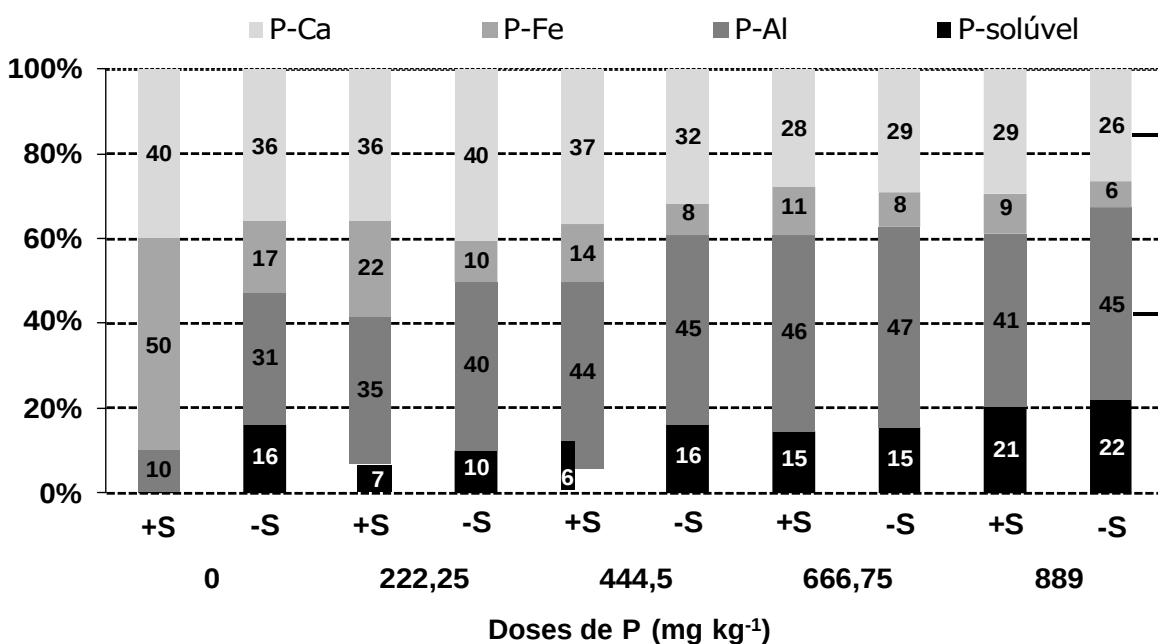
Os maiores teores da fração P-Al em relação as demais frações avaliadas corrobora os resultados obtidos por Khorasgani et al. (2009) ao constatarem que parte considerável do P aplicado em solos calcários do Irã contribuiu para a

formação da fração P-Al. Por outro lado, os maiores teores de P-Al na ausência de  $S^0$  estão relacionados com a maior atividade do Al em relação ao Fe no solo, em especial nas arestas quebradas de minerais argilossilicáticos, como caulinita e esmectita, comumente encontrados em Vertissolos. Segundo Chatterjeet & Datta (1951), os íons hidroxila e  $Al^{3+}$  presentes nas bordas e arestas de argilas montmoriloníticas podem atuar como sítios de sorção de fosfato.

Os teores da fração P-Fe aumentaram de forma quadrática em função das doses de P aplicadas, tanto na ausência quanto na presença de  $S^0$ , registrando-se maiores teores na presença de  $S^0$  nas doses mais baixas de P (**Figura 14C**). Esse aumento está relacionado com a redução do pH do solo, a qual promove a elevação da estabilidade de fosfatos de Fe, assim como o potencial de sorção do solo, tendo em vista que a atividade do íon  $Fe^{3+}$  aumenta 1000 vezes para diminuição de uma unidade de pH (Lindsay, 1979).

Os teores de P-Ca também aumentaram de forma quadrática em função da elevação das doses de P, com tendência de maiores teores na ausência de  $S^0$  (**Figura 14 D**). Dentre as diferentes formas de P-Ca, o fosfato monocalcico não tem sua atividade influenciada pelos valores de pH do solo, diferentemente das formas bicálcicas e tricálcicas, cujas atividades são reduzidas entre 100 e 1000 vezes para cada redução de uma unidade de pH (Lindsay, 1979). Assim, pode-se inferir que a forma de P-Ca monocalcica foi a predominante, provavelmente devido aos baixos teores de P, ao passo que a atividade de Ca controlada pelos carbonatos foi mais elevada, impedindo a formação de complexos de P-Ca de relação P:Ca mais altas.

A distribuição percentual das frações de P em função das doses de P, na presença e na ausência de  $S^0$ , revela comportamento diferenciado das mesmas. Na presença de  $S^0$ , a elevação das doses de P diminuiu os teores das frações P-Ca e P-Fe e aumentaram os teores de P-Al e P-solúvel (**Figura 15**). Por outro lado, na ausência de  $S^0$  a elevação das doses de P diminuiu os teores da fração P-Ca e aumentou os teores das frações P-Al e P-Fe; ademais, os teores de P-solúvel pouco oscilaram, com exceção da maior dose de P (**Figura 15**).



**Figura 15** - Distribuição percentual das frações de P avaliadas, em função das doses de P aplicadas, na ausência (-S) e na presença (+S) de S<sup>0</sup>.

A participação da fração P-Al no P-total do solo, em avaliação realizada aos 63 dias após a aplicação de S<sup>0</sup>, passou de 10,0% na dose zero para 46,0% na dose 667 mg kg<sup>-1</sup> de P (**Figura 15**), demonstrando amplo predomínio dessa fração no P-total do solo. Tais resultados corroboram as afirmações de Jalali & Ranjbar (2010) ao reportarem que o P ao ser adicionado ao solo apresentou rápida reação, ocorrendo a conversão do P solúvel em água para compostos menos solúveis em curto período de tempo.

#### 4.2.6. Correlações entre P disponível e frações de P inorgânico

As correlações entre os teores de P extraídos pelos extratores de P disponível e os teores das frações de P inorgânico avaliadas variaram em termos de grau de magnitude e significância, conforme a presença e/ou, ausência de S<sup>0</sup> (**Tabela 4**).

Na ausência de S<sup>0</sup>, os teores de P-Olsen e P-RTI exibiram forte correlação com todas as frações de P inorgânico, com maiores coeficientes de correlação do extrator P-Olsen com as frações P-Al e P-Ca e para o extrator P-RTI com as frações P-Al e P-Fe (**Tabela 4**); para os extratores P-H<sub>2</sub>O e P-CaCl<sub>2</sub> as correlações foram menores, embora de elevada magnitude e significativas, com exceção da correlação

entre o extrator P-CaCl<sub>2</sub> com a fração P-Ca. Por outro lado, o extrator Mehlich-1 se correlacionou apenas com a fração P-H<sub>2</sub>O (**Tabela 4**).

**Tabela 4** - Coeficientes de correlação linear de Pearson entre os teores de P extraídos do solo por vários extratores e pela planta com os teores das frações inorgânicas de P, na ausência (-S) e na presença (+S) de S<sup>0</sup>

| Extrator            | P-H <sub>2</sub> O  | P-Al                | P-Fe                | P-Ca                |
|---------------------|---------------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| <b>-S</b>           |                     |                     |                     |                     |
| P-H <sub>2</sub> O  | 0,977**             | 0,970**             | 0,901*              | 0,885*              |
| P-CaCl <sub>2</sub> | 0,942*              | 0,922*              | 0,838 <sup>o</sup>  | 0,794 <sup>ns</sup> |
| P-M1                | 0,929*              | 0,786 <sup>ns</sup> | 0,655 <sup>ns</sup> | 0,675 <sup>ns</sup> |
| P-Olsen             | 0,940*              | 0,991**             | 0,953*              | 0,978**             |
| P-RTI               | 0,912*              | 0,992**             | 0,981**             | 0,954**             |
| Planta*             | 0,836 <sup>o</sup>  | 0,953*              | 0,958*              | 0,992**             |
| <b>+S</b>           |                     |                     |                     |                     |
| P-H <sub>2</sub> O  | 0,944*              | 0,964**             | 0,715 <sup>ns</sup> | 0,893**             |
| P-CaCl <sub>2</sub> | 0,969**             | 0,958*              | 0,637 <sup>ns</sup> | 0,905*              |
| P-M1                | 0,984**             | 0,942*              | 0,622 <sup>ns</sup> | 0,896*              |
| P-Olsen             | 0,848 <sup>o</sup>  | 0,994**             | 0,848 <sup>o</sup>  | 0,985**             |
| P-RTI               | 0,780 <sup>ns</sup> | 0,940*              | 0,954*              | 0,943*              |
| Planta*             | 0,814 <sup>o</sup>  | 0,954*              | 0,852 <sup>o</sup>  | 0,997**             |

<sup>ns</sup>, \*\*, \* e <sup>o</sup>: não significativo e significativo a 1, 5 e 10%, respectivamente, pelo teste t

Na presença de S<sup>0</sup>, com exceção da correlação entre P-RTI e a fração P-H<sub>2</sub>O, os teores de P-Olsen e P-RTI se correlacionaram com os teores das demais frações de P inorgânico, com tendência de maiores correlações para o P-Olsen com as frações P-Al e P-Ca e para o extrator RTI com as frações P-Fe e P-Ca. Por outro lado, os extratores P-H<sub>2</sub>O, P-CaCl<sub>2</sub> e P-M1 se correlacionaram com as frações P-solúvel, P-Al e P-Ca, sendo os coeficientes de correlação destes extratores com a fração P-Fe de baixa magnitude e não significativos.

Ao correlacionar a extração de P pelas plantas com as frações de P avaliadas verificou-se que, na ausência de S<sup>0</sup>, as plantas absorveram P das seguintes frações em ordem decrescente: P-Ca > P-Fe > P-Al > P-solúvel; contudo, na presença de S<sup>0</sup>, as plantas absorveram P das formas P-Ca e P-Al e em menor quantidade das frações P-Fe e P-solúvel (**Tabela 4**).

## 5 CONCLUSÕES

1. O enxofre elementar diminui o pH do solo, mas sua eficiência depende do tempo de incubação das doses, obtendo-se pH 7,0 mediante incubação de  $30 \text{ g kg}^{-1}$  de  $\text{S}^0$  por um período de 42 dias;
2. O enxofre elementar aumenta os teores de sulfato e os valores de P-rem, mas não influencia os teores de carbonato; ademais, aumenta os teores P "disponível" extraídos pelos extratores  $\text{CaCl}_2$  e Mehlich-1, reduz os obtidos pelo extrator Resina e não influencia os determinados pelos extratores  $\text{H}_2\text{O}$  e Olsen;
3. Os teores de P "disponível" extraídos pelos extratores Olsen e RTI não se correlacionam com características que refletem o fator capacidade tampão (pH, P-rem,  $\text{EqCaCO}_3$  e sulfato);
4. Os teores de P "disponível" obtidos pelos extratores  $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CaCl}_2$ , Mehlich-1, Olsen e Resina são altamente correlacionados entre si, tanto na presença quanto na ausência de  $\text{S}^0$ ; contudo, em ambas as situações, apenas os extratores Olsen e RTI se correlacionam com o P acumulado pela planta;
5. A fração de P-Al foi a fração de P inorgânico preferencialmente extraída pelos extratores Olsen e RTI, seguida das frações P-Ca, P-Fe e P- $\text{H}_2\text{O}$ ; contudo, a planta absorveu P na seguinte ordem decrescente: P-Ca > P-Fe > P-Al > P- $\text{H}_2\text{O}$  na ausência e P-Ca > P-Al > P-Fe > P- $\text{H}_2\text{O}$  na presença de S;
6. Os extratores Olsen e RTI tiveram melhor desempenho dentre os extratores avaliados, sendo considerados os mais adequados para a avaliação do P disponível nesses solos.

## REFERÊNCIAS

ABDELHAMID, M.; ELDARDIRY, E. & EL-HADY, M.A. Ameliorate salinity effect through sulphur application and its effect on some soil and plant characters under different water quantities. **Agricultural Sciences**, 4:39-47. 2013.

ADHAMI, E.; MAFTOUN, M.; RONAGHI, A.; KARIMIAN, N.; YASREBI, J. & ASSAD, M.T. Inorganic phosphorus fractionation of highly calcareous soils of Iran. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, 37:1877-1888, 2006.

AFIF, E., MATAR, A., TORRENT, J. Availability of phosphate applied to calcareous soils of west Asia and North Africa. **Soil Science Society American Journal**, 57:756–760. 1993.

ALVAREZ V. V.H.; DIAS, L.E.; RIBEIRO JÚNIOR. E.S. & FONSECA, C.A. **Métodos de análises de enxofre em solos e plantas**. Viçosa: Editora UFV, 2001. 131p.

ALVAREZ V., V.H.; NOVAIS, R.F.; DIAS, L.E. & OLIVEIRA, J.A. Determinação e uso do fósforo remanescente. **Boletim Informático da Sociedade Brasileira de Ciência do Solo**, 25:27-32, 2000.

ANDRADE, J.J.; OLIVEIRA, F.J.M.; PESSOA, L.G.M.; NASCIMENTO, S.A.S.; SOUZA, E.S.; BARROS JÚNIOR, G.; MIRANDA, M.F.A.; OLIVEIRA, A.C. & FREIRE, M.B.G.S. Effects of elemental sulfur associated with gypsum on soil salinity attenuation and sweet sorghum growth under saline water irrigation. **Australian Journal of Crop Science**, 12:221-226. 2018.

ARAI, Y.; SPARKS, D.L. Phosphate reaction dynamics in soils and soil minerals: a multiscale approach. **Advances in Agronomy**, 94:135-179. 2007.

ARAUJO, J.L.; SEVERO, P.J.S.; LUCENA, F.T.C.; VERIATO, R.G. & PAIVA, K.F. Enxofre elementar ou sulfato de cálcio para remediação de solos salino-sódicos? **Pesquisa Agropecuária Tropical**, 45:388-396. 2015.

ARRUDA, E.M.; LANA, R.M.Q. & PEREIRA, H.S. Fósforo extraído por Mehlich-1 e resina de troca aniônica em solos submetidos à calagem. **Bioscience Journal**, 31:1107-1117. 2015.

AULAKH, M.S. Crop responses to sulphur nutrition. In: ABROL, Y.P. & AHMAD, A. (Eds.) **Sulphur in plants**. Kluwer: Boston. 2003, p.341-358.

BACHE, B.W.; WILLIAMS, E.G. A phosphate sorption index for soils. **Journal of Soil Science**. 22:289-301. 1971.

BARROW, N.J. Slowly available sulphur fertilizers in south-western Australia. I.Elemental sulphur. **Australian Journal of Experimental Agriculture and Animal Husbandry**, 2:211-216, 1971.

BARROW, N.J. Influence of solution concentration of calcium on the adsorption of phosphate, sulphate, and molybdate by soils. **Soil Science**, 113:175–180, 1972.

BARROW, N.J. & DEBNATH, A. Effect of phosphate status and pH on sulphate sorption and desorption. **European Journal of Soil Science**. v.66, p.286–297. 2015.

BARROW, N.J. & SHAW, T.C. The slow reactions between soil and anions: 7. Effect of time and temperature on contact between an absorbing soil and sulfate. **Soil Science**. v.124, p.347-354. 1977.

BERTRAND, I.; HOLLOWAY, R.E.; ARMSTRONG, R.D.; MCLAUGHLIN, M.J. Chemical characteristics of phosphorus in alkaline soils from southern Australia. **Australian Journal of Soil Research**, 41:61-76. 2003.

BRADY, N.C. & WEIL, R.R. **The nature and properties of soils**. 12ed. Prentice Hall: New York. 1998.

BRAGA, J.M.; DEFELIPO, B.V. Determinação espectrofotométrica de fósforo em extratos de solo e material vegetal. **Revista Ceres**, 21:73-85, 1974.

BRASIL, E.C. & MURAOKA, T. Extratores de fósforo em solos da Amazônia tratados com fertilizantes fosfatados. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, 21:599-606. 1997.

BRASIL. Ministério das Minas e Energia. DNPH. **Projeto RADAMBRASIL: folha SB.24/25 Jaguaribe/Natal: geologia, geomorfologia, pedologia, vegetação e uso potencial da terra**. Rio de Janeiro: 1981. (Levantamento dos recursos naturais, 23).

BUBBA, M.O.; ARIAS, C.A. & PORIX, H. Phosphorus adsorption maximum of sands for use as media in subsurface flow cultivated reed beds as measured by the Langmuir adsorption isotherms. **Water Research**, 37:3390-3400. 2003.

BURT, R.; MAYS, M.D.; BENHAM, E.C. & WILSON, M.A. Phosphorus characterization and correlation with properties of selected benchmark soils of the United States. **Communications on Soil Science and Plant Analysis**, 33:117–141, 2002.

CANTARELLA, H.; RAIJ, B.; CAMARGO, C.E.O. Cereais. In: RAIJ, B.; CANTARELLA, H.; QUAGGIO, J.A.; FURLANI, A.M.C. **Recomendação de adubação e calagem para o Estado de São Paulo**. 2.ed. Campinas: Instituto Agrônômico, 1997. p.43-71. (IAC. Boletim técnico, 100).

CARREIRA, J.A.; VINEGLA, B.; LAJTH, K. Secondary  $\text{CaCO}_3$  and precipitation of P–Ca compounds control the retention of soil P in arid ecosystems. **Journal of Arid Environments**. 64:460–473, 2006.

CHANG, S.C. & JACKSON, M.L. Fractionation of soil phosphorus. **Soil Science**, 84,133–144. 1957.

CHATTERJEET, B. & DATTA, S. Phosphate fixation by clay minerals montmorillonite and kaolinite **Journal of Soil Science**, 2:224–233. 1951.

CHIEN, S.H.; GEARHART, M.M & VILLAGARCÍA, S. Comparison of ammonium sulfate with other nitrogen and sulfur fertilizers in increasing crop production and minimizing environmental impact: a review. **Soil Science**, 176:327-335, 2011.

CLAESSEN, M.E.C. **Manual de métodos de análise de solo**. 2ªed. Rio de Janeiro: Embrapa Solos. 1997.

COLE, C.V.; OLSEN, S.R. & SCOTT, C.O. The nature of phosphate sorption by calcium carbonate. **Soil Science Society of American Proceedings**, 17:352-356, 1953.

CORRÊA, R. M.; NASCIMENTO, C. W. A.; FREIRE, F. J.; SOUZA, S. K. S.; SILVA, G. B. Disponibilidade e níveis críticos de fósforo em milho e solos fertilizados com fontes fosfatadas. **Revista Brasileira de Ciências Agrárias**, 3:218-224. 2008.

CPRM – COMPANHIA DE PESQUISA DE RECURSOS MINERAIS. **Diagnóstico do município de Governador Dix-Sept Rosado**. Recife: CPRM. 2005. Disponível em: [www.cprm.gov.br/rehi/atlas/rgnorte/relatorios/GDRO049.pdf](http://www.cprm.gov.br/rehi/atlas/rgnorte/relatorios/GDRO049.pdf).

CROSS, A.F. & SCHLESINGER, W.H.A. Literature review and evaluation of the Hedley fractionation: applications to the biogeochemical cycle of soil phosphorus in natural ecosystems. **Geoderma**, 64:197-214, 1995.

DELGADO, A.; DEL CAMPILLO, M.C. & TORRENT, J. Limitations of the Olsen method to assess available phosphorus in reclaimed marsh soils. **Soil Use Management**, 26:133–140. 2010.

DELUCA, T.H.; SKOLGLEY, E.O. & ENGEL, R.E. Band-applied elemental sulfur to enhance the phytoavailability of phosphorus in alkaline calcareous soils. **Biology & Fertility of Soils**, 7:346-350. 1989.

DONAGEMA, G. K., CAMPOS, D. V. B., CALDERANO, S. B., TEIXEIRA, W. G., VIANA J. H. M. **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro: Embrapa Solos, 2017, 514p.

FERREIRA, D.F. **Análises estatísticas por meio do Sisvar para Windows versão 4.0**. In: REUNIÃO ANUAL DA REGIÃO BRASILEIRA DA SOCIEDADE

INTERNACIONAL DE BIOMETRIA, 45, 2000, São Carlos. Anais. São Carlos: UFSCAR, 2000. p.255-258.

FERREIRA, E.P.; ANJOS, L.H.C.; PEREIRA, M.G.; VALLADARES, G.S.; CIPRIANO-SILVA, R. & AZEVEDO, A.C. Genesis and classification of soils containing carbonate on the Apodi Plateau, Brazil. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v40:e0150036. 2015.

FIXEN, P.E. & LUDWICK, A.E. Residual available phosphorus in near-neutral and alkaline soils: I. Solubility and capacity relationships. **Soil Science Society American Journal**, 46:332-334. 1982.

FONTES, M.P.F.; CAMARGO, O.A. & SPOSITO, G. Eletroquímica das partículas coloidais e sua relação com a mineralogia de solos altamente intemperizados. **Scientia. Agrícola**, 58:627-646, 2001.

FRANDOLOSO, J.F.; LANA, M.C.; FONTANIVA, S. & CZYCZA, R.V. Eficiência de adubos fosfatados associados ao enxofre elementar na cultura do milho. **Revista Ceres**, 57:686-694, 2010.

FREEMAN, J.S.; ROWELL, D.L. The adsorption and precipitation of phosphate onto calcite. **Journal of Soil Science**. 32:75-84. 1981.

FREIRE, M.B.G. & FREIRE, F.J. Fertilidade do solo e seu manejo em solos afetados por sais. In: **Fertilidade do solo**. Viçosa-MG: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo. 2007. P.929-954.

FREITAS, I.F.; NOVAIS, R.F.; VILLANI, E.M.A. & NOVAIS, S.V. Phosphorus extracted by ion exchange resins and Mehlich-1 from Oxisols (Latosols) treated with different phosphorus rates and sources for varied soil-source contact periods. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, 37:667-77. 2013.

GATIBONI, L.C.; KAMINSKI, J.; RHEINHEIMER, D.S. Modificações nas formas de fósforo após a extração sucessiva com os métodos de Mehlich I e II e resina trocadora de ânions. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, 29:363-371. 2005.

GERMIDA, J.J. & JANZEN, H.H. Factors affecting the oxidation of elemental sulfur in soils. **Fertilizer Research**, 35:101-114, 1993.

GICHANGI, E.M.; MNKENI, P.N.S. & BROOKS, P.C. Effects of goat manure and inorganic phosphate addition on soil inorganic and microbial biomass phosphorus fractions under laboratory incubation conditions. **Soil Science and Plant Nutrition**, 55:764-771. 2009.

GUPTA, V.; HAMPTON, M.A.; STOKES, J.R.; NGUYEN, A.V.; & MILLER, J.D. Particle interactions in kaolinite suspensions and corresponding aggregate structures. **Journal of Colloid Interface Science**, 359:95-103. 2011.

HANEKLAUS, S.; HOPPE, L.; BAHADIR, M. & SCHNUG, E. Sulphur nutrition and alliin concentrations in *Allium* species. In: CRAM, W.J.; DE KOK, L.J.; STULEN, I.; BRUNOLD, C. & RENNENBERG, H. (Eds). **Sulphur metabolism in higher plants: molecular, ecophysiological and nutritional aspects**. Leiden, Backhuys Publishers. 367p. 1997.

HASHEMIMAJD, K.; FARANI, T.M. & JAMAATI-E-SOMARINI, S. Effect of elemental sulphur and compost on pH, electrical conductivity and phosphorus availability of one clay soil. **African Journal of Biotechnology**, 11:1425-1432, 2012.

HEDLEY, M.J.; STEWARD, W.B. & CHAUHAN, B.S. Changes in inorganic and organic soil phosphorus fraction induced by cultivation practices and laboratory incubation. **Soil Science Society of American Journal**, 46:970-976, 1982.

HEYDARNEZHAD, F.; SHAHINROKHSAR, P.; VAHED, H.S. & BESHARATI, H. Influence of elemental sulfur and sulfur oxidizing bacteria on some nutrient deficiency in calcareous soils. **International Journal Agriculture and Crop Science**, 4:735-739. 2012.

HINSINGER, P.; GILKES, R.J. Root-induced dissolution of phosphate rock in the rhizosphere of lupins grown in alkaline soil. **Soil Research**, 33:477-489. 1995.

HOLFORD, I.C.R. & MATTINGLY, G.E.G. Phosphate adsorption and plant availability of phosphate. **Plant and Soil**, 44:377-389. 1976.

HOROWITZ, N. & MEURER, E.J. Oxidação do enxofre elementar em solos tropicais. **Ciência Rural**, 36:822-828. 2006.

HOUBA, V.J.G.; TEMMINGHOFF, E.J.M.; GAIKHORST, G.A. & VAN VARK, W. Soil analysis procedures using 0,01 M calcium chloride as extraction reagent. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, 29:1083-1090. 2000.

HOUBA, V.J.G.; NOVOZAMSKY, I.; HUYBREGTS, A.W.M. & VAN DER LEE, J.J. Comparison of soil extractions by 0,01 M CaCl<sub>2</sub> by EUF and by some conventional extraction procedures. **Plant and Soil**, 96:433-437. 1986.

JAGGI, R.C.; AULAKH, M.S. & SHARMA, R. Impacts of elemental S applied under various temperature and moisture regimes on pH and available P in acidic, neutral and alkaline soils. **Biology and Fertility of Soils**, 41:52-58, 2005.

JAJALI, M.; RANJBAR, F. Aging effects on phosphorus transformation rate and fractionation in some calcareous soils. **Geoderma**, 155:101-106. 2010.

JIANG, B.F.; GU, Y.C. A suggested fractionation scheme of inorganic phosphorus in calcareous soils. **Scientia Agricultura Sinica**, 22:58–62, 1989.

KARIMIZARCHI, M.; AMINUDDIN, H.; KHANIF, M.Y. & RADZIAH, O. Elemental sulphur application and sweet maize (*Zea mays* L.) response in a high pH soil of Malaysia. **Malaysian Journal of Soil Science**, 18:75-86, 2014.

KARIMIZARCHI, M.; SOLTAGHEISI, A.; HUSIN, A.; YUSOP, M.K. & OTHMAN, R. Sulfur uptake and translocation in maize (*Zea mays*) grown in a high pH soil treated with elemental sulfur. **Journal of Plant Nutrition**, 41:1798-1806. 2018.

KAPLAN, M. & ORMAN, S. Effect of elemental sulphur and sulphur containing waste in a calcareous soil in Turkey. **Journal of Plant Nutrition**, 21:1655-1665. 1998.

KHORASGANI, M.N.; SHARIATMADARI, H. & ATARODI, B. Interrelation of inorganic phosphorus fractions and sorghum-available phosphorus in calcareous soils of southern Khorasan. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, v.40, p.2460–2473. 2009.

KIST, B.B. **Anuário brasileiro de fruticultura**. 2018. 88p.

KUBENKULOV, K.; NAUSHABAYEV, A. & HOPKINS, D. Reclamation efficiency of elemental sulfur on the soda saline soil. **World Applied Sciences Journal**, 23:1245-1252. 2013.

KULHÁNEK, M.; BALÍK, J.; ČERNÝ, J.; NEDVĚD, V.; KOTKOVÁ, B. The influence of different intensities of phosphorus fertilizing on available phosphorus contents in soils and uptake by plants. **Plant, Soil and Environment**, 53:382–387. 2007

KUO, S. **Phosphorus**. In: BIGHAM, J.M. Methods of soil analysis: Chemical methods. Madison, Soil Science Society America/ American Society of Agronomy, 1996. Part. 3. p.869-919.

LAWRENCE, J.R.; GUPTA, V.V. & GERMIDA, J.J. Impact of elemental sulfur fertilization on agricultural soils. II – Effects on sulfur-oxidizing populations and oxidation rates. **Canadian Journal of Soil Science**, 68:475-483. 1988.

LEE, A.; WATKINSON, J.H. & LAUREN, D.R. Factors affecting oxidation rates of elemental sulfur in a soil under a ryegrass dominant sward. **Soil Biology and Biochemistry**, 20:809-816. 1988.

LINDEMANN, W.C.; ABURTTO, J.J.; HAFFNER, W.M. & BONO, A.A. Effect of sulfur source on sulfur oxidation. **Soil Science Society American Journal**, 55:85-90. 1991.

LINDSAY, W.L. **Chemical equilibrium in soils**. 1979. 449 p.

LINDSAY, W.L.; VLEK, P.L.G. & CHIEN, S.H. Phosphate minerals. In: DIXON, J.B. & WEED, S.B. (Eds) **Minerals in soil environment**. 2<sup>nd</sup> edn. Soil Science Society of America, Madison, pp 1089–1130. 1989.

LUCHETA, A. R.; LAMBAIS, M. R. Sulfur in agriculture. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, 36:1369-1379, 2012.

MALAVOLTA, E. **Elementos de nutrição mineral de plantas**. São Paulo: CERES, 1980. 251p.

MEHLICH, A. **Determination of P, Ca, Mg, K, Na and NH<sub>4</sub>**. North Carolina Soil Test Division. 1953. 8 p.

MILLERO, F.; HUANG, F.; ZHU, X.; LIU, X. & ZHANG, J.Z. Adsorption and desorption of phosphate on calcite and aragonite in seawater. **Aquatica Geochemistry**, 7:33-56, 2001.

MIRANDA, T.S.; MANOEL FILHO, J.; NEVES, B.B.B. & BARBOSA, J.A. Estudo do comportamento geológico-estrutural dos depósitos cretácicos do sistema aquífero Apodi, Bacia Potiguar, NE do Brasil. **Estudos Geológicos**, 22. 2012.

MODALISH, A.S.; AL-MUSTAFA, W.A. & METWALLY, A.I. Effect of elemental sulphur on chemical changes and nutrient availability in calcareous soils. **Plant Soil**, 116:95-101, 1989.

MOORE, D.M. & REYNOLDS, R.C. **X-Ray diffraction and the identification and analysis of clay minerals**. Oxford: Oxford University Press. 1997. 378p.

MOORE, P.A. & REDDY, K.R. Role of eH and pH on phosphorus geochemistry in sediments of Lake Okeechobee, **Journal of Environmental Quality**, 23:955–964, 1994.

MOSTASHARI, M.; MUAZARDALAN, M.; KARIMIAN, N.; HOSSENI, H.M. & REZAI, H. Phosphorus fractions of selected calcareous soils of Qazvin Province and their relationships with soil characteristics. **American-Eurasian Journal of Agricultural & Environmental Sciences**, 3:547-553, 2008.

MOTA, J.C.A.; ALENCAR, T.L. & ASSIS JÚNIOR, R.N. Alterações físicas de um Cambissolo cultivado com bananeira irrigada na Chapada do Apodi, Ceará. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, 39:1015-1024. 2015.

MOTIOR, M.R.; ABDOL, A.S.; FAREED, H.D.; KHALED, A.T.; MOHAMED, A.A. GOLAM, F. & SOFIAN-AZIRUN, M. Influence of elemental sulfur on nutrient uptake, yield and quality of cucumber grown in sandy calcareous soil. **Australian Journal of Crop Science**, 5:1610-1615. 2011.

NAEEM, A.; AKTAR, M. & AHMAD, W. Optimizing available phosphorus in calcareous soils fertilized with diammonium phosphate and phosphoric acid using Freundlich adsorption isotherm. **The Science World Journal**. id:680257. 2013.

NOVAIS, R.F. & SMYTH, T.J. & NUNES, F.N. Fósforo. In: NOVAIS, R.F.; ALVAREZ V., V.H.; BARROS, N.F.; FONTES, R.L.F.; CANTARUTTI, R.B. & NEVES, J.C.L. **Fertilidade do solo**. 2007. p.471-537.

NOVAIS, S. F.; MATTIELO, E. M.; VERGUTZ, L.; MELO, L. C. A.; FREITAS, I. F.; NOVAIS, R. F. Loss of extraction capacity of Mehlich-1 and monocalcium phosphate as a variable of remaining P and its relationship to critical levels of soil phosphorus and sulfur. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**. 39:1079-1087. 2015.

NOVAIS, R. F.; SMYTH, T. J. Fósforo em solo e planta em condições tropicais. Viçosa, MG.1999. 399p.

OLIVEIRA, A.A.S. **Efeito da concentração de fósforo da solução de equilíbrio utilizada para análise de fósforo remanescente em solos da região Nordeste do Brasil**. 2017. 47f. Dissertação (Mestrado em Manejo do Solo e Água) – Universidade Federal Rural do Semiárido.

OLIVEIRA, F.H.T.; NOVAIS, R.F.; SMYTH, T.J. & NEVES, J.C.L. Comparisons of phosphorus availability between anion exchange resin and Mehlich-1 extractions among Oxisols with different capacity factors. **Communication in Soil Science Plant Analysis**, 31:615-630. 2000.

OLSEN, S.R.; COLE, C.V.; WATANABE, F.S. & DEAN, L.A. **Estimation of available phosphorus in soils by extraction with sodium bicarbonate**. Washington, USDA, 1954. (USDA Circ., 939).

OLSEN, S.R. & WATANABE, F.S. A method to determine phosphorus adsorption maxima of soils contrasting soils as measured by the Langmuir isotherm. **Soil Science Society of America Proceedings**, 21:144-149. 1957.

PARFITT, R. L. Anion adsorption by soils and soil materials. **Advances in Agronomy**, 30:1-46. 1978.

PENA, F.; TORRENT, J. Predicting phosphate sorption in soils of Mediterranean regions. **Fertilizers Research**, 23:173–179. 1990.

PEREIRA, J.R. & FARIA, C.M.B. Sorção de fósforo em alguns solos do semi-árido do nordeste brasileiro. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, 33:1179-1184. 1998.

RAHNEMAIE, R.; HIEMSTRA, T. & VAN RIEMSDIJK, W.H. Carbonate adsorption on goethite in competition with phosphate. **Journal of Colloid and Interface Science**, v.315, p.415-425. 2007.

RAIJ, B. V.; QUAGGIO, J. A. **Método de análise de solo para fins de fertilidade**. Campinas, Instituto Agronômico, 1983. 31p. (IAC. Boletim, 81).

RAIJ, B. V.; FEITOSA, C. T.; SILVA, N. M. Comparação de quatro extratores de fósforo de solos. **Bragantia**, 43:17-29. 1984.

RENNENBERG, H. & HERSCHBACH, C. Phosphorus nutrition of woody plants: many questions – few answers, **Plant Biology**, 15:785–788, 2013.

SAMENI, A.M. & KASRAIAN, A. Effect of agricultural sulfur on characteristics of different calcareous soils from dry regions of Iran, I: Disintegration rate of agricultural sulfur and its effects on chemical properties of soils. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, 35:1219–1234. 2004.

SAMPLE, E.C.; SOPER, R.J & RACZ, G.J. **Reactions of phosphate fertilizers in soils**. In: KHASAWNEH, F.E.; SAMPLE, E.C. & KAMPRATH, E.J. (eds.). The role of phosphorus in agriculture. Madison: American Society of Agronomy. 1980. p. 263-310.

SÁNCHEZ-ALCALÁ, I.; DEL CAMPILLO, M.C. & TORRENT, J. Critical Olsen P and  $\text{CaCl}_2\text{-P}$  levels as related to soil properties: results from micropot experiments. **Soil Use and Management**, v.31, p.233-240. 2015.

SANYAL, S.K. & DATTA, S.K. Chemistry of phosphorus transformations in soil. In: STEWART, B.A. **Advances in Soil Science**, 16:1-120. 1991.

SANTOS, H.G.; JACOMINE, P.K.T.; ANJOS, L.H.C.; OLIVEIRA, V.A.; LUMBRERAS, J.F.; COELHO, M.R.; ALMEIDA, J.A.; ARAUJO FILHO, J.C.; OLIVEIRA, J.B. & CUNHA, T.J.F. **Sistema Brasileiro de Classificação de Solos**. 5ed. EMBRAPA: Brasília. 2018. 353p.

SAS INSTITUTE INC. **SAS University edition virtual application**. Cary, NC, USA; 2015.

SATO, S. & COMERFORD, N.B. Influence of soil pH on inorganic phosphorus sorption and desorption in a humid Brazilian Ultisol. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, 29:685-694, 2005.

SCHOFIELD, R.K. Can a precise meaning be given to “available” soil phosphorus? **Soils and Fertilizers**, 18:373–375. 1955.

SHARIATMADARI, H.; SHIRVANI, M. & JAFARI, A. Phosphorus release kinetics and availability in calcareous soils of selected arid and semiarid toposequences. **Geoderma**, 132:261-272. 2006.

SHARPLEY, A.N., JONES, C.A., GRAY, C., COLE, C.V. A simplified soil and plant phosphorus model. II. Prediction of labile, organic, and sorbed phosphorus. **Soil Science Society of American Journal**, 48:805–809. 1984.

SHARPLEY, A.N.; TIESSEN, H. & COLE C.V. Soil phosphorus forms extracted by soil tests as a function of pedo-genesis. **Soil Science Society American Journal**, 51:362–365. 1987.

SHENKER, M. & Y. CHEN. Increasing iron availability to crops: Fertilizers, organo-fertilizers, and biological approaches. **Soil Science and Plant Nutrition**, 51:1-17, 2005.

SILVA, F.C. & RAIJ, B.V. Disponibilidade de fósforo em solos avaliada por diferentes extratores. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, 34:267-288. 1999.

SILVEIRA, M. M. L.; ARAÚJO, M. S. B. & SAMPAIO, E. V. S. B. Distribuição de fósforo em diferentes ordens de solo do semiárido da Paraíba e de Pernambuco. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, 30:281-291. 2006.

SOLIS, P., TORRENT, J. Phosphate fractions in calcareous Vertisols and Inceptisols of Spain. **Soil Science Society American Journal**. 53:462–466. 1989.

SOUZA JÚNIOR, R. F.; OLIVEIRA, F. H. T.; SANTOS, H. C.; FREIRE, F. J. & ARRUDA, J. A. Frações de fósforo inorgânico do solo e suas correlações com o fósforo quantificado por extratores e pelo milho. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, 36:159-170. 2012.

STAMFORD, N.P.; FREITAS, A.D.S.; FERRAZ, D.S. & SANTOS, C.E.S. Effect of sulphur inoculated with *Thiobacillus* on saline soils amendment and growth of cowpea and yam bean legumes. **Journal of Agricultural Science**, 139:275-281. 2002.

STAMFORD, N.P.; MOURA, A.M.M.F.; SANTOS, K.S. & SANTOS, P.R. Atuação de *Acidithiobacillus* na solubilização de fosfato natural em solo de tabuleiro cultivado com Jacatupé (*Pachyrhizus erosus*). **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, 25:75-83, 2004.

TEDESCO, M.J.; GIANELLO, C.; BISSANI, C.A.; BOHNEN, H.; VOLKWEISS, S.J. **Análises de solos, plantas e outros materiais**. 2.ed. Porto Alegre: UFRGS, Departamento de Solos, Faculdade de Agronomia, 1995. 174p. (Boletim técnico, 5).

TISDALE, S.L., NELSON, W.L.; BEATON, J.D. & HAVLIN, J.L. **Soil fertility and fertilizers**. 5ªed. Macmillan Publishing Co., New York. 1993. 634p.

TUNESI, S.; POGGI, V. & GESSA, C. Phosphate adsorption and precipitation in calcareous soils: the role of calcium ions in solution and carbonate minerals. **Nutrient Cycling in Agroecosystems**, 53:219-227, 1999.

TYLER, G. Phosphorus fractions in grassland soils. **Chemosphere**, 48:343–349. 2002

VELARDE, M.; FELKER, P. & GARDINER, D. Influence of elemental sulfur, micronutrients, phosphorus, calcium, magnesium and potassium on the growth of *Prosopis alba* on high soils in Argentina. **Journal of Arid Environments**, 62:525–539. 2005.

VIÉGAS, R.A., NOVAIS, R.F.; SCHULTHAIS, F. Availability of a soluble phosphorus source applied to soil samples with different acidity levels. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, 34:1125-36. 2010.

WANG, X.J.; WANG, J.P. & ZHANG, J. Comparisons of three methods for organic and inorganic carbon in calcareous soils of northwestern China. **PLoS One**. 7: e44334. 2012.

WIEDENFELD, B. Sulfur application effects on soil properties in a calcareous soil and on sugarcane growth and yield. **Journal of Plant Nutrition**, 34: 1003-1013. 2011.

WITHERS, P.J.A.; NEAL, C.; JARVIE, H.P. & DOODY, D.G. Agriculture and eutrophication: where do we go from here?. **Sustainability**, 6:5853–5875.2014.

YADAV, B.K. & VERMA, A. Phosphate solubilization and mobilization in soil through microorganisms under arid ecosystems. In: ALI, H. (Ed.). **The functioning of ecosystems**, InTech: Rijeka-Croácia, 2012. p.93-108.

YE, R.; WRIGHT, A.L.; MCCRAY, J.M.; REDDY, K.R. & YOUNG, L. Sulfur-induced changes in phosphorus distribution in Everglades Agricultural Area soils. **Nutrient Cycling in Agroecosystems**, 87:127-135. 2010.

## APÊNDICES

## **APÊNDICE 1 - Descrição Geral do Perfil**

### **Perfil – 01**

Data - 05/12/2015

**Classificação SiBCS (2015)** - Vertissolo Háptico Órtico hiporcarbonático

**Classificação WRB/FAO (2014)**- Vertisol

**Localização, Município, Estado e Coordenadas** – Governador Dix-Sept Rosado , Rio Grande do Norte, UTM 24 S 0662378, 9400428.

**Situação, Declive e Cobertura Vegetal sobre o Perfil** – recém-desmatado, plano, Caatinga hiperxerófila.

**Altitude** – 37 m.

**Litologia** – calcarenitos e calcilutitos bioclásticos, cinza claros a amarelados, níveis de evaporito na base

**Formação Geológica** – Formação Jandaíra.

**Cronologia** - Cretáceo

**Material Originário** – calcário.

**Pedregosidade** – moderadamente pedregoso.

**Rochosidade** – não rochosa

**Relevo Local** - plano.

**Relevo Regional** - plano.

**Erosão** – ausente

**Drenagem** – imperfeitamente drenado.

**Vegetação Primária** – Caatinga.

**Uso Atual** – recém desmatada

**Clima** – clima tropical com estação seca (As).

**Descrito e Coletado por** - Raphael Moreira Beirigo, Alexandre Paiva da Silva e Ewerton Gonçalves de Abrantes.

## 2) Descrição Morfológica

A 0 – 25 cm, (7,5YR 2,5/1, seca); cascalhenta; grande/muito grande; moderada granular; macia; muito friável; plástica; ligeiramente pegajosa; transição ondulada e clara.

Bvk1 25 – 80 cm; (5Y 4/1, seca); cascalhenta; superfície de compressão; muito; grande/muito grande; forte prismática; dura; friável; muito plástica; pegajosa; transição plana gradual.

Bvk2 80 – 150 cm; (2,5Y 4/1, seca); pouco cascalhenta; superfície de compressão; muito; grande/muito grande; forte; prismática; muito dura; firme; muito plástica; muito pegajosa; transição plana clara.

Bvk3 150- 200+ cm; (5Y 5/1, seca); pouco cascalhenta; superfície de compressão; muito; forte; granular; muito dura; firme; muito plástica; muito pegajosa.

Raízes: comum de todos tipos no A; média e comum no Bvk1; muito fina comum; fina pouca no Bvk2; fina comum; muito grossa rara no Bvk3.

## APÊNDICE 2

Tabela 1A - Caracterização química e física do Vertissolo Hipocarbonático

| Variável                                      | Unidade                            | Horizontes |                  |                  |                  |
|-----------------------------------------------|------------------------------------|------------|------------------|------------------|------------------|
|                                               |                                    | A          | Bvk <sub>1</sub> | Bvk <sub>2</sub> | Bvk <sub>3</sub> |
| pH (H <sub>2</sub> O) <sup>(2)</sup>          |                                    | 8,3        | 8,8              | 9,0              | 9,1              |
| pH (CaCl <sub>2</sub> ) <sup>(2)</sup>        |                                    | 7,7        | 7,9              | 8,0              | 8,2              |
| Na <sup>+</sup> <sup>(3)</sup>                | cmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> | 0,43       | 0,58             | 1,23             | 5,01             |
| K <sup>+</sup> <sup>(3)</sup>                 | cmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> | 0,53       | 0,05             | 0,08             | 0,16             |
| Ca <sup>2+</sup> <sup>(4)</sup>               | cmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> | 32,11      | 14,88            | 12,70            | 9,98             |
| Mg <sup>2+</sup> <sup>(4)</sup>               | cmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> | 8,07       | 20,77            | 28,46            | 29,05            |
| Al <sup>3+</sup> <sup>(4)</sup>               | cmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> | 0,00       | 0,00             | 0,00             | 0,00             |
| H+Al <sup>(5)</sup>                           | cmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> | 0,00       | 0,00             | 0,00             | 0,00             |
| CTCef <sup>(6)</sup>                          | cmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> | 41,14      | 36,28            | 42,47            | 44,20            |
| CTCpot <sup>(7)</sup>                         | cmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> | 41,14      | 36,28            | 42,47            | 44,20            |
| V <sup>(8)</sup>                              | %                                  | 100        | 100              | 100              | 100              |
| PST <sup>(9)</sup>                            | %                                  | 1,05       | 1,60             | 2,90             | 11,33            |
| P Mehlich-1                                   | mg dm <sup>-3</sup>                | 4,06       | 1,46             | 1,25             | 1,83             |
| P Olsen <sup>(10)</sup>                       | mg dm <sup>-3</sup>                | 131,96     | 125,25           | 122,49           | 118,15           |
| P-rem <sup>(11)</sup>                         | mg L <sup>-1</sup>                 | 19,1       | 25,8             | 21,4             | 23,0             |
| SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> <sup>(12)</sup> | mg dm <sup>-3</sup>                | 31,66      | 9,24             | 17,58            | 19,78            |
| CMAP <sup>(13)</sup>                          | g kg <sup>-1</sup>                 | nd         | nd               | nd               | nd               |
| EAP <sup>(14)</sup>                           | L mg <sup>-1</sup>                 | nd         | nd               | nd               | nd               |
| CaCO <sub>3</sub> <sup>(15)</sup>             | g kg <sup>-1</sup>                 | 78,35      | 117,76           | 118,22           | 118,75           |
| COS <sup>(16)</sup>                           | g kg <sup>-1</sup>                 | 5,03       | 2,85             | 3,81             | 2,95             |
| CIS <sup>(17)</sup>                           | g kg <sup>-1</sup>                 | 4,30       | 6,11             | 6,68             | 5,80             |
| Areia                                         | g kg <sup>-1</sup>                 | 337        | 297              | 205              | 145              |
| Silte                                         | g kg <sup>-1</sup>                 | 456        | 304              | 260              | 299              |
| Argila                                        | g kg <sup>-1</sup>                 | 207        | 399              | 535              | 556              |
| Classe textural                               | -                                  | F          | F Arg            | Arg              | M Arg            |

<sup>(1)</sup> Amostra composta oriunda da camada de 0 – 20 cm; <sup>(2)</sup> Relação solo:água 1:2,5; <sup>(3)</sup> Extrator Mehlich-1; <sup>(4)</sup> Extrator KCl 1 M; <sup>(5)</sup> Extrator acetato de cálcio 0,5 M a pH 7,0; <sup>(6)</sup> Capacidade de troca catiônica; <sup>(7)</sup> Capacidade de troca catiônica a pH 7,0; <sup>(8)</sup> Saturação por bases; <sup>(9)</sup> Porcentagem de sódio trocável; <sup>(10)</sup> Extrator Olsen (NaHCO<sub>3</sub> 0,5 M a pH 8,5); <sup>(11)</sup> Fósforo remanescente; <sup>(12)</sup> Extrator CaCl<sub>2</sub> 0,01 M; <sup>(13)</sup> Capacidade máxima de adsorção de fosfato; <sup>(14)</sup> Energia de adsorção de fosfato; <sup>(15)</sup> Carbonato de cálcio; <sup>(16)</sup> Carbono orgânico do solo; <sup>(17)</sup> Carbono inorgânico do solo; F Arg: franco argilosa; F: Franca; Arg: Argilosa; M Arg: Muito argilosa. Nd: não determinado

### APÊNDICE 3

**Tabela 2A** - Caracterização química do extrato de saturação do Vertissolo Hipocarbonático

| Variável                      | Unidade                            | Horizontes |                  |                  |                  |
|-------------------------------|------------------------------------|------------|------------------|------------------|------------------|
|                               |                                    | A          | Bvk <sub>1</sub> | Bvk <sub>2</sub> | Bvk <sub>3</sub> |
| pH                            | -                                  | 8,3        | 8,4              | 8,5              | 8,4              |
| CE                            | uS cm <sup>-1</sup>                | 334,0      | 250,5            | 324,8            | 1532             |
| Na <sup>+</sup>               | mmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> | 6,7        | 96,0             | 23,8             | 679              |
| K <sup>+</sup>                | mmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> | 3,14       | 9,22             | 10,6             | 1,38             |
| Ca <sup>2+</sup>              | mmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> | 3,75       | 3,75             | 3,75             | 3,75             |
| Mg <sup>2+</sup>              | mmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> | 11,3       | 10,0             | 2,50             | 5,00             |
| CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> | mmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> | 0,00       | 0,00             | 0,00             | 0,00             |
| HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> | mmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> | 156,3      | 31,23            | 156,3            | 93,75            |
| Cl <sup>-</sup>               | mmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> | 62,5       | 62,5             | 62,5             | 187,5            |
| SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> | mmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> | 0,14       | 0,03             | 0,14             | 0,17             |

## APÊNDICE 4

## RESUMO DAS ANÁLISES DE VARIÂNCIA

**Tabela 3A** - Quadrado médio do pH do solo em função de doses de enxofre elementar ao longo do período de incubação

| Fonte de variação | GL | Quadrado médio |
|-------------------|----|----------------|
| Dose de S° (S)    | 4  | 21,01**        |
| Tempo (T)         | 9  | 10,25**        |
| S x T             | 36 | 0,51**         |
| CV (%)            |    | 2,20           |

\*\*: significativo a 1% pelo teste t

**Tabela 4A** - Quadrados médio dos teores de fósforo extraído por água (P-H<sub>2</sub>O), CaCl<sub>2</sub> 0,01 M (P-CaCl<sub>2</sub>), Mehlich-1 (P-M1), Olsen (P-Olsen), e por Resina de Troca Iônica (P-RTI) em função de doses de enxofre elementar e tempo de incubação

| Fonte de variação | GL | P-H <sub>2</sub> O                 | P-CaCl <sub>2</sub> | P-M1    | P-Olsen  | P-RTI              |
|-------------------|----|------------------------------------|---------------------|---------|----------|--------------------|
| Dose de S (S)     | 4  | 9x10 <sup>-3</sup> **              | 0,29**              | 22,24** | 485,97** | 60,11**            |
| Tempo (T)         | 4  | 2,5x10 <sup>-2</sup> **            | 0,49**              | 19,42** | 342,63** | 2,00 <sup>ns</sup> |
| S x T             | 16 | 1,1x10 <sup>-3</sup> <sup>ns</sup> | 0,02**              | 2,27**  | 375,12** | 3,87**             |
| CV (%)            |    | 25,52                              | 12,73               | 7,55    | 5,54     | 32,80              |

ns, \*\*: não significativo e significativo a 1%, respectivamente pelo teste F

**Tabela 5A** - Quadrados médio dos teores de SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> extraído por CaCl<sub>2</sub> 0,01 mol L<sup>-1</sup> (S-SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>), e P remanescente (P-rem) e CaCO<sub>3</sub>, em função de doses de enxofre elementar ao longo do período de incubação

| Fonte de variação | GL | S-SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> | P-rem   | CaCO <sub>3</sub> |
|-------------------|----|---------------------------------|---------|-------------------|
| Dose de S° (S)    | 4  | 4,9x10 <sup>7</sup> **          | 88,00** | 181,71**          |
| Tempo (T)         | 4  | 6,1x10 <sup>7</sup> **          | 63,45** | 760,58**          |
| S x T             | 16 | 4,7x10 <sup>6</sup> **          | 7,44**  | 11,06ns           |
| CV (%)            |    | 19,05                           | 6,84    | 8,63              |

ns, \*\*: não significativo e significativo a 1%, respectivamente pelo teste F

**Tabela 6A** - Quadrados médio dos teores disponíveis de P extraído por H<sub>2</sub>O (P-H<sub>2</sub>O), CaCl<sub>2</sub> 0,01 M (P-CaCl<sub>2</sub>), Mehlich-1 (P-M1), Olsen (P-Olsen), e Resina de troca iônica (P-RTI) em função das doses de enxofre elementar (S) e de fósforo (P)

| Fonte de variação  | GL | P-H <sub>2</sub> O  | P-CaCl <sub>2</sub> | P-M1                  | P-Olsen               | P-RTI                 |
|--------------------|----|---------------------|---------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| <b>Bloco</b>       | 3  | 879,8°              | 215,1 <sup>ns</sup> | 4,7x10 <sup>3ns</sup> | 2,7x10 <sup>4ns</sup> | 3,5x10 <sup>4*</sup>  |
| <b>Dose S° (S)</b> | 1  | 230,3 <sup>ns</sup> | 8,21 <sup>ns</sup>  | 4,1x10 <sup>3ns</sup> | 9,7x10 <sup>4**</sup> | 6,8x10 <sup>5**</sup> |
| <b>Dose P (P)</b>  | 4  | 3782,9**            | 2174,6**            | 8,8x10 <sup>4**</sup> | 2,3x10 <sup>5**</sup> | 1,2x10 <sup>5**</sup> |
| <b>S x P</b>       | 4  | 151,3 <sup>ns</sup> | 270,6*              | 6,1x10 <sup>3ns</sup> | 1,3x10 <sup>4ns</sup> | 7,9x10 <sup>4**</sup> |
| <b>CV (%)</b>      |    | 75,88               | 41,12               | 76,22                 | 29,80                 | 59,83                 |

ns, \*\*, \* e °: não significativo e significativo a 1, 5 e 10%, respectivamente pelo teste F

**Tabela 7A** - Quadrados médios dos valores de produção de matéria seca da parte aérea (MS), dos teores de P (tP) e S (tS) foliar, e dos acúmulos de P (AcP) e S (AcS) em função das doses de enxofre elementar (S) e de fósforo (P)

| Fonte de variação  | GL | MS                 | tP                  | AcP                | tS                 | AcS                 |
|--------------------|----|--------------------|---------------------|--------------------|--------------------|---------------------|
| <b>Bloco</b>       | 3  | 21,53**            | 0,034°              | 1,11*              | 0,45 <sup>ns</sup> | 28,85 <sup>ns</sup> |
| <b>Dose S° (S)</b> | 1  | 0,77 <sup>ns</sup> | 0,001 <sup>ns</sup> | 0,21 <sup>ns</sup> | 9,83**             | 197,33*             |
| <b>Dose P (P)</b>  | 4  | 111,82**           | 0,129**             | 21,3**             | 1,13 <sup>ns</sup> | 232,76**            |
| <b>S x P</b>       | 4  | 3,94**             | 0,011 <sup>ns</sup> | 0,19 <sup>ns</sup> | 1,58 <sup>ns</sup> | 84,19°              |
| <b>CV (%)</b>      |    | 26,77              | 31,47               | 20,85              | 65,52              | 73,22               |

ns, \*\*, \* e °: não significativo e significativo a 1, 5 e 10%, respectivamente pelo teste F

**Tabela 8A** - Quadrados médios dos teores das frações de P solúvel em água (P-H<sub>2</sub>O), P ligado a Al (P-Al), P ligado ao Fe (P-Fe), e P ligado ao Ca (P-Ca) em função das doses de enxofre elementar (S) e de fósforo (P)

| Fonte de variação  | GL | P-solúvel           | P-Al                  | P-Fe                | P-Ca               |
|--------------------|----|---------------------|-----------------------|---------------------|--------------------|
| <b>Bloco</b>       | 3  | 318,4 <sup>ns</sup> | 1979,4 <sup>ns</sup>  | 22,42 <sup>ns</sup> | 389,1*             |
| <b>Dose S° (S)</b> | 1  | 682,5*              | 1855,9 <sup>ns</sup>  | 230,7**             | 367,7°             |
| <b>Dose P (P)</b>  | 4  | 2338,6**            | 1,1x10 <sup>4**</sup> | 237,0**             | 3538**             |
| <b>S x P</b>       | 4  | 102,2 <sup>ns</sup> | 220,2 <sup>ns</sup>   | 22,9 <sup>ns</sup>  | 14,0 <sup>ns</sup> |
| <b>CV (%)</b>      |    | 62,61               | 53,26                 | 28,19               | 27,30              |

ns, \*\*, \* e °: não significativo e significativo a 1, 5 e 10%, respectivamente pelo teste F