

**Recuperação do enxofre (^{34}S) aplicado ao solo em cultivos
sucessivos com milho ou soja e alfafa**

GLEUBER MARIANO TEIXEIRA

Dissertação apresentada ao Centro de
Energia Nuclear na Agricultura,
Universidade de São Paulo, para
obtenção do título de Mestre em Ciências,
Área de concentração: Energia Nuclear
na Agricultura.

P I R A C I C A B A
Estado de São Paulo – Brasil
Abril – 2004

**Recuperação do enxofre (^{34}S) aplicado ao solo em cultivos
sucessivos com milho ou soja e alfafa**

GLEUBER MARIANO TEIXEIRA
Engenheiro Agrônomo

Orientador: Prof. Dr. **PAULO CESAR OCHEUZE TRIVELIN**

Dissertação apresentada ao Centro de
Energia Nuclear na Agricultura,
Universidade de São Paulo, para
obtenção do título de Mestre em Ciências,
Área de concentração: Energia Nuclear
na Agricultura.

P I R A C I C A B A
Estado de São Paulo – Brasil
Abril – 2004

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
Seção Técnica de Biblioteca - CENA/USP

Teixeira, Gleuber Mariano

Recuperação do enxofre ^{34}S aplicado ao solo em cultivos sucessivos com milho ou soja e alfafa / Gleuber Mariano
Teixeira. - - Piracicaba, 2004.

77p. : il.

Dissertação (mestrado) - - Centro de Energia Nuclear na Agricultura, 2004.

1. Cultivo sequencial 2. Diluição isotópica 3. Efeito residual
4. Enxofre 34 5. Espectrometria de massas 6. Fertilidade do solo 7. Fertilizantes sulfatados 8. Isótopos estáveis I. Título

CDU 631.811:546.226

A **DEUS** pela dádiva divina do saber e especialmente da vida

Ao meu pai,

Ernesto Mariano Teixeira

Pela constante dedicação na minha formação.

e

a minha mãe,

Ilda Lopes Teixeira

Pela sua força espiritual e constante dedicação.

MINHA ETERNA GRATIDÃO

Irmãos: **Elaine, Sandro e Glauco**

Meus amáveis sobrinhos: **Bruna, Tainá, Fernanda, Victor Enrique, Igor
Manuel, Gabriel e Glauco Júnior**

Pelo amor, carinho, convivência, incentivo e pelos exemplos de vida na minha formação.

AGRADEÇO

À

Tatiana Bueno de Toledo

Pela amizade, companheirismo e **AMOR** acima de tudo.

DEDICO

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador, conselheiro e grande amigo Prof. Dr. Paulo Cesar Ocheuze Trivelin, mentor intelectual na minha carreira científica, pelo companheirismo e pela constante lapidação profissional.

Ao meu amigo e grande incentivador Prof. Dr. José Albertino Bendassolli pelo aprendizado e, principalmente, pelo exemplo de vida.

Aos Prof. Dr. Jefferson Mortatti e Dr. Helder de Oliveira pelo convívio e amizade.

Ao Prof. Dr. Takashi Muraoka, pelas correções e conselhos no desenvolvimento deste trabalho.

Ao meu amigo José Aurélio Bonassi (Pingin) pelos ensinamentos de vida.

Ao Engenheiro Eletrônico Denílson Antonio Marques pela perseverança nos reparos do espectrômetro de massas Atlas MAT CH4.

A minha colega de pós-graduação Isabela Rodrigues Bologna pelas correções e formatação final do texto.

À Marília Ribeiro Garcia Henyei, na normatização das referências bibliográficas e pela amizade.

Ao Centro de Energia Nuclear na Agricultura, da Universidade de São Paulo (CENA/USP) que possibilitou a realização do curso de mestrado e a todo corpo docente da CPG/CENA, representado pelo Prof. Dr. Francisco José Krug, pelos ensinamentos.

A Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) pela bolsa de estudo concedida (Processo 01/11994-0).

Aos meus amigos: Dr. Glauber José de Castro Gava e Dr. André César Vitti, pelos ensinamentos e apoio na realização deste trabalho.

Aos técnicos do Laboratório de Isótopos Estáveis: Bento Moçambique, Miguel Baldessin, Clelber, Hugo Batagello e Magda Bartolomei pelo apoio na

produção do composto marcado no ^{34}S e nas determinações por espectrometria de massas.

As minhas amigas e profissionais Juliana Graciela Giovannini e Natália de Lourdes Batagello pela dedicação e competência na execução dos trabalhos experimentais.

Ao Eng. Agrônomo Millor Fernandes do Rosário pelo auxílio nas análises estatísticas.

A Renato Astorino Filho pela grande amizade.

Aos meus amigos pós-graduandos da ESALQ/USP e do CENA/USP, representados especialmente pelos alunos do Laboratório de Isótopos Estáveis: Anderson Lange, Antônio Xavier de Campos, Carlos Eduardo Faroni, Cecília Del Carmen Videla, Tatiele Anete Bergamo Fenilli, Carlos Roberto Sant'anna, Everaldo Máximo, Glauco Arnold Tavares e Milton José Borttoleto Júnior (Billy), pela convivência e apoio.

Aos estagiários do Laboratório de Isótopos Estáveis: Ciro, Felipe, Flávia, Flávio, Gleison, Marcos, Maria Elisa, Mariana, Taís e Valkiria pelo apoio na realização dos experimentos.

Agradeço também a todos aqueles que de uma forma ou de outra contribuíram para a realização deste trabalho.

A todos, o meu muito obrigado.

SUMÁRIO

	página
RESUMO.....	xiv
SUMMARY.....	xvi
1 INTRODUÇÃO.....	1
2 REVISÃO DE LITERATURA.....	3
2.1 Enxofre em agroecossistemas.....	4
2.2 Enxofre na planta.....	5
2.3 Enxofre no solo.....	8
2.4 Distribuição do enxofre no sistema solo-planta.....	11
3 MATERIAL E MÉTODOS.....	13
3.1 Experimento I: Distribuição do enxofre do fertilizante aplicado ao solo no sistema solo-planta, com as culturas de milho ou soja.....	14
3.1.1 Solos.....	14
3.1.2 Delineamento experimental e tipo de parcela.....	15
3.1.3 Cultivar de soja e híbrido de milho.....	16
3.1.3.1 Nitossolo Vermelho eutrófico (NVe).....	16
3.1.3.2 Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt).....	17

3.1.4	Tratamento de sementes, época de semeadura e desbaste.....	17
3.1.5	Aplicação da fonte marcada no ^{34}S	18
3.1.6	Condução do experimento I.....	18
3.1.7	Colheita das parcelas com milho e soja.....	18
3.1.7.1	Nitossolo Vermelho eutrófico (NVe).....	18
3.1.7.2	Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt).....	19
3.2	Experimento II: Disponibilidade do S-fertilizante residual no solo após as culturas de milho e soja avaliada pela extração com a alfafa.....	20
3.2.1	Cultivar de alfafa, tratamento de sementes e semeadura.....	20
3.2.2	Colheita das parcelas com alfafa e finalização do experimento II.	21
3.3	Determinações de enxofre total (S-total) e isotópicas de ^{34}S em amostras de plantas.....	22
3.4	Determinações de enxofre total (S-total) e isotópicas de ^{34}S em amostras de solo.....	23
3.5	Cálculos.....	23
3.5.1	Teor de enxofre em plantas (S_p , g kg^{-1}).....	24
3.5.2	Teor de enxofre no solo (S_s , g kg^{-1}).....	24
3.5.3	Enxofre total na planta e no solo (ST, mg por parcela).....	24
3.5.4	Abundância isotópica de ^{34}S (% de átomos).....	25
3.5.5	Porcentagem de enxofre na planta ou no solo derivado do fertilizante (%Sdff).....	25
3.5.6	Quantidade de enxofre na planta ou no solo derivado do fertilizante (QSdff, mg por parcela).....	26
3.5.7	Distribuição do enxofre derivado do fertilizante aplicado ao solo no sistema solo-planta (DS).....	26

3.5.8	Recuperação do enxofre derivado do fertilizante aplicado ao solo acumulado nos experimentos I e II (RS).....	26
3.6	Análise estatística.....	27
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	28
4.1	Caracterização física e química dos solos no experimento I.....	28
4.2	Caracterização química dos solos no experimento II.....	32
4.3	Material vegetal seco (MS) de milho, soja e alfafa.....	33
4.3.1	Material vegetal seco (MS) de milho e soja (Experimento I).....	36
4.3.2	Material vegetal seco (MS) em plantas de alfafa (Experimento II).....	36
4.4	Enxofre total (ST) em plantas de milho, soja e alfafa.....	38
4.4.1	Enxofre total (ST) em plantas de milho e soja (Experimento I)..	41
4.4.2	Enxofre total (ST) em plantas de alfafa (Experimento II).....	41
4.5	Porcentagem do enxofre derivado do fertilizante nas plantas de milho, soja e alfafa (%Sdff).....	43
4.5.1	Porcentagem do enxofre derivado do fertilizante nas plantas de milho e soja (%Sdff) (Experimento I).....	46
4.5.2	Porcentagem do enxofre derivado do fertilizante na alfafa (%Sdff) (Experimento II).....	47
4.6	Quantidade do enxofre derivado do fertilizante no milho, soja e alfafa (QSdff).....	48
4.6.1	Quantidade do enxofre derivado do fertilizante nas plantas de milho e soja (QSdff) (Experimento I).....	49
4.6.2	Quantidade do enxofre derivado do fertilizante nas plantas de alfafa (QSdff) (Experimento II).....	52

4.7	Enxofre nos solos dos experimentos I e II.....	53
4.7.1	Teor de enxofre (S) no Nitossolo Vermelho eutrófico (NVe) e Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt).....	53
4.7.2	Conteúdo de enxofre no Nitossolo Vermelho eutrófico (NVe) e Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt).....	54
4.8	Porcentagem de enxofre derivado do fertilizante (%Sdff) no Nitossolo Vermelho eutrófico (NVe) e Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt).....	58
4.9	Quantidade de enxofre derivado do fertilizante (QSdff) no Nitossolo Vermelho eutrófico (NVe) e Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt).....	59
4.10	Recuperação do enxofre do fertilizante no sistema solo-planta.	61
4.10.1	Distribuição do enxofre derivado do fertilizante aplicado ao solo no sistema solo-planta no experimento I (DS).....	63
4.10.2	Distribuição do enxofre derivado do fertilizante aplicado ao solo no sistema solo-planta no experimento II (DS).....	65
4.12.3	Recuperação do enxofre derivado do fertilizante aplicado ao solo nos experimentos I e II (RS).....	67
5	CONCLUSÕES.....	69
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	71

LISTA DE FIGURAS

Figura		Página
1	Ciclo do enxofre.....	3
2	Parcelas experimentais (vasos) dispostos em bancada na casa-de-vegetação do CENA/USP.....	16
3	Plantas de alfafa crescidas em cultivo sucessivo ao milho e a soja em Latossolo Vermelho distrófico típico no tratamento ³⁴ S empobrecido.....	22
4	Distribuição do enxofre derivado do fertilizante no sistema solo - milho ou soja (Experimento I).....	62
5	Distribuição do S-fertilizante residual aplicado no experimento I no sistema solo – alfafa (Experimento II).....	66
6	Recuperação do enxofre do fertilizante aplicado ao Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt) nos experimentos I e II (RS).....	68

LISTA DE TABELA

Tabela		Página
1	Caracterização física do Nitossolo Vermelho escuro (NVe) e Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt).....	29
2	Caracterização química do Nitossolo Vermelho eutrófico (NVe), antes (AC) e após (DC) a aplicação de calcário.....	29
3	Caracterização química do Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt), antes (AC) e após (DC) aplicação de calcário.....	30
4	Caracterização química do Nitossolo Vermelho eutrófico (NVe) utilizado no experimento II, antes do plantio de alfafa para as parcelas contendo como culturas antecessoras (CA), milho ou soja.....	32
5	Caracterização química do Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt) utilizado no experimento II, antes do plantio de alfafa para as parcelas contendo como culturas antecessoras (CA), milho ou soja.....	33
6	Material vegetal seco (MS) de milho no Nitossolo Vermelho eutrófico (NVe) e no Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt)...	34
7	Material vegetal seco (MS) de soja no Nitossolo Vermelho eutrófico (NVe) e no Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt)...	34
8	Material vegetal seco (MS) de alfafa no Nitossolo Vermelho eutrófico (NVe).....	35
9	Material vegetal seco (MS) de alfafa no Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt).....	35
10	Enxofre total (ST) no milho produzido no Nitossolo Vermelho eutrófico (NVe) e no Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt)...	39

11	Enxofre total (ST) na soja produzida no Nitossolo Vermelho eutrófico (NVe) e no Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt)...	39
12	Enxofre total (ST) na alfafa produzida no Nitossolo Vermelho eutrófico (NVe).....	40
13	Enxofre total (ST) na alfafa produzida no Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt).....	40
14	Porcentagem do enxofre derivado do fertilizante no milho (“%Sdff”) no Nitossolo Vermelho escuro (NVe) e Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt)	44
15	Porcentagem do enxofre derivado do fertilizante na soja (“%Sdff”) no Nitossolo Vermelho escuro (NVe) e Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt).....	44
16	Porcentagem do enxofre derivado do fertilizante na alfafa (“%Sdff”) no Nitossolo Vermelho eutrófico (NVe).....	45
17	Porcentagem do enxofre na alfafa derivado do fertilizante (“%Sdff”) no Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt).....	45
18	Quantidade de enxofre derivado do fertilizante no milho (“QSdff”).	50
19	Quantidade de enxofre derivado do fertilizante na soja (“QSdff”)...	50
20	Quantidade de enxofre derivado do fertilizante na alfafa (“QSdff”) no Nitossolo Vermelho Escuro (NVe).....	51
21	Quantidade de enxofre derivado do fertilizante na alfafa (“QSdff”) no Latossolo Vermelho Distrófico típico (LVdt).....	51
22	Teor de enxofre no Nitossolo Vermelho escuro (NVe) e Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt) após o experimento I.....	55
23	Teor de enxofre no Nitossolo Vermelho escuro (NVe) e Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt) após o experimento II.....	55
24	Enxofre total (ST) no Nitossolo Vermelho escuro (NVe) e Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt) após o experimento I..	56
25	Enxofre total (ST) no Nitossolo Vermelho escuro (NVe) e Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt) após o experimento II.	56

26	Porcentagem do enxofre derivado do fertilizante (“%Sdff”) no Nitossolo Vermelho escuro (NVe) e Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt) ao final dos experimentos I e II no tratamento ³⁴ S enriquecido.....	60
27	Quantidade de enxofre derivado do fertilizante (“QSdff”) no Nitossolo Vermelho escuro (NVe) e Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt) ao final dos experimentos I e II no tratamento ³⁴ S enriquecido.....	60

Recuperação do enxofre (^{34}S) aplicado ao solo em cultivos sucessivos com milho ou soja e alfafa

Autor: GLEUBER MARIANO TEIXEIRA

Orientador: Prof. Dr. PAULO CESAR OCHEUZE TRIVELIN

RESUMO

O enxofre é um dos nutrientes de planta que vem recebendo pouca atenção em estudos de fertilidade de solos, ficando relegado à poucas pesquisas no mundo. Os estudos enfocando o elemento têm indicado deficiências de enxofre nas culturas, em áreas com agricultura intensiva. Neste contexto, o trabalho desenvolvido em condições de casa-de-vegetação, no CENA/USP, em Piracicaba, SP, teve por objetivos: a) avaliar o aproveitamento pelas culturas de milho (*Zea mays* (L.)) e soja (*Glycine max* (L) Merrill) do enxofre aplicado ao solo na forma de sulfato ($\text{Na}_2^{34}\text{SO}_4$) (Experimento I); b) avaliar o aproveitamento pela cultura da alfafa (*Mendicago sativa* (L.)) (Experimento II) do S-fertilizante residual deixado no solo ao final do experimento I; c) avaliar a distribuição do S-fertilizante no sistema solo-planta nos experimentos I e II e sua recuperação global após cultivos sucessivos de milho ou soja e alfafa. A técnica isotópica com uso do isótopo estável ^{34}S foi a ferramenta utilizada nas avaliações da distribuição do enxofre no sistema solo-planta. Os experimentos foram desenvolvidos em vasos sem drenagem

contendo 7 kg de solo. Foram usados dois tipos de solos contrastantes, um argiloso (Nitossolo Vermelho eutrófico) e outro arenoso (Latosolo Vermelho distrófico típico). Os fatores de estudo do experimento I foram: 2 tipos de solo, duas culturas (milho e soja) e 2 marcações da fonte de S (Na_2SO_4): enriquecida ou empobrecida no ^{34}S (em média: 9,0 ou 2,5 % em átomos de ^{34}S respectivamente). No experimento II os fatores solo e fonte de S foram iguais ao do experimento I, sendo os demais fatores o efeito das culturas antecessoras (milho ou soja) e a planta extratora (alfafa). O delineamento experimental foi inteiramente casualizado, com quatro repetições. Na colheita, foram separadas amostras de planta: raízes e parte aérea, sendo também amostrado o solo. Foram realizadas determinações de S-total e de abundância de ^{34}S em amostras vegetais e de solo. No experimento I, a percentagem do S na planta derivado do fertilizante (%Sdff) foi em média de 40% para as culturas de milho e soja, indicando baixa mineralização do enxofre. A %Sdff na alfafa, cultivada em sucessão às culturas de milho e soja que receberam fertilização do solo, foi da ordem 40-50%, revelando a tendência do enxofre em permanecer no solo. A percentagem do S na planta derivado do fertilizante em cultivos consecutivos, no solo arenoso, foi maior na sucessão milho-alfafa (19%) que na soja-alfafa (6,6%). O efeito residual do S-fertilizante no solo foi 20% maior na sucessão soja-alfafa, podendo esse efeito indicar possíveis perdas do sistema solo-planta. O método de determinação de S-total em solos interferiu na recuperação do S-fertilizante no sistema solo-planta, principalmente no solo argiloso.

Recovery of sulfur (^{34}S) applied to soils in consecutive grown with corn or soybean and alfalfa

Author: GLEUBER MARIANO TEIXEIRA

Adviser: Prof. Dr. PAULO CESAR OCHEUZE TRIVELIN

SUMMARY

Sulfur is a plant nutrients which has been receiving little attention in studies of soil fertility, so it has been limited to a few researches in the world. Studies focusing this element have indicated sulfur deficiency in crops grown in intensive agriculture areas. In this context, this research was carried out in under greenhouse conditions at CENA/USP (Piracicaba - SP) with the objectives of evaluating: a) the use of the applied sulfur as sulfate ($\text{Na}_2^{34}\text{SO}_4$) by corn (*Zea mays* (L.)) and soybean (*Glycine max* (L.) Merrill) crops (Experiment I); b) the use by alfalfa (*Mendicago sativa* (L.)) (Experiment II) of the residual fertilizer-S left in the soil at the end of the experiment I (Experiment II); c) the fertilizer-S distribution in the soil-plant system in the experiments I and II and its overall recovery after consecutive cultivations with corn or soybean and alfalfa. The isotopic technique with the stable isotope ^{34}S was the tool used to evaluate the sulfur distribution in the soil-plant system. The experiments were carried out in pots without drainage containing 7 kg of soil. Two types of contrasting soils were used, a clay soil (Kandiudalfic Eutrodox) and a sandy (Rhodic Hapludox). The

study factors of the experiment I were: two soil types, two crops (corn and soybean) and two labeled forms of the S source (Na_2SO_4): enriched or depleted in the ^{34}S (on average: 9.0 and 2.5 atoms % of ^{34}S respectively). In experiment II the soil and S source labeling were the same as in the experiment I, the same pots were grown with alfalfa. A randomized experimental design with four replicates was used. At harvest, the plant samples were separated in: roots and above ground, and the soil was. Determinations of total-S and abundance of ^{34}S were accomplished in plant and soil samples. In the experiment I, the percentage sulfur in the plant derived from the fertilizer (Sdff%) was on average of 40% to corn and soybean, indicating low sulfur mineralization. The %Sdff in alfalfa grown after corn or soybean that received S fertilization reached 40-50%, showing the tendency for fertilizer-S to remain in the soil. The percentage sulfur in the plant derived from the fertilizer in consecutive cultivations, in the sandy soil, was higher in corn-alfalfa (19%) than in soybean-alfalfa (6.6%) succession. The fertilizer-S residual effect in the soil was 20% higher in soybean-alfalfa succession, so this result indicates possible losses from soil-plant system. The determination method of total-S content in the soil interfered with the fertilizer-S recovery in soil-plant system, mainly in the clay soil.

1 INTRODUÇÃO

O enxofre (S) é um dos macronutrientes de menor expressão nos estudos de fertilidade de solos, provavelmente, devido a não valorização do nutriente nas fórmulas utilizadas em manejo de adubação. Os elementos que são privilegiados nas formulações são o nitrogênio, o fósforo e o potássio (NPK). Com isso a disponibilização de enxofre para as plantas ocorre devido as aplicações de gesso, superfosfato simples e micronutrientes foliares, ou ainda em tratamentos fitossanitários (na forma de fungicidas), essas fontes podem ser consideradas indiretas, uma vez que o enxofre não é o elemento principal nas formulações. Essas práticas de adubação podem até satisfazer as necessidades de S, porém não é a forma mais precisa e adequada para suprir a demanda de enxofre pelas culturas. A forma com que o nutriente é fornecido para as plantas tem promovido a escassez de enxofre em áreas com agricultura intensiva, e alguns pesquisadores têm alertado sobre a falta de resposta das culturas às fórmulas concentradas em NPK, devido à restrição de S.

Nesse panorama de aparente desprezo ao enxofre é importante salientar que as principais fontes do nutriente na agricultura são: o sulfato de amônio (24,2% de S) que é recomendado pela demanda de nitrogênio da cultura, o gesso agrícola (13% de S) que é recomendado pelo caráter álico do subsolo devido à importância do cálcio no desenvolvimento radicular das culturas, e o superfosfato simples (12% de S) que é recomendado como fonte fosfatada.

O fato de não haver recomendação relacionada diretamente à necessidade do nutriente, vem promovendo redução na disponibilidade do elemento nos solos. Com isso, as principais fontes do nutriente acabam se

restringindo às fontes indiretas que entram no sistema e também à mineralização da matéria orgânica do solo.

Com isso posto, faz-se necessário a realização de estudos que avaliem a eficiência de utilização de fertilizantes contendo enxofre, a distribuição do elemento no sistema solo-planta e, conseqüentemente, sua importância na produtividade agrícola. Para tal objetivo, a utilização de técnicas isotópicas com o isótopo estável ^{34}S pode auxiliar na elucidação dos diversos compartimentos que este nutriente pode se alocar.

Neste contexto o trabalho de pesquisa tem por objetivos: a) avaliar a utilização do enxofre derivado do fertilizante pelas culturas de milho ou soja no experimento I; b) avaliar o aproveitamento pela cultura da alfafa do S-fertilizante residual no solo, após a conclusão do experimento I (Experimento II); c) avaliar a distribuição do S-fertilizante no sistema solo-planta nos experimentos I e II e sua recuperação global após cultivos sucessivos de milho ou soja e alfafa.

2 REVISÃO DE LITERATURA

O enxofre foi reconhecido como elemento essencial para o crescimento e desenvolvimento dos vegetais há mais de 100 anos, sendo disponibilizado às plantas de quatro maneiras distintas: por deposição atmosférica proveniente da queima de biomassa e combustíveis fósseis; intemperismo das rochas; decomposição e mineralização da matéria orgânica do solo e pela aplicação de fertilizantes contendo o elemento S (Maynard et al., 1984; Germida et al, 1992; Krouse et al., 1996).

O ciclo do enxofre na natureza apresenta diversos estados de oxidação, como apresentado na Figura 1 de Martins & Andrade (2002), este ciclo envolve a movimentação do elemento nos diferentes compartimentos do ecossistema.

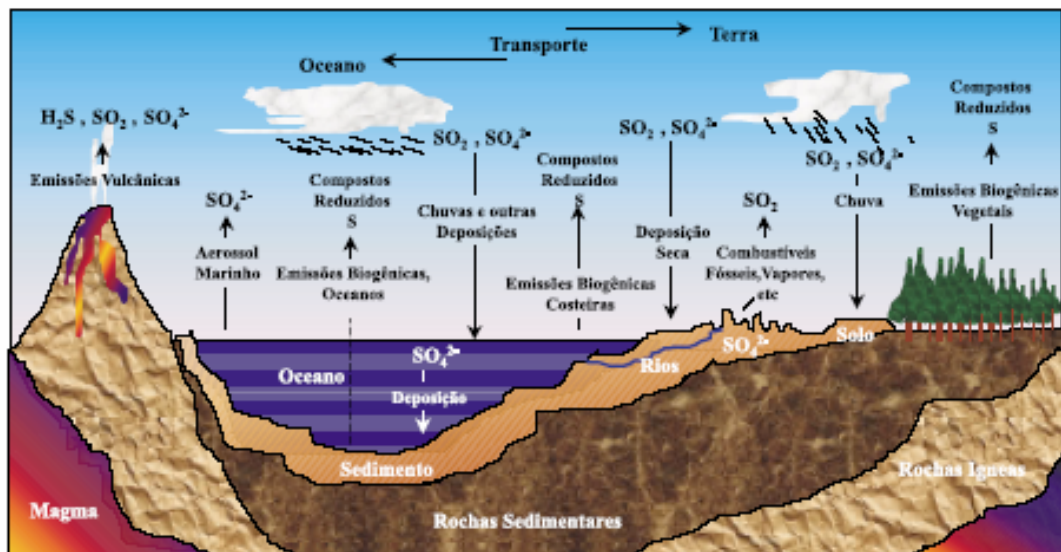


Figura 1. Ciclo do enxofre (citado por Martins e Andrade, 2002)

Na atmosfera a forma predominante é o dióxido de enxofre, que quando em contato com outras moléculas (H_2O_2 , NO_x e o próprio vapor d'água) resulta na formação de ácido sulfúrico e juntamente com ácido nítrico formam a chuva ácida. Esses ácidos na atmosfera vêm provocando desequilíbrios nos ecossistemas naturais, além de danos causados em monumentos históricos como Coliseu em Roma, Parthenon em Atenas, Taj Mahal na Índia e as Pirâmides no Egito. Refinarias de petróleo, indústrias químicas, siderúrgicas e fábricas de cimento emitem dióxido de enxofre. Nas grandes cidades, por exemplo, cerca de 40% da poluição do ar é proveniente da queima de gasolina e óleo diesel pelos veículos automotores, os quais são, responsáveis pela emissão de monóxido e dióxido de carbono (CO), óxido de nitrogênio (NO_x) e dióxido de enxofre (SO_2) (Martins & Andrade, 2002).

2.1 Enxofre em agroecossistemas

O enxofre desempenha papel importante no metabolismo e, por conseguinte no ciclo vital de plantas e animais. Moléculas contendo enxofre participam da estrutura de aminoácidos essenciais, da clorofila, enzimas e coenzimas, além de participar de diversos processos metabólicos como ativador enzimático em plantas e animais (Coleman, 1966; Malavolta, 1979, Marschner, 1995). Cabe salientar a importância do enxofre para os vegetais e sua disponibilidade em solos, visando avaliar os compartimentos e como se comporta o elemento no sistema solo-planta.

O efeito benéfico do enxofre (S) como nutriente para as plantas, utilizado na forma de gesso, já era conhecido pelos antigos gregos e romanos (Tabatabai, 1984). Alway (1940) realizou uma interessante revisão da história da utilização do S como elemento essencial para nutrição de plantas, que pode ser dividida em três períodos. O primeiro foi “regido” pelo gesso (1760-1845), sendo largamente usado e seu efeito benéfico foi geralmente superestimado. O

segundo período foi “regido” pelo superfosfato (1845-1905), durante o qual, a necessidade de qualquer adição de S nos solos foi ignorada, sendo o uso de gesso contestado por diversos pesquisadores. O último período foi impulsionado quando o químico russo Bogdanov, em 1899, questionando a hipótese de que o suprimento natural de enxofre no solo era sempre suficiente para as plantas; nessa época os agrônomos ingleses (Dymond, Hughes, e Jupe), em Essex (Inglaterra), realizaram um experimento entre 1896 e 1901 com as culturas de trevo vermelho, ervilha, couve, colza, aveia, cevada e pastagem permanente, sendo que estes experimentos revelaram a diminuição do S dos solos, ocasionando deficiência do elemento nas plantas, dando sustentação ao questionamento de Bogdanov.

2.2 Enxofre na planta

A extração de S do solo pelas plantas pode variar em função da espécie. Como exemplos: a alfafa (*Mendicago sativa* L.) e a colza (*Brassica napus* L.) exportam quantidades elevadas de S, cerca de 70 kg ha⁻¹ de S (Spencer, 1975). Cana-de-açúcar (*Saccharum officinarum* L.), café (*Coffea arabica* L.), e coco (*Cocos nucifera*) extraem quantidades moderadas, em torno de 50 kg ha⁻¹ de S (Kamprath et al., 1957; Kamprath & Jones 1986; Hoelt & Fox 1986).

Na cultura do milho a extração de enxofre varia de 15 a 30 kg ha⁻¹, com exportação de 5 a 15 kg ha⁻¹ referente a uma produção de grãos de 5 a 7 Mg ha⁻¹ (Malavolta & Dantas, 1980; Hiroce et al., 1989). Na cultura da soja a exigência é de cerca de 35 kg ha⁻¹ e a quantidade extraída e contida nos grãos é da ordem de 10 kg ha⁻¹, considerada uma produtividade média de 3 Mg ha⁻¹ (Tanaka et al., 1993). A cultura do arroz acumula em média 13 kg ha⁻¹ considerando uma produtividade de 7,8 Mg ha⁻¹ (Tabatabai, 1984).

O enxofre exerce papel essencial no metabolismo das plantas, pois, além de fazer parte de aminoácidos essenciais (cisteína e metionina) e de proteínas,

desempenha outras funções: como SO_4^{2-} é ativador enzimático; como SH^- é grupo ativo de enzimas e de co-enzimas (ácido lipólico, tiamina, biotina); na fotossíntese participa da síntese de clorofila, da absorção de CO_2 da atividade da carboxilase e ribulose-2P e de reações de fosforilação; é essencial ainda no processo de fixação do N por leguminosas (Coleman, 1966; Malavolta, 1979). Na forma de glutatona, apresenta ação antioxidante, sendo essa forma a precursora de fitoquelatina, que age na desintoxicação de alguns metais pesados em plantas superiores (Marschner, 1995).

O uso da técnica isotópica tem sido de grande valia na elucidação de aspectos relacionados ao metabolismo do enxofre em plantas, ou mesmo, em avaliações da utilização deste nutriente por culturas. Nesse sentido, o radioisótopo ^{35}S tem sido de grande utilidade em pesquisas envolvendo o nutriente (Lal & Dravid, 1990; Arora et al., 1990; Sharma & Kamath, 1991; Bansal et al., 1993; Patnaik & Santhe, 1993; Chinoim et al., 1997). Entretanto, existe uma tendência mundial de utilizar, quando possível, técnicas não radioativas em pesquisas com traçador isotópico, especialmente em campo. Na Alemanha, Áustria, Japão e Austrália o uso de materiais radioativos em estudos de campo estão proibidos (¹Muraoka, 2003). O enxofre apresenta quatro isótopos estáveis, ^{32}S , ^{33}S , ^{34}S e ^{36}S , respectivamente, com abundâncias naturais de 95,00; 0,76; 4,22 e 0,014 em átomos % (Weast, 1969). No entanto, a abundância natural do ^{34}S apresenta variação natural em $^2\delta^{34}\text{S}$ de -30 a +30 ‰ (Krouse & Tabatabai, 1986). Estes valores de variação natural correspondem a 4,15 e 4,38 % em átomos de ^{34}S , considerando-se a precisão analítica do espectrômetro de massas sendo da ordem de 1%.

Os primeiros estudos com o uso do traçador isotópico ^{34}S na avaliação de eficiência de utilização de fertilizantes (EUF) foram desenvolvidos por

¹ Muraoka, T. Comunicação pessoal, 2003.

² $\delta^{34}\text{S}\text{‰}_{\text{CDT}} = [(R_{\text{amostra}}/R_{\text{CDT}}) - 1] \times 10^3$, sendo Razão = $(^{34}\text{S}/^{32}\text{S})$ e CDT (Canyon Diablo Troilite) = padrão primário internacional de sulfeto de ferro (Fe_2S).

Hamilton et al. (1991), Awonaike et al. (1993) e no Brasil por Trivelin et al. (1999). O uso de ^{34}S como traçador do enxofre, permite a realização de estudos no sistema solo-planta por longos períodos de tempo, em que o material de estudo não é exposto à radiação e nenhuma medida contra as radiações é necessária. Nesse sentido, o uso da técnica de traçador com o isótopo estável ^{34}S constitui-se, também, em uma importante ferramenta alternativa para avaliações da dinâmica do enxofre no sistema solo-planta (Hamilton, et al., 1991). No Brasil o primeiro estudo utilizando a técnica isotópica com ^{34}S foi realizado no CENA-USP, em que se avaliou a utilização do enxofre adicionado ao solo, como $\text{Na}_2^{34}\text{SO}_4$, pelo arroz e crotalária júncea, em experimento em vasos e em condições de casa de vegetação. Os resultados do experimento mostraram elevada absorção de enxofre ($^{34}\text{SO}_4^{2-}$), pelas culturas. O S na planta derivado do fertilizante no arroz (% Sdff_{arroz}) e crotalária júncea (% Sdff_{crotalária júncea}) foi de $66,3 \pm 0,8$ % e $91,3 \pm 3,5$ % respectivamente (Trivelin et al., 2002a). Esses valores elevados, principalmente na crotalária júncea indicaram o alto aproveitamento do nutriente do fertilizante pela cultura, mesmo tratando-se de espécie rústica. Outro fator preponderante foi a baixa taxa de mineralização do enxofre do solo e, conseqüentemente, a pequena quantidade de $^{34}\text{SO}_4^{2-}$ imobilizado pela microbiota do solo. Em se tratando de um primeiro experimento realizado no país com o uso da técnica de traçador com o isótopo estável (^{34}S), foi destacado a sua viabilidade e vantagens (comparado ao uso do radioisótopo ^{35}S) em futuras avaliações da dinâmica do enxofre no sistema solo-planta, nas quais seja requerida a realização de experimentos sem limitação de tempo e sem exposição a nenhum tipo de radiação.

Teixeira et al. (2002) realizaram avaliações comparando a técnica com isótopo estável ^{34}S em relação ao radioisótopo ^{35}S em medidas da eficiência de utilização de fertilizantes (EUF), utilizando a cultura da soja. Os resultados de enxofre na planta derivado do fertilizante (%Sdff) para o método utilizando ^{34}S foram iguais ao método tradicional com o radioisótopo ^{35}S , confirmando a eficiência da técnica analítica com o isótopo estável.

Zhao et al. (2001) utilizando ^{34}S altamente enriquecido em solução nutritiva realizaram estudos para avaliar absorção de S-SO_4^{-2} por plantas de trigo e a redistribuição do nutriente, submetendo plantas de trigo em solução hidropônica contendo sal enriquecido no isótopo ^{34}S por um período de 24 horas. Os resultados obtidos por Zhao et al. (2001) demonstraram que as plantas são ávidas pelo enxofre da solução, sendo que grande quantidade de S na planta foi proveniente da solução após o período de 24 horas. Depois desse período, as plantas foram colocadas em nova solução sem material marcado, e na colheita detectou-se marcação com ^{34}S em outras partes das plantas de trigo, evidenciando a translocação do nutriente. A marcação foi maior nas raízes em comparação às folhas indicando que existe um período para distribuição do nutriente entre esses dois compartimentos.

2.3 Enxofre no solo

O enxofre total (S-total) encontrado em solos da América do sul pode variar de 20 mg kg^{-1} em solos arenosos a 600 mg kg^{-1} em solos de textura argilosa. O S-total ocorre em formas orgânicas e inorgânicas, sendo que as formas orgânicas representam mais que 95% (Tabatabai, 1984).

O conteúdo dos vários compostos de enxofre nos solos é influenciado por fatores pedogenéticos, climáticos, vegetação e topografia local. Altos níveis são encontrados em solos de manguezais, em salinas e em solos orgânicos. A concentração de S-total na camada arável de vários solos encontrados mundo varia de 18 a 6400 mg kg^{-1} S em solos africanos; 42 a 6450 mg kg^{-1} em solos da Ásia; 24 a 2000 mg kg^{-1} para solos australianos; 20 a 4210 mg kg^{-1} para solos europeus; 145 a 8000 mg kg^{-1} para solos russos; 32 a 2300 mg kg^{-1} para solos norte-americanos e 27 a 1104 mg kg^{-1} para solos na América Central e solos da América do Sul (Bettany & Stewart, 1983; Tisdale et al., 1982).

Fitzgerald et al. (1982) estudaram a forma de adição de S no solo utilizando o ^{35}S (radioisótopo) e constataram que o enxofre foi fixado preferencialmente na fração S-orgânico, ligado ao carbono ou à fração S-orgânico redutível pelo ácido iodídrico.

O S-orgânico presente no solo sofre mineralização principalmente pelas bactérias do gênero *Thiobacillus*. A liberação do enxofre imobilizado no solo sofre influência da temperatura, umidade, pH, presença de O_2 e da adição de substratos orgânicos (resíduo vegetal), e de outros fatores que afetam a atividade microbiana, tendo influência crítica na mineralização líquida (Germida 1992). A taxa de mineralização líquida de S (MLS) na maioria dos solos agricultáveis varia de 0,5 a 2,0 mg kg^{-1} por semana. A MLS em solos aumenta com o aumento da temperatura de 5 a 30°C e declina a partir de 50°C (Swift, 1985; Chaudhry & Cornfield, 1967).

A adição de resíduos vegetais influencia significativamente à mineralização do S. Resíduos da fitomassa de alfafa estimularam esse processo; entretanto resíduos de milho ou serragem promoveram a diminuição da produção de SO_4^{-2} (Willians, 1967).

A fração de S-inorgânico (S-SO_4^{-2}) é formada pelo S-solúvel e o S-adsorvido, sendo que o S-solúvel é a fração mais lábil do S-inorgânico. O sulfato da fração S-solúvel é absorvido diretamente pelas plantas ao passo que o S da fração adsorvida deve passar à fração solúvel antes de ser absorvido pelos vegetais. O S-adsorvido representa uma fonte potencial de S-disponível devido ao fornecimento de S para a fração de S-solúvel. Assim, quando o S-adsorvido no solo diminui ocorre maior disponibilidade de S para as plantas (Tzi Tziboy, 1998). Abreu Júnior (1993) avaliou a mineralização do enxofre em diferentes materiais vegetais marcado com ^{35}S , estudando os compartimentos de enxofre no solo: S ligado a carbono, S ligado a éster e S-SO_4^{-2} . Os resultados de porcentagem de enxofre em plantas proveniente do material vegetal marcado (%Sppf) foram entre 9 e 20%. A maior influência nos

resultados obtidos por Abreu Júnior (1993), relacionou-se a razão C/S dos materiais avaliados.

Os solos das regiões tropicais apresentam, naturalmente, baixa disponibilidade de enxofre (Neptune et al., 1975; Reddy et al., 2001), sendo constatada uma redução progressiva na disponibilidade desse nutriente aos vegetais, em áreas com agricultura intensiva. Apesar de o enxofre atmosférico (SO_2) ser absorvido pelas folhas dos vegetais e do potencial de mineralização da matéria orgânica dos solos (MOS-SO_4^{-2}), a escassez de S vem ocorrendo, por um lado, devido à extração e à remoção do nutriente pelas culturas e a lixiviação do sulfato, e por outro, pelo uso de fertilizantes concentrados em NPK, que não contém S. Assim posto, tem sido constatado aumento da incidência de casos de deficiência de enxofre nas plantas cultivadas (Vitti, 1986). Vários trabalhos têm demonstrado resultados positivos devido à adição de enxofre via fertilizante (Friesen, 1991; Nichols et al., 1990; O'Leary & Rehm 1990). Segundo Camberato & Pan (2000) a deficiência de enxofre pode causar decréscimo no rendimento de matéria seca das plantas e, em certas culturas, podendo, ainda, ocorrer uma diminuição da qualidade do alimento. Os teores de cisteína e metionina em sementes foram aumentados com aplicação de enxofre, elevando-se, assim, o valor nutritivo desses alimentos (Rendig, 1986).

A literatura mundial apresenta um aumento nos estudos com enxofre, porém de forma modesta. Trabalhos realizados na última década, especialmente na Índia, indicaram aumento na demanda por fertilizantes contendo S e, conseqüentemente, nos custos de produção, estimulando o desenvolvimento de técnicas mais eficientes para avaliar a eficiência do uso de fertilizantes contendo enxofre (Reddy et al. 2001).

2.4 Distribuição do enxofre no sistema solo-planta

Os estudos referentes a distribuição do nutriente no sistema solo-planta são de importância, uma vez que inferências podem ser feitas nos diferentes compartimentos estudados (solo-planta), objetivando a maximização de aproveitamento do nutriente no sistema, evitando contaminações atmosféricas (H_2S e SO_2) e de águas subterrâneas (SO_4^{-2}). A avaliação da recuperação de enxofre realizado nesses compartimentos revela apenas uma pequena porção do complexo ciclo do enxofre que foi apresentado na Figura 1.

A extração de enxofre por uma cultura e a quantificação do nutriente residual presente no solo pode revelar a reserva do nutriente que o solo ou o resíduo cultural disponibilizou no sistema. Essas informações revelam as perdas que podem estar ocorrendo no sistema e também a reciclagem de nutrientes para as culturas. No entanto, são escassas informações sobre estudos com isótopo estável de enxofre (^{34}S) na literatura mundial, podendo-se traçar um paralelo entre a importância da distribuição de nitrogênio e enxofre no sistema solo-planta, com a finalidade de ilustrar o comportamento destes nutrientes.

Apesar de o enxofre e o nitrogênio apresentarem dinâmicas distintas no sistema solo-planta, cabe salientar os estudos realizados por diversos pesquisadores, dentre eles os trabalhos desenvolvidos por Trivelin et al. (2002b) com a dinâmica do nitrogênio no sistema solo-cana-de-açúcar utilizando o isótopo estável ^{15}N que teve por objetivo avaliar a distribuição e as possibilidades de perda do nutriente nos diversos compartimentos do sistema solo e planta.

O balanço de nitrogênio no sistema solo-planta realizado com uso do traçador ^{15}N , para diferentes espécies, revelaram que a porcentagem de nitrogênio na planta proveniente do fertilizante (%Nppf) é da ordem de 10 a 20%, ficando os restantes 80 a 90% na sua maior parte, no solo, ou mesmo, podendo parte dele ser perdido do sistema solo-planta.

As perdas de nitrogênio do sistema solo-planta ocorrem de maneiras distintas em relação ao enxofre, enquanto para o nitrogênio os maiores drenos são as gasosas (volatilização de amônia e desnitrificação na forma de NO - NO_x e N₂), e a solução (lixiviação de nitrato), o enxofre apresenta com principal dreno de perdas a lixiviação de sulfato (Chen et al., 1999), porém com menor intensidade, existem perdas gasosas devido a atividade microbiana ou condições de anaeorobiose no solo, ocasionando a redução do SO₄⁻² a H₂S ou SO₂, direcionando as perdas para a atmosfera.

O efeito residual de nitrogênio do fertilizante é outro ponto relevante que tem sido abordado em trabalhos na literatura, por se tratar o N de um elemento com uma dinâmica muito intensa, cabendo salientar o baixo efeito residual do nitrogênio proveniente do fertilizante, no caso a uréia (Trivelin et al., 2002a). Estudos realizados por Chen et al. (1999) indicaram baixa recuperação do enxofre por pastagens de clima temperado, ficando as maiores quantidades de enxofre do fertilizante no solo.

Na literatura mundial são raros trabalhos que tiveram por objetivo a avaliação da distribuição do enxofre no sistema solo-planta. Devido a essa escassez de trabalhos, é de grande relevância a realização de estudos envolvendo o balanço de enxofre no sistema solo-planta, sendo de importância, no futuro, a realização de estudos dessa natureza que tenham por meta a busca da maximização do aproveitamento do S por culturas de interesse econômico e a minimização das perdas do nutriente, objetivando em última análise, maior sustentabilidade dos agroecossistemas. Nesse contexto o uso do traçador ³⁴S terá seu papel de relevância nos estudos de ciclagem deste nutriente.

3 MATERIAL E MÉTODOS

Foram realizados experimentos em casa-de-vegetação no CENA/USP, Piracicaba - SP, em dois tipos de solo, para avaliar a distribuição do enxofre no sistema solo-planta, utilizando-se o isótopo estável de enxofre ^{34}S com duas abundâncias distintas da natural. O isótopo ^{34}S foi obtido pelo método de cromatografia de troca iônica, em que se consegue a separação dos isótopos ^{32}S e ^{34}S . A separação desses isótopos ocorre com o deslocamento em uma banda de bissulfito, onde, na parte traseira concentra-se o isótopo ^{34}S e na parte da frente o ^{32}S . Os termos ^{34}S empobrecido ou enriquecido estão relacionados com a abundância do ^{34}S num composto, significando, respectivamente, abaixo ou acima do valor de abundância natural 4,30% em átomos de ^{34}S (Bendassolli et al., 1997).

Os experimentos foram realizados em duas etapas consecutivas para cada tipo de solo: Experimento I, avaliar o aproveitamento e a distribuição do enxofre do fertilizante (S-fertilizante) no sistema solo-planta (soja ou milho); Experimento II, avaliar o aproveitamento pela alfafa do S-fertilizante residual aplicado ao solo no experimento I.

O primeiro experimento (Experimento I) foi desenvolvido com plantas de soja e milho em dois tipos de solo, Nitossolo Vermelho eutrófico (NVe) e Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt), sendo realizada a aplicação de fonte marcada no isótopo de enxofre ^{34}S , na forma de $\text{Na}_2^{34}\text{SO}_4$, com fonte enriquecida ou empobrecida no isótopo pesado de S, para avaliação da distribuição do S-fertilizante aplicado ao solo, no sistema solo-planta.

No segundo experimento (Experimento II) foi utilizada a alfafa - pela sua grande exigência em S – crescida nos mesmos substratos (solos com S-fertilizante residual do experimento I) utilizados no experimento anterior, após a sua conclusão, objetivando-se avaliar o S-fertilizante residual adicionado no experimento I e a distribuição do nutriente no sistema solo planta no ciclo da alfafa. O experimento I com NVe foi desenvolvido de dezembro de 2000 a março de 2001, e com o LVdt de novembro de 2002 a janeiro de 2003. O experimento II com NVe foi iniciado em setembro de 2002, sendo conduzido até junho de 2003 e no LVdt foi desenvolvido de fevereiro a julho de 2003.

3.1 Experimento I: Distribuição do enxofre do fertilizante aplicado ao solo no sistema solo-planta, com as culturas de milho ou soja

3.1.1 Solos

Amostras de um Nitossolo Vermelho eutrófico (NVe) foram obtidas da camada arável de 0-20 cm em área experimental do Departamento de Produção Vegetal da Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz” (ESALQ-USP), onde, por diversos anos, foi realizado o plantio de milho. O Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt) foi colhido da camada arável de 0-20 cm nas proximidades de um canal no município de Saltinho – SP. Os solos (NVe e LVdt) foram tamizados em peneira de malha 2 mm. As amostras dos solos foram mencionadas simplesmente como solo, apesar de os vasos terem sido preenchidos com terra, material da camada arável dos respectivos solos e tamizados em peneira de 2mm de malha. A massa de solo em cada vaso foi aferida tendo como base a terra fina seca em estufa (TFSE). Com esse fim determinou-se para os dois solos a umidade da TFSA e calculou-se a massa de TFSA equivalente a massa pretendida de TFSE.

Amostras de NVe e LVdt foram enviadas ao Laboratório de análise de solos do Departamento de Solos e Nutrição Mineral de Plantas da ESALQ/USP, Piracicaba, SP, para caracterização química para fins de avaliação de fertilidade, antes da aplicação de calcário (AC) e após a aplicação do calcário (DC).

A necessidade de calagem foi calculada pela equação de Raij & Quaggio (1983).

$$NC = [(V2-V1) \cdot CTC] / [PRNT \cdot 10] \quad (1)$$

significando:

NC = Necessidade de calagem em Mg ha⁻¹;

CTC= Capacidade de troca de cátions do solo, em mmol_c dm⁻³;

V1= Porcentagem de saturação por bases atual;

V2= Porcentagem de saturação por bases a ser alcançado pela calagem;

PRNT= Poder relativo de neutralização total do calcário.

A adição de corretivos e de fertilizantes ao solo de cada vaso, foi realizada em bandeja plástica, sendo o solo misturado o mais homoganeamente possível e, em seguida retornada aos vasos que receberam água para a incubação, por 25 e 34 dias para os solos Nve e LVdt, respectivamente, sendo realizada uma fertilização específica em cada solo.

3.1.2 Delineamento experimental e tipo de parcela

A parcela experimental foi constituída de vasos plásticos com 7 litros de capacidade, que foram preenchidos com 7 kg de TFSE, no NVe e 6,5 kg de TFSE no LVdt, por vaso, sendo dispostas ao acaso na casa de vegetação do CENA/USP (Figura 2). Semanalmente fez-se um rodízio nas localizações dos vasos na bancada, a fim de atender ao preceito do delineamento experimental casualizado.



Figura 2. Parcelas experimentais (vasos) dispostos em bancada na casa-de-vegetação do CENA/USP

Os tratamentos do experimento I constituíram um fatorial $(2 \times 2 \times 2) + 4$ compreendendo 2 tipos de solo (LVdt ou NVe), 2 culturas (milho ou soja) e duas marcações com ^{34}S (enriquecido ou empobrecido) da fonte de enxofre e 4 testemunhas com os solos e as 2 culturas, sem aplicação de fontes de S, com 4 repetições.

3.1.3 Cultivar de soja e híbrido de milho

3.1.3.1. Nitossolo Vermelho eutrófico

O cultivar de soja utilizado foi o IAC-19, que apresenta época de semeadura entre 15 de outubro a 15 de dezembro, possui resistência ao oídio, sendo indicado para a região centro-oeste e sudeste do país. O híbrido de milho escolhido foi o 30F80, da Pioneer, tolerante a maioria das doenças, apresenta

elevada qualidade de colmo, boa sanidade de grãos e ampla área de adaptação nas diferentes condições edafoclimáticas do país, além de apresentar grande exigência por nutrientes, sendo, por estas características, adequado para o estudo com traçador isotópico.

3.1.3.2 Latossolo Vermelho distrófico típico

O cultivar de soja utilizado foi o MG/BR – 46 (Conquista) da empresa Brejeiro sementes (safra 2002), tendo características semelhantes ao cultivar IAC – 19. As sementes apresentaram 92% de germinação e 98% de pureza, com época de semeadura no período de 15 de novembro a 20 de dezembro, sendo o cultivar indicado para o centro-oeste e sudeste do país, apresentando bom acúmulo de matéria seca e grande acúmulo de nutrientes. O híbrido de milho utilizado foi o 30F33 da Pioneer, que apresenta características semelhantes ao híbrido 30F80.

3.1.4 Tratamento das sementes, época de semeadura e desbaste

As sementes de soja foram tratadas com fungicida Vitavax-Thiran e receberam inoculante contendo *Rhizobium bradjaponicum*, na dose de 2 gramas de inoculante por 100 sementes. As sementes de milho foram previamente tratadas com o mesmo fungicida utilizado nas sementes de soja, adicionando-se, em seguida 13,3 g de óxido de zinco por quilo de semente.

Nas parcelas contendo NVe foram realizadas as semeaduras colocando-se 10 sementes de soja e 10 de milho por vaso. A emergência plena ocorreu 5 dias após a semeadura. Após 15 dias da semeadura foi realizado o desbaste das plantas, deixando-se duas plantas de milho e três de soja por vaso. No LVdt, foram realizadas as semeaduras colocando-se 10 sementes de soja e 10 de milho por vaso. A emergência plena ocorreu 7 dias após a semeadura. Após

20 dias da semeadura foi realizada a redução do número de plantas por vaso, deixando-se 3 plantas de milho e 5 de soja por parcela.

3.1.5 Aplicação da fonte marcada no ^{34}S

No NVe foi realizada aplicação da fonte contendo isótopo estável ^{34}S enriquecido com 9,12% em átomos de ^{34}S , e com sua abundância empobrecida, com 3,2% em átomos de ^{34}S (Bendassolli et al.,1997). A dose de aplicação do enxofre foi de 48,78 mg de S por kg de solo. No LVdt foi aplicado fonte do isótopo estável enriquecido com 9,5% em átomos de ^{34}S , e com abundância empobrecida em 2,3 % em átomos de ^{34}S (Bendassolli et al.,1997), sendo a dose de aplicação do enxofre de 50 mg de S por kg de solo. Nos dois solos foi realizado aplicação de solução de sulfato de sódio ($\text{Na}_2^{34}\text{SO}_4$) cinco dias após o desbaste

3.1.6 Condução do experimento I

Após a semeadura, foram realizadas irrigações com água destilada à 80% (m/m) da capacidade máxima de retenção de água pelo solo. Foi reposta a massa de água sempre que a umidade do solo, determinada por pesagem dos vasos, fosse menor que 50% (m/m). Durante o período de desenvolvimento das plantas houve um rodízio dos vasos na bancada, para minimizar as variações do acaso e respeitar a aleatoriedade estatística do experimento.

3.1.7 Colheita das parcelas com milho e soja

3.1.7.1. Nitossolo Vermelho eutrófico

A soja foi colhida no estágio fenológico R1 (início do ciclo reprodutivo – florescimento), após 52 dias da emergência. O milho foi colhido no estágio

fenológico 4 (emissão do pendão) (Dourado Neto & Fancelli, 2000), aos 66 dias após a emergência. As plantas foram separadas em parte aérea e raízes. As amostras vegetais foram secas em estufa ventilada à 60°C. Posteriormente, determinou-se a massa de material vegetal seco (MS) das amostras. O MS foi moído em moinho tipo Willey e a granulometria final foi de 60 mesh. Os solos de todas as parcelas das testemunhas e dos tratamentos, depois de separadas as raízes, foram secos ao ar e guardados para posteriormente serem realizadas as determinações de S-total e isotópica de enxofre.

Após a colheita das plantas de soja e milho o solo foi seco ao ar, separou-se uma alíquota de terra, de aproximadamente 200 gramas por parcela, para fins de determinações de S-total e ^{34}S . Em seguida foram ajustadas as massas de todas as parcelas para 6,5 kg de TFSE e o restante do solo foi acondicionado em sacos plásticos e anotada a massa de cada parcela, para completar o balanço de massa do enxofre aplicado ao solo no início do experimento I.

3.1.7.2. Latossolo Vermelho distrófico típico

A soja foi colhida no estágio fenológico R1 (início do ciclo reprodutivo – florescimento), após 54 dias da emergência. O milho foi colhido no estágio fenológico 4 (emissão do pendão) (Dourado Neto & Fancelli, 2000), aos 54 dias após a emergência. Nas amostras vegetais e de solos realizaram-se os mesmos procedimentos descritos no item 3.1.7.1, no qual se refere ao preparo das amostras para a realização das determinações de S-total e ^{34}S .

Além da alíquota de solo para quantificação do S, foi encaminhada amostras de NVe e LVdt ao Laboratório de análise de solos do Departamento de Solos e Nutrição Mineral de Plantas da ESALQ/USP, Piracicaba, SP, para caracterização química para fins de avaliação de fertilidade antes do início do experimento II.

Do solo seco ao ar separou-se a massa de 6,2 kg de TFSE e, de maneira análoga ao NVe foi anotada a massa de solo retirada para completar o balanço de enxofre no sistema solo-planta.

3.2 Experimento II: Disponibilidade do S-fertilizante residual no solo após as culturas de milho e soja avaliada pela extração com a alfafa

A alfafa pela sua grande exigência em enxofre (Spencer, 1975) foi a planta escolhida para avaliar o S-fertilizante residual nos solos.

O experimento foi desenvolvido visando avaliar a disponibilidade do enxofre residual adicionado ao solo no experimento I, após a colheita das culturas de milho e soja, assim como a distribuição do S no sistema solo-planta no ciclo da cultura da alfafa. Numa terceira etapa avaliou-se o balanço global do enxofre do fertilizante aplicado aos solos dos experimentos I e II para melhor compreender o ciclo do enxofre no sistema solo-planta com sucessão de culturas.

Para identificar o tratamento com alfafa no experimento II, adotou-se como denominação a cultura que antecedeu a semeadura da alfafa, mencionando-se, além do tipo de solo, o milho ou soja como culturas antecessoras (CA) no experimento I. Os vasos dos dois tipos de solos foram preparados para a instalação do experimento II, aferindo as massas de terra para 6,5 e 6,2 kg de TFSE por parcela, respectivamente, para os solos NVe e LVdt. Numa etapa seguinte foram preparadas as sementes de alfafa e efetuou-se a semeadura.

3.2.1 Cultivar de alfafa, tratamento de sementes e semeadura

O cultivar crioula de alfafa foi o escolhido por ser um dos mais rústicos e mais empregados na produção de feno de alfafa. As sementes de alfafa

receberam um pré-tratamento com álcool 70% e hipoclorito de sódio 10% para desinfecção, sendo posteriormente secas e inoculadas com *Rhizobium*, na proporção 1 grama de inoculante por 100 sementes. Semeou-se 10 sementes de alfafa por vaso, sendo realizado o desbaste 25 dias após a semeadura, deixando-se 5 a 7 plantas por vaso.

O delineamento experimental do experimento II foi o mesmo apresentado no item 3.1.2, no entanto, todas as parcelas receberam plantas de alfafa para avaliar o S-fertilizante residual aplicado ao solo no experimento I conforme denominação mencionada anteriormente. Na condução do experimento II foram realizados os mesmos procedimentos do experimento I e descritos no item 3.1.6.

3.2.2 Colheita das parcelas com alfafa e finalização do experimento II

A alfafa é uma cultura perene, apresentando-se com ciclo vegetativo muito bem definido. A alfafa depois de estabelecida floresce a cada 35 dias. O primeiro corte, realizado após o desbaste teve por objetivo igualar o tamanho das plantas nas parcelas. Em seguida iniciaram-se as colheitas das parcelas assim que florescessem, em média 35 dias. A alfafa apresentou maior vigor de desenvolvimento no NVe, sendo possível a obtenção de 10 g por parcela de material vegetal seco, após sete cortes consecutivos.

O LVdt apresentou restrições nutricionais para o desenvolvimento da alfafa, causando amarelecimento generalizado das plantas, porte reduzido e atraso no florescimento, principalmente nas parcelas que tiveram com cultura antecessora a soja (CA-soja) (Figura 3). Devido à restrição no desenvolvimento da alfafa, decidiu-se por encerrar o experimento nesse solo com apenas 4 cortes após o desbaste. A impossibilidade de se obter 10 gramas de material vegetal seco causou a desuniformidade da massa de material vegetal seco nos tratamentos deste solo. Após a última colheita da parte aérea de alfafa, os solos de todos os tratamentos, depois de separadas as raízes, foram secos ao ar e

guardados. O solo foi tamizado a 2 mm e subamostrada a quantia de 200 gramas por parcela para posterior análise de S-total e ^{34}S , nos dois solos. Após o término do experimento II, foram realizadas as determinações de enxofre total e isotópica no material vegetal e solos.

3.3 Determinações de enxofre total (S-total) e isotópicas de ^{34}S em amostras de plantas

As determinações de S-total em material vegetal foram realizadas por turbidimetria, usando a digestão alcalina na conversão do S-orgânico a S-sulfato, conforme Rossete et al. (2004) e as determinações de abundância de ^{34}S (% em átomos) por espectrometria de massas, em espectrômetro de massas Atlas MAT CH4, conforme Carneiro Júnior (1998) e Bendassolli (1994).



Figura 3. Plantas de alfafa crescidas em cultivo sucessivo ao milho e a soja em Latossolo Vermelho distrófico típico no tratamento ^{34}S empobrecido

3.4 Determinações de enxofre total (S-total) e isotópicas de ^{34}S em amostras de solo

As extrações de S-total dos solos foram realizadas conforme procedimento de Rossete et al. (2004), com alteração do extrator. Para Rossete et al. (2004) o cloreto de cálcio 0,15% (m/v) foi o que apresentou os melhores resultados. Neste trabalho foi utilizado o fosfato de sódio $0,02 \text{ mol L}^{-1}$, que também foi testado pelos autores, embora não tenha apresentado os melhores resultados de extração. As determinações de S-total foram realizadas em ICP-AES (Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry), conforme descrito por Anderson et al. (1998).

As análises isotópicas seguiram o mesmo método de extração de S-total, sendo obtido o sulfato de bário para análise isotópica como descrito por Carneiro Júnior (1998).

3.5 Cálculos

O detalhamento dos cálculos foi importante para a melhor visualização dos resultados, tanto no material vegetal como nos solos. Sendo assim, nas duas primeiras etapas, foram avaliados em material vegetal (parte aérea, raiz e planta toda) e enxofre no solo (S-total). Nestas etapas iniciais foram calculados diversos parâmetros. E também avaliou-se a distribuição do enxofre do fertilizante no sistema solo-planta.

Avaliação no material vegetal: material vegetal seco (MS), enxofre total acumulado (ST), porcentagem de enxofre na planta derivado do fertilizante (%Sdff) e quantidade de enxofre na planta derivado do fertilizante (QSdff). No solo foram avaliados: teor de enxofre (S), enxofre total (ST), porcentagem de enxofre no solo derivado do fertilizante (%Sdff) e quantidade de enxofre no solo

derivado do fertilizante (QSdff). A recuperação do enxofre no sistema solo-planta foi estudada após a avaliação destes parâmetros no solo e na planta.

3.5.1. Teor de enxofre em plantas (S_p , g kg⁻¹)

$$S_p = (C \cdot V_e / MS) \times 10^{-3} \quad (2)$$

onde:

S_p = teor de enxofre em plantas (g kg⁻¹);

C = concentração de S-SO₄ em mg L⁻¹, esses valores foram obtidos a partir de regressão linear utilizando-se os valores de absorvância na variável independente da equação;

V_e = volume utilizado para obtenção do extrato de S-SO₄ após a digestão alcalina (75 ml);

MS = massa de matéria seca (gramas).

3.5.2. Teor de enxofre no solo (S_s , g kg⁻¹)

$$S_s = (C \cdot V_e / MS) \times 10^{-3} \quad (3)$$

onde:

S_s = teor de enxofre no solo (g kg⁻¹);

C = concentração de S-SO₄ (mg L⁻¹), esses valores foram obtidos a partir da leitura no ICP-AES;

V_e = volume utilizado para obtenção do extrato de S-SO₄ após a digestão alcalina (25 ml) das amostras;

MS = massa de matéria seca de solo utilizada na determinação (gramas).

3.5.3 Enxofre total na planta e no solo (ST , mg por parcela)

$$ST = S \cdot MS \times (10^3) \quad (4)$$

onde:

ST = enxofre total na planta ou no solo (mg por parcela);

S (S_p ou S_s) = teor de enxofre na planta ou no solo (g kg^{-1});

MS = massa de matéria seca de material vegetal ou solo por parcela (kg por parcela).

3.5.4 Abundância isotópica de ^{34}S (% de átomos)

Este cálculo foi realizado pela fórmula apresentada por Bendassolli (1994) para as determinações no espectrômetro de massas Atlas MAT CH4.

$$\text{Abundância de } ^{34}\text{S} = 100 \times [I_{50} - (I_{48} \times 0,00204)] / I_{48} + I_{49} + I_{50} \quad (5)$$

onde:

I_{48} = intensidade do feixe de íons de massa 48 ($^{32}\text{S}^{16}\text{O}$);

I_{49} = intensidade do feixe de íons de massa 49 ($^{33}\text{S}^{16}\text{O}$);

I_{50} = intensidade do feixe de íons de massa 50 ($^{34}\text{S}^{16}\text{O}$ e $^{32}\text{S}^{18}\text{O}$).

$(I_{48} \times 0,00204)$: refere-se a contribuição do isótopo ^{32}S na massa 50 ($^{32}\text{S}^{18}\text{O}$), e o valor 0,00204 representa a fração isotópica natural do isótopo ^{18}O de oxigênio (0,204%).

3.5.5 Porcentagem de enxofre na planta ou no solo derivado do fertilizante (%Sdff)

$$\%Sdff = [(\%^{34}\text{Sp.a.} - \%^{34}\text{Sp.t.}) / (\%^{34}\text{Sa.} - \%^{34}\text{Sp.t.})] \times 100 \quad (6)$$

onde:

%Sdff = enxofre na planta ou no solo derivado do fertilizante (%);

$\%^{34}\text{Sp.a.}$ = ^{34}S na planta ou solo adubado com fonte de $^{34}\text{SO}_4$ (% em átomos);

$\%^{34}\text{Sp.t.}$ = ^{34}S na planta ou solo da testemunha (% em átomos);

$\%^{34}\text{Sa.}$ = ^{34}S no adubo com fonte de $^{34}\text{SO}_4$ (% em átomos).

3.5.6 Quantidade de enxofre na planta ou no solo derivado do fertilizante (QSdff, mg por parcela)

$$QSdff = [(\%Sdff)/100] \times Stotal \quad (7)$$

onde:

QSdff = quantidade de enxofre na planta ou no solo derivado do fertilizante (mg por parcela);

%Sdff = enxofre na planta ou do solo derivado do fertilizante (%);

ST = enxofre total na planta ou no solo (mg por parcela).

3.5.7 Distribuição do enxofre derivado do fertilizante aplicado ao solo no sistema solo-planta (DS)

$$DS = QSdff_p + QSdff_s + QSdff_{nr} \quad (8)$$

onde:

DS = dose de enxofre marcado no ^{34}S aplicado ao solo, nas culturas de soja, milho ou alfafa, analisados separadamente (mg por parcela);

QSdff_p = quantidade de enxofre na planta derivado do fertilizante (mg por compartimento);

QSdff_s = quantidade de enxofre no solo derivado do fertilizante (mg por compartimento);

QSdff_{nr} = quantidade de enxofre derivado do fertilizante não recuperado (mg por compartimento).

3.5.8 Recuperação do enxofre derivado do fertilizante aplicado ao solo acumulado nos experimentos I e II (RS)

$$RS = QSdff_{pI} + QSdff_{pII} + QSdff_{sr} + QSdff_{sII} + QSdff_{nr} \quad (9)$$

onde:

RS = dose de enxofre marcado no ^{34}S aplicado ao solo, avaliando a recuperação nos experimentos I e II (mg por parcela);

QSdff_{pl}= quantidade de enxofre na planta do experimento I (soja ou milho) proveniente do fertilizante (mg por compartimento);

QSdff_{plII}= quantidade de enxofre na planta do experimento II (alfafa) do fertilizante (mg por compartimento);

QSdff_{sr}= quantidade de enxofre no solo do fertilizante retirada dos vasos para ajuste de massa entre os experimento I e II (mg por compartimento);

QSdff_{sII}= Quantidade de enxofre no solo do fertilizante ao final do experimento II (mg por compartimento);

QSdff_{nr}= quantidade de enxofre do fertilizante não recuperado (mg por compartimento).

3.6 Análise estatística

Os resultados foram submetidos a análise de variância, utilizando o teste de F de Fisher e Snedecor, ao nível de 95% de confiança, em delineamento inteiramente casualizados. Os conjuntos de dados que não apresentaram homocedasticidade de variância foram transformados para realização das análises. Posteriormente, para as causas de variação significativas, aplicou-se teste de significância de Tukey ($P < 0,05$) para os valores obtidos nas partições de S no sistema solo-planta.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Caracterização física e química dos solos no experimento I

A caracterização física do Nitossolo Vermelho eutrófico (NVe) e do Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt) (Tabela 1) indicou forte contraste na textura, sendo importante na discussão da recuperação do enxofre do fertilizante no sistema solo-planta.

Nas Tabelas 2 e 3 constam os resultados da caracterização química do NVe e LVdt, respectivamente, antes (AC) e após (DC) a aplicação de calcário.

O NVe, antes da calagem e adubação, apresentou nível alto de fósforo (P), potássio (K), cálcio (Ca) e magnésio (Mg). Com o teor de manganês (Mn) elevado e pH 4,7 foi necessário elevar a saturação por bases (V%) de 60 para 90% da capacidade de troca de cátions (CTC), para melhoria das características químicas do solo. De acordo com Raij & Quaggio, (1983), o NVe apresentava reação ácida e saturação por bases adequada, com caráter epi-eutrófico (Tabela 2), no entanto, foi realizada a correção com uma dose equivalente de 3,49 Mg ha⁻¹ de calcário, sendo necessário uma quantidade de 12,2 g equivalente em carbonato de cálcio (CaCO₃) e a relação Ca:Mg foi de 3:1 (9 g de CaCO₃ e 3 g MgCO₃ por vaso). Após a aplicação dos corretivos, as parcelas receberam água para a incubação, por 25 dias. Os demais nutrientes indicaram teores adequados para a implantação das culturas de milho (Raij et al., 1997) e soja (Mascarenhas & Tanaka, 1997)

Tabela 1. Caracterização física⁽¹⁾ do Nitossolo Vermelho escuro (NVe) e Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt)

Solo	Areia	Silte	Argila	Classe Textural
	-----g kg ⁻¹ -----			
Nve	280	200	520	Argiloso
LVdt	700	140	160	Arenoso

⁽¹⁾Caracterização física realizada no laboratório de análise de solos e plantas do Depto. de Solos e Nutrição Mineral de Plantas – ESALQ/USP.

Tabela 2. Caracterização química do Nitossolo Vermelho eutrófico (NVe), antes (AC) e após (DC) a aplicação de calcário⁽¹⁾

	pH	M.O ⁽²⁾	P	S-SO ₄	K ⁺	Ca ²⁺	Mg ²⁺	(H ⁺ + Al ³⁺)	SB ⁽³⁾	T ⁽⁴⁾	V ⁽⁵⁾	m ⁽⁶⁾
	CaCl ₂	g dm ⁻³	mg dm ⁻³					mmol _c dm ⁻³			%	
AC	4,7 a	30	55 a	31 a	5,2 a	49 a	15 a	47	69,2	116	60 m	1
DC	5,8 b	33	41 a	31 a	4,9 a	61 a	22 a	25	87,9	113	78 a	0

	B	Cu	Fe	Mn	Zn
	-----mg dm ⁻³ -----				
AC	0,29 m	12,9 a	81 a	108 a	6,2 a
DC	0,19 b	8,30 a	23 a	41,0 a	5,1 a

As letras seguidas dos valores significa respectivamente (a) alto; (m) médio;(b) baixo segundo Rajj et al. (1997). ⁽¹⁾ Análises químicas realizadas no laboratório de análise de solos e plantas do Depto. de Solos e Nutrição Mineral de Plantas – ESALQ/USP. ⁽²⁾ Matéria orgânica, ⁽³⁾ Soma de bases; ⁽⁴⁾ Capacidade de troca catiônica; ⁽⁵⁾ Saturação de Bases; ⁽⁶⁾ Teor de alumínio trocável. O fósforo foi determinado pelo método da resina.

Tabela 3. Caracterização química do Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt), antes (AC) e após (DC) aplicação de calcário ⁽¹⁾

	pH	M.O ⁽²⁾	P	S-SO ₄	K ⁺	Ca ²⁺	Mg ²⁺	(H ⁺ + Al ³⁺)	SB ⁽³⁾	T ⁽⁴⁾	V ⁽⁵⁾	m ⁽⁶⁾
	CaCl ₂	g dm ⁻³	---mg dm ⁻³ ---	-----mmol _c dm ⁻³ -----						-----%		
AC	4,2 ma	16	2 mb	21 a	1,7 m	14 a	5,0 m	50	21	59	35 b	19
DC	5,3 m	14	3 mb	25 a	2,8 m	23 a	13 a	25	39	64	61 m	0

	B	Cu	Fe	Mn	Zn
	-----mg dm ⁻³ -----				
AC	0,35 m	0,8 m	22 a	11 a	0,5 b
DC	0,46 m	0,5 m	17 a	4,6 m	0,3 b

Obs.: As letras seguidas dos valores significam respectivamente (ma) muito ácido; (mb) muito baixo; (a) alto; (m) médio; (b) baixo, segundo Raij et al. (1997). (1) Análises químicas realizadas no laboratório de análise de solos e plantas do Depto. de Solos e Nutrição Mineral de Plantas – ESALQ/USP. (2) Matéria orgânica, (3) Soma de bases; (4) Capacidade de troca catiônica; (5) Saturação de Bases; (6) Teor de alumínio trocável. O fósforo foi determinado pelo método da resina.

Após o período de incubação do NVe a relação Ca:Mg permaneceu 3:1, com sensível melhora na V%, atingindo 78% de saturação de bases na CTC, efeito que proporcionou a indisponibilização de diversos metais, ocasionando a redução de todos os micronutrientes. O único nutriente suprimido com o aumento da saturação de bases foi o boro, sendo corrigido com a aplicação de fertilizante.

Na cultura do milho, solo NVe, realizou-se a adubação nitrogenada de cobertura no estágio fenológico 2 (planta com oito folhas) (Dourado Neto & Fancelli, 2000), aplicando-se dose equivalente de 200 kg ha⁻¹, o que representou 100 mg kg⁻¹ de N no solo. No estágio fenológico 3 da cultura do milho (planta com 12 folhas) (Dourado Neto & Fancelli, 2000). Nesse mesmo solo, realizou-se uma segunda aplicação, com mesma dose de N, sendo esta,

realizada devido à deficiência de N apresentada pelas plantas (amarelecimento das folhas mais velhas).

No LVdt antes da calagem, o teor de P e Zn foram muito baixo, e teores médios de K, Mg, B e Cu. A saturação por bases (V%) foi de 35% demonstrando a necessidade de elevação a V% 35 para 70% da CTC. A quantidade de calcário foi determinada como sendo 1050 kg ha^{-1} , o que correspondeu a uma quantidade a 3,4 g equivalente em carbonato de cálcio (CaCO_3) e a relação Ca:Mg foi de 3:1 (2,55 g de CaCO_3 e 0,85g MgCO_3 por vaso).

Como fonte de fósforo aplicou-se no LVdt dose equivalente de 270 kg ha^{-1} de P_2O_5 , o que correspondeu a 60 mg kg^{-1} de P no solo, tanto para a cultura da soja como para a cultura do milho. O potássio foi aplicado na dose equivalente a 150 e 180 kg ha^{-1} , que correspondeu a 75 e 90 mg kg^{-1} de K no solo, para as culturas de milho e soja respectivamente. Os micronutrientes que apresentaram teores inadequados no LVdt foram corrigidos com uma dose de 200 g ha^{-1} de adubo contendo 2% de B, 12% de Mo, 1% de Co e 2,5% de Zn, correspondendo a $0,1 \text{ mg kg}^{-1}$ de micronutrientes no solo.

O efeito da calagem, avaliado 34 dias após a aplicação do carbonato de cálcio (CaCO_3) e do carbonato de magnésio (MgCO_3), demonstrou um aumento na soma de bases (V%), não exatamente como previsto nos cálculos. Essa diferença na V% final pode ser devido ao uso de densidade do solo igual a $1,0 \text{ g cm}^{-3}$, subestimando a conversão do valor encontrado. Mesmo com essas distorções, houve uma sensível melhora na fertilidade do solo, tanto no NVe quanto no LVdt. No NVe a correção foi benéfica, uma vez que reduziu os teores de manganês (Mn), que embora, com nível alto, no final, suas concentrações foram inferiores às do início. O elevado teor de Mn poderia provocar toxicidade à cultura da soja. Para os demais nutrientes os teores permaneceram adequados.

4.2 Caracterização química dos solos no experimento II

Avaliou-se, em um primeiro momento (Tabelas 4 e 5), que não seria necessário suplementação de nutrientes para o adequado desenvolvimento da cultura da alfafa. Essa avaliação foi adequada apenas no NVe que apresentava condições favoráveis de disponibilidade de nutrientes ao desenvolvimento das plantas (Tabela 4). Porém, no LVdt foi subestimada a necessidade de fertilização com fósforo, potássio, boro e manganês (Tabela 5), para evitar possíveis deficiências, fato que possivelmente restringiu o desenvolvimento de algumas parcelas, ocasionando precocemente o fim do experimento II neste solo.

Tabela 4. Caracterização química do Nitossolo Vermelho eutrófico (NVe) utilizado no experimento II, antes do plantio de alfafa para as parcelas contendo como culturas antecessoras (CA), milho ou soja ⁽¹⁾

	pH	M.O ⁽²⁾	P	S-SO ₄	K ⁺	Ca ²⁺	Mg ²⁺	(H ⁺ + Al ³⁺)	SB ⁽³⁾	T ⁽⁴⁾	V ⁽⁵⁾	m ⁽⁶⁾
	CaCl ₂	g dm ⁻³	mg dm ⁻³		-----mmol _c dm ⁻³ -----				-----		-----	% -----
CA Milho	5,6 b	26	27 m	57 a	3,2 a	78 a	20 a	34	101	135	75a	0
CA Soja	5,3 b	26	24 m	60 a	1,4 b	75 a	18 a	31	94	125	75a	0
	B		Cu		Fe		Mn		Zn			
	-----mg dm ⁻³ -----											
CA Milho	0,23 m		49 a		43 a		36 a		11,5 a			
CA Soja	0,18 b		67 a		42 a		40 a		11,8 a			

Obs.: As letras seguidas dos valores significam respectivamente (ma) muito ácido; (mb) muito baixo; (a) alto; (m) médio; (b) baixo, segundo Rajj et al. (1997). (1) Análises químicas realizadas no laboratório de análise de solos e plantas do Depto. de Solos e Nutrição Mineral de Plantas – ESALQ/USP. (2) Matéria orgânica, (3) Soma de bases; (4) Capacidade de troca catiônica; (5) Saturação de Bases; (6) Teor de alumínio trocável. O fósforo foi determinado pelo método da resina.

Tabela 5. Caracterização química do Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt) utilizado no experimento II, antes do plantio de alfafa para as parcelas contendo como culturas antecessoras (CA), milho ou soja ⁽¹⁾

	pH	M.O ⁽²⁾	P	S-SO ₄	K ⁺	Ca ²⁺	Mg ²⁺	(H ⁺ + Al ³⁺)	SB ⁽³⁾	T ⁽⁴⁾	V ⁽⁵⁾	m ⁽⁶⁾
	CaCl ₂	g dm ⁻³	mg dm ⁻³		-----mmol _c dm ⁻³ -----							-----%-----
CA Milho	5,3 m	14	6 mb	35 a	2,8 m	23 a	13 a	25	39	64	61 m	0
CA Soja	5,4 m	17	8 b	36 a	3,5 a	25 a	16 a	28	45	73	61 m	0
	B		Cu		Fe		Mn		Zn			
	-----mg dm ⁻³ -----											
CA Milho	0,46 m		0,5 m		17 a		4,6 m		0,6 m			
CA Soja	0,40 m		0,5 m		16 a		4,4 m		0,8 m			

Obs.: As letras seguidas dos valores significam respectivamente (ma) muito ácido; (mb) muito baixo; (a) alto; (m) médio; (b) baixo segundo Raij et al. (1997). (1) Análises químicas realizadas no laboratório de análise de solos e plantas do Depto. de Solos e Nutrição Mineral de Plantas – ESALQ/USP. (2) Matéria orgânica, (3) Soma de bases; (4) Capacidade de troca catiônica; (5) Saturação de Bases; (6) Teor de alumínio trocável. O fósforo foi determinado pelo método da resina.

4.3 Material vegetal seco (MS) de milho, soja e alfafa

Os resultados de MS foram distintos para as diferentes espécies avaliadas: milho, soja e alfafa, sendo que as plantas de milho no NVe (Tabela 6) e alfafa no NVe (Tabela 8) apresentaram menores variações no MS nos diferentes tratamentos. No entanto, as plantas de soja (Tabela 7) e alfafa (Tabela 9), no solo LVdt, não apresentaram homogeneidade de acúmulo de MS, como observado no milho e alfafa no NVe, o que pode ter levado a interferências nas avaliações deste estudo.

Tabela 6. Material vegetal seco (MS) de milho no Nitossolo Vermelho eutrófico (NVe) e no Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt)

Tratamentos	Parte Aérea			Raiz			Planta toda		
	NVe	LVdt	Média	NVe	LVdt	Média	NVe	LVdt	Média
-----gramas por parcela-----									
Testemunha	110 Aa	30,8 Ab	70,2 A	17,9 Aa	8,80 Ab	13,3 A	127 Aa	39,5 Ab	83,5 A
³⁴S enriquecido	106 Aa	37,4 Ab	73,3 A	18,8 Aa	13,4 Aa	16,1 A	125 Aa	49,2 Ab	87,0 A
³⁴S empobrecido	108 Aa	39,0 Ab	71,7 A	16,8 Aa	15,6 Aa	16,2 A	124 Aa	55,5 Ab	90,0 A
Média	108 a	35,7 b		17,8 a	12,6 a		126 a	48,1 b	

Média entre solos ou tratamentos seguida de letras distintas difere entre si ao nível de 5% pelo teste de Tukey. Letras maiúsculas comparam médias dos tratamentos na mesma coluna, e letras minúsculas comparam entre os solos.

Tabela 7. Material vegetal seco (MS) de soja no Nitossolo Vermelho eutrófico (NVe) e no Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt)

Tratamentos	Parte Aérea			Raiz			Planta toda		
	NVe	LVdt	Média	NVe	LVdt	Média	NVe	LVdt	Média
-----gramas por parcela-----									
Testemunha	25,7 Ba	10,8 Ab	16,6 B	6,2 Aa	2,4 Ab	4,3 B	32,0 Ba	13,2 Ab	20,5 B
³⁴S enriquecido	34,1 Aa	11,9 Ab	20,2 A	6,6 Aa	2,8 Ab	4,7 AB	40,7 A a	14,8 Ab	24,5 A
³⁴S empobrecido	31,2 ABa	11,5 Ab	18,9 AB	6,6 Aa	3,8 Ab	5,2 A	37,7 ABa	15,5 Ab	24,2 A
Média	30,1 a	11,4 b		6,5 a	3,0 b		36,6 a	14,4 b	

Média entre solos ou tratamentos seguida de letras distintas difere entre si ao nível de 5% pelo teste de Tukey. Letras maiúsculas comparam médias dos tratamentos na mesma coluna, e letras minúsculas comparam entre os solos.

Tabela 8. Material vegetal seco (MS) de alfafa no Nitossolo Vermelho eutrófico (NVe)

Tratamentos	Parte Aérea			Raiz			Planta toda		
	CA - milho	CA - soja	Média	CA - milho	CA- soja	Média	CA - milho	CA - soja	Média
-----gramas por parcela-----									
Testemunha	10,9 Aa	10,2 Aa	10,5 A	5,0 Aa	3,2 Aa	3,1 A	13,8 Aa	13,5 Aa	13,7 A
³⁴ S enriquecido	10,7 Aa	10,7 Aa	10,7 A	2,9 Aa	4,9 Aa	3,9 A	12,9 Aa	15,6 Aa	14,3 A
³⁴ S empobrecido	10,1 Aa	10,1 Aa	10,1 A	2,5 Aa	4,0 Aa	3,3 A	12,6 Aa	14,1 Aa	13,4 A
Média	10,6 a	10,4 a		2,8 a	4,0 a		13,1 a	14,4 a	

Média entre cultura antecessora (CA) ou tratamentos seguida de letras distintas diferem entre si ao nível de 5% pelo teste de Tukey. Letras maiúsculas comparam médias dos tratamentos na mesma coluna, e letras minúsculas comparam entre os fatores CA – milho e CA - soja.

Tabela 9. Material vegetal seco (MS) de alfafa no Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt)

Tratamentos	Parte Aérea			Raiz			Planta toda		
	CA – milho	CA - soja	Média	CA - milho	CA- soja	Média	CA - milho	CA - soja	Média
-----gramas por parcela-----									
Testemunha	4,8 Aa	2,3 Aa	3,5 A	6,6 Aa	1,1 Bb	2,7 A	11,4 Aa	3,4 Ab	6,2 A
³⁴ S enriquecido	6,1 Aa	1,9 Ab	4,0 A	4,7 Aa	2,4 Aa	3,4 A	11,0 Aa	4,3 Ab	6,8 A
³⁴ S empobrecido	7,2 Aa	1,0 Ab	4,1 A	6,9 Aa	0,8 Bb	3,6 A	14,0 Aa	1,7 Bb	7,8 A
Média	6,0 a	1,7 b		6,0 a	1,2 b		12,1 a	2,9 b	

Média entre cultura antecessora (CA) ou tratamentos seguida de letras distintas diferem entre si ao nível de 5% pelo teste de Tukey. Letras maiúsculas comparam médias dos tratamentos na mesma coluna, e letras minúsculas comparam entre os fatores CA – milho e CA - soja.

A variável MS é de fundamental importância na avaliação do enxofre no sistema solo-planta. A MS dos diferentes tratamentos está intimamente relacionado com a quantidade de enxofre acumulado na planta, com o maior ou menor enriquecimento do material vegetal e com o teor de S na planta derivada do fertilizante (%Sdff), e, por conseguinte, com a quantidade de enxofre proveniente do fertilizante e a recuperação deste enxofre no solo. Com isso posto, é importante salientar que as variações estatísticas nos parâmetros estão diretamente relacionadas ao acúmulo de MS da espécie, assim como na distribuição do enxofre no sistema solo-planta.

4.3.1 Material vegetal seco (MS) de milho e soja (Experimento I)

A análise de variância dos resultados de MS revelou efeito para o fator solo nas duas culturas, milho (Tabela 6) e soja (Tabela 7), havendo efeito de tratamentos apenas para a cultura da soja. No NVe as culturas acumularam maiores quantidades de material vegetal que no LVdt, sendo este efeito devido, possivelmente, a disponibilidade de nutrientes às plantas (Tabela 2 e 3). Na cultura de milho, nos dois solos (Tabela 6), os tratamentos não diferiram nos compartimentos parte aérea, raiz e planta toda. Na cultura de soja (planta inteira - NVe) apenas o tratamento ^{34}S enriquecido diferiu da testemunha (Tabela 7).

4.3.2 Material vegetal seco (MS) em plantas de alfafa (Experimento II)

A alfafa apresentou desenvolvimento vigoroso apenas nos tratamentos com NVe, tendo sido obtido cerca de 10 g de MS na parte aérea de alfafa por parcela, não havendo diferença entre os fatores culturas antecessoras (milho e soja) e nem entre tratamentos (Tabela 8). No entanto, no LVdt ocorreram restrições nutricionais devido à fertilidade do solo (Tabela 5), ou devido a algum

efeito alelopático da soja na alfafa (Figura 3). Esse efeito pode ter proporcionado a redução no desenvolvimento da cultura da alfafa, principalmente, no fator CA-soja. Com essas restrições não foi possível o desenvolvimento das plantas até obtenção de 10 gramas de MS na parte aérea. Por esse motivo, não foi realizada a comparação entre solos, do enxofre derivado do fertilizante no sistema solo-planta, devido a essas diferenças no acúmulo de MS.

A análise dos resultados consistiu em se comparar o efeito da cultura antecessora (CA) (milho ou soja) no desenvolvimento da alfafa e, conseqüentemente, na absorção de S pela cultura em cada solo.

A alfafa no NVe produziu aproximadamente 10 gramas de MS na parte aérea em 7 cortes, com isso, não houve efeito dos tratamentos e das culturas antecessoras (Tabela 8). Devido ao reduzido crescimento das plantas no LVdt (Figura 3) foram realizados apenas 4 cortes. O acúmulo de MS foi menor no LVdt, evidenciando o efeito de tratamentos para raiz e planta toda de alfafa no fator CA-soja. As plantas de alfafa no LVdt não se desenvolveram de maneira homogênea em todas as parcelas. Os resultados de MS de alfafa na parte aérea, raiz e planta toda revelou efeito para o fator CA no LVdt (Tabela 9), ocorrendo diferença somente nos compartimentos raiz e planta toda para o fator CA-soja.

Os resultados indicaram que a cultura antecessora teve forte influência no crescimento da alfafa, principalmente no LVdt. Independente do tratamento que as plantas se desenvolveram, o acúmulo de MS foi maior com CA-milho (Tabela 9). O acúmulo de MS evidencia o efeito positivo da rotação de culturas com plantas de famílias distintas, uma vez que, a disponibilidade de nutrientes no solo foi de mesma ordem para CA-milho e CA-soja (Tabela 5). Numa análise geral referente aos solos utilizados nos experimentos, evidencia-se que no LVdt as culturas acumularam menores quantidades de material vegetal que as do

NVe, possivelmente, devido a menor disponibilidade de nutrientes minerais (Tabela 4 e 5).

4.4 Enxofre total (ST) em plantas de milho, soja e alfafa

O enxofre acumulado nos compartimentos (parte aérea e raiz) está diretamente relacionado à MS produzida pela cultura. O milho apresentou os maiores acúmulos de S (planta toda: 60 a 115 mg de enxofre por parcela) (Tabela 10). A produção de MS foi um dos principais fatores que proporcionaram a maior extração de enxofre pelas plantas de milho. No entanto, comparando-se as quantidades de enxofre nas leguminosas (soja e alfafa) com o enxofre total no milho (Tabelas 10, 11, 12 e 13), a extração nas primeiras foi menor.

As condições experimentais, possivelmente, foram fundamentais no acúmulo de enxofre nas culturas: vasos com volume de solo definido - não permitindo uma maior exploração do solo pelo sistema radicular das culturas e, conseqüentemente a absorção do enxofre; casa-de-vegetação - as plantas de milho não sofrem tanta interferência do ambiente controlado (maior umidade e temperatura elevada), no entanto, as culturas de soja e alfafa crescem de maneira acelerada e estiolaram, ocasionando menor acúmulo de MS e, por conseguinte, menor extração de enxofre. Com isso posto, é importante salientar que experimentos realizados em casa-de-vegetação não refletem as condições edafoclimáticas encontradas em campo.

Apesar de as plantas de soja neste experimento não apresentarem valores elevados de extração de enxofre, Yamada & Lopes (1998) relataram que essa cultura é a maior exportadora de S da agricultura brasileira, com 77.300 Mg por ano. Portanto, não se deve avaliar a maior ou menor extração de S apenas com o conjunto de dados apresentado neste trabalho.

Tabela 10. Enxofre total (ST) no milho produzido no Nitossolo Vermelho eutrófico (NVe) e no Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt)

Tratamentos	Parte Aérea			Raiz			Planta Toda		
	NVe	LVdt	Média	NVe	LVdt	Média	NVe	LVdt	Média
-----miligramas por parcela-----									
Testemunha	70,4 Ba	47,2 Bb	58,8 B	15,3 Ba	12,6 Ba	14,0 B	85,7 Ba	60,0 Ba	73,0 B
³⁴ S enriquecido	97,0 Aa	75,2 Ab	86,1 A	33,6 Aa	27,9 Aa	30,8 A	130 Aa	99,2 Aa	115 A
³⁴ S empobrecido	97,1 Aa	75,5 Ab	86,4 A	16,9 Bb	34,3 Aa	25,6 A	114 ABa	103 Aa	109 A
Média	88,1 a	66,0 b		21,9 a	25,0 a		110 a	87,5 b	

Média entre solos ou tratamentos seguida de letras distintas difere entre si ao nível de 5% pelo teste de Tukey.

Letras maiúsculas comparam médias dos tratamentos na mesma coluna, e letras minúsculas comparam entre os solos.

Tabela 11. Enxofre total (ST) na soja produzida no Nitossolo Vermelho eutrófico (NVe) e no Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt)

Tratamentos	Parte Aérea			Raiz			Planta Toda		
	NVe	LVdt	Média	NVe	LVdt	Média	NVe	LVdt	Média
-----miligramas por parcela-----									
Testemunha	45,6 Aa	16,6 Ab	27,5 A	10 Aa	2,7 Ab	6,4 A	55,8 Aa	19,2 Ab	32,7 B
³⁴ S enriquecido	59,9 Aa	20,7 Ab	35,3 A	9,5 Aa	4,5 Ab	7,0 A	69,6 Aa	25,4 Ab	42,0 A
³⁴ S empobrecido	47,7 Aa	23,7 Ab	33,6 A	8,6 Aa	5,2 Ab	6,9 A	56,4 Aa	28,8 Ab	40,3 AB
Média	50,7 a	20,1 b		9,4 a	4,2 b		60,3 a	24,1 b	

Média entre solos ou tratamentos seguida de letras distintas difere entre si ao nível de 5% pelo teste de Tukey.

Letras maiúsculas comparam médias dos tratamentos na mesma coluna, e letras minúsculas comparam entre os solos.

Tabela 12. Enxofre total (ST) na alfafa produzida no Nitossolo Vermelho eutrófico (NVe)

Tratamentos	Parte Aérea			Raiz			Planta Toda		
	CA – milho	CA - soja	Média	CA – milho	CA- soja	Média	CA - milho	CA - soja	Média
-----miligramas por parcela-----									
Testemunha	43,7 Ba	36,4 Ba	40,0 C	4,8 Aa	4,8 Aa	4,8 B	48,5 Ca	41,2 Ba	44,7 C
³⁴ S enriquecido	93,4 Aa	40,7 ABb	67,0 A	6,9 Aa	8,7 Aa	7,8 A	98,5 Aa	49,4 ABb	69,7 A
³⁴ S empobrecido	54,2 Ba	49,7 Aa	51,9 B	6,8 Aa	9,5 Aa	8,2 A	60,6 Ba	58,8 Aa	59,7 B
Média	63,8 a	42,2 b		6,2 b	7,7 a		66,2 a	49,3 b	

Média entre cultura antecessora (CA) ou tratamentos seguida de letras distintas difere entre si ao nível de 5% pelo teste de Tukey. Letras maiúsculas comparam médias dos tratamentos na mesma coluna, e letras minúsculas comparam entre os fatores CA – milho e CA - soja.

Tabela 13. Enxofre total (ST) na alfafa produzida no Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt)

Tratamentos	Parte Aérea			Raiz			Planta Toda		
	CA – milho	CA - soja	Média	CA - milho	CA- soja	Média	CA - milho	CA - soja	Média
-----miligramas por parcela-----									
Testemunha	23,2 Aa	24,2 Aa	23,7 A	0,9 Ba	0,4 ABb	0,7 B	31,7 Ba	23,2 Aa	27,1 AB
³⁴ S enriquecido	32,2 Aa	16,1 ABb	24,2 A	1,0 ABa	0,7 Ab	0,8 A	42,6 ABa	20,9 Ab	29,8 A
³⁴ S empobrecido	34,0 Aa	7,8 Bb	20,9 A	1,3 Aa	0,3 Bb	0,8 AB	51,6 Aa	9,50 Bb	22,2 B
Média	29,8 a	16,0 b		1,1 a	0,5 b		41,2 a	16,6 b	

Média entre cultura antecessora (CA) ou tratamentos seguida de letras distintas difere entre si ao nível de 5% pelo teste de Tukey. Letras maiúsculas comparam média dos tratamentos na mesma coluna, e letras minúsculas comparam entre os fatores CA – milho e CA - soja.

4.4.1 Enxofre total (ST) em plantas de milho e soja (Experimento I)

A extração de S no milho e na soja que se desenvolveram no NVe foi maior que no LVdt (Tabelas 10 e 11), indicando a influência do fator solo.

Em todos os compartimentos (Tabelas 10 e 11) o acúmulo de enxofre foi influenciado pela produção de MS. Houve efeito de tratamento na cultura de milho, indicado por diferenças entre a testemunha e os tratamentos com S nos solos NVe e LVdt, exceto no compartimento raiz (NVe) (Tabela 10), sendo o tratamento ^{34}S empobrecido igual a testemunha. O enxofre total na soja indicou efeito para o fator solo, no entanto, não houve efeito entre os tratamentos contendo S e a testemunha nos compartimentos parte aérea, raiz e planta toda. Este efeito demonstra que o suprimento de enxofre do solo foi suficiente, uma vez que as parcelas do controle apresentaram quantidades da mesma ordem de grandeza que as do tratamento com enxofre.

4.4.2 Enxofre total (ST) em plantas de alfafa (Experimento II)

O enxofre total na alfafa, na maioria dos compartimentos, independentemente da cultura antecessora e do solo (Tabelas 12 e 13) foi de mesma ordem de grandeza da extração de S pela soja no experimento I (Tabela 11). Considerando-se a alfafa uma espécie com grande exigência no nutriente (Spencer, 1975), a cultura foi adequada para avaliar o efeito residual de enxofre do fertilizante nos solo após a colheita das plantas do experimento I, principalmente no NVe. Os fatores avaliados no experimento II foram significativos, tanto para cultura antecessora (milho ou soja), como para os tratamentos (fonte marcada com ^{34}S e testemunha).

O acúmulo de 10 gramas de MS na alfafa do solo NVe, não impediu que ocorresse variação no conteúdo de S nos tratamentos. No NVe houve

efeito do fator CA na parte aérea e planta toda do tratamento ^{34}S enriquecido, sendo detectado o mesmo efeito nas médias dos tratamentos (Tabela 12). No entanto, a média foi maior nos tratamentos no compartimento raiz (fator CA-soja), ficando a parte aérea e planta toda com médias superiores no fator CA-milho.

O efeito do fator cultura antecessora (CA) foi mais evidente no LVdt, sendo que, todos os tratamentos e suas médias nos compartimentos parte aérea, raiz e planta toda foram maiores no CA-milho, porém o compartimento parte aérea e planta toda da testemunha não apresentou significância (Tabela 13). Tal efeito demonstra a influência negativa da soja desenvolvida no experimento I no conteúdo de S na alfafa.

O enxofre total na parte aérea de alfafa foi igual entre testemunha e tratamentos com S apenas no fator CA-milho no LVdt, no entanto, no fator CA-soja no LVdt os resultados da testemunha e do tratamento ^{34}S enriquecido foram iguais, ficando o ^{34}S empobrecido com quantidade de enxofre total menor que a testemunha. Com isso, detectou-se que a testemunha acumulou na parte aérea e na planta toda quantidades iguais ou maiores que nos tratamentos contendo S para o fator cultura antecessora no LVdt (Tabela 13).

O enxofre nas plantas apresenta uma demanda bioquímica diferenciada entre os compartimentos parte aérea e raiz. Neste trabalho o sistema radicular apresentou valores da ordem de 2 a 30% do enxofre acumulado na planta. Em compensação a parte aérea é o compartimento que apresenta o maior dreno de enxofre. A elevada demanda por S na parte aérea está relacionada com as funções bioquímicas que o enxofre exerce nas plantas: constituinte de proteínas, enzimas e co-enzimas, ativador enzimático como SH^- , além de participar na molécula de clorofila. Apesar de parecer benéfico para a planta o acúmulo de enxofre na parte aérea pode

proporcionar perdas gasosas de enxofre (SO_2) através dos estômatos (Marschner, 1995).

4.5 Porcentagem do enxofre derivado do fertilizante nas plantas de milho, soja e alfafa (%Sdff)

A %Sdff nos tratamentos ^{34}S empobrecido e enriquecido deveria, em princípio, apresentar os mesmos valores. No entanto, apenas a %Sdff do milho foi igual entre os dois tratamentos (Tabela 14). Para as culturas de soja (Tabela 15) e alfafa os resultados de %Sdff entre os tratamentos foram diferentes na maioria dos compartimentos.

Os valores mais baixos de %Sdff nos compartimentos (parte aérea, raiz, planta toda) da soja, no tratamento ^{34}S empobrecido no LVdt foram influenciados pelo pequeno acúmulo de MS nesses compartimentos (Tabela 7) incorrendo em erros devido à reduzida absorção de enxofre, não permitindo uma boa marcação do material no tratamento ^{34}S empobrecido.

A cultura da alfafa apresentou valores elevados de %Sdff no NVe entre 30 e 55% (Tabela 16) e no LVdt entre 40 e 60% (Tabela 17), indicado o aproveitamento do S-fertilizante residual no solo. Porém na maioria dos compartimentos comparando-se os tratamentos, os resultados de %Sdff foram diferentes. O efeito da diluição isotópica na %Sdff do tratamento com ^{34}S empobrecido ocorrido com a soja, não se repetiu na alfafa, e de forma contrária ao experimento com soja, na alfafa a %Sdff no tratamento ^{34}S empobrecido foi superior ao ^{34}S enriquecido.

Tabela 14. Porcentagem do enxofre derivado do fertilizante no milho (“%Sdff”) no Nitossolo Vermelho escuro (NVe) e Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt)

Tratamentos	Parte Aérea			Raiz			Planta Toda		
	NVe	LVdt	Média	NVe	LVdt	Média	NVe	LVdt	Média
	-----%-----								
³⁴ S enriquecido	41,5 Aa	44,3 Aa	42,9 A	31,8 Ab	48,5 Aa	40,1 A	39,1 Aa	45,1 Aa	42,1 A
³⁴ S empobrecido	29,9 Ab	46,7 Aa	38,3 A	36,4 Aa	45,9 Aa	41,2 A	30,9 Ab	46,5 Aa	38,7 A
Média	35,7 b	45,5 a		34,1 b	47,2 a		35,0 b	45,8 a	

Média entre solos ou tratamentos seguida de letras distintas difere entre si ao nível de 5% pelo teste de Tukey. Letras maiúsculas comparam médias dos tratamentos na mesma coluna, e letras minúsculas comparam entre os solos.

Tabela 15. Porcentagem do enxofre derivado do fertilizante na soja (“%Sdff”) no Nitossolo Vermelho escuro (NVe) e Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt)

Tratamentos	Parte Aérea			Raiz			Planta Toda		
	NVe	LVdt	Média	NVe	LVdt	Média	NVe	LVdt	Média
	-----%-----								
³⁴ S enriquecido	39,0 Ab	45,9 Aa	42,4 A	31,7 Ab	43,7 Aa	37,7 A	37,5 Ab	45,5 Aa	41,5 A
³⁴ S empobrecido	35,1 Aa	33,5 Ba	34,3 B	34,0 Aa	22,1 Bb	28,1 B	35,4 Aa	31,6 Ba	33,5 B
Média	37,0 a	39,7 a		32,9 a	32,9 a		36,5 a	38,6 a	

Média entre solos ou tratamentos seguida de letras distintas difere entre si ao nível de 5% pelo teste de Tukey. Letras maiúsculas comparam médias dos tratamentos na mesma coluna, e letras minúsculas comparam entre os solos.

Tabela 16. Porcentagem do enxofre derivado do fertilizante na alfafa (“%Sdff”) no Nitossolo Vermelho eutrófico (NVe)

Tratamentos	Parte Aérea			Raiz			Planta Toda		
	CA – milho	CA - soja	Média	CA – milho	CA- soja	Média	CA - milho	CA - soja	Média
	-----%-----								
³⁴ S enriquecido	35,2 Bb	43,5 Aa	39,1 B	32,4 Ba	32,6 Ba	32,5 B	35,1 Bb	41,7 Aa	38,4 B
³⁴ S empobrecido	54,5 Aa	43,9 Ab	48,9 A	44,7 Aa	44,9 Aa	44,8 A	53,3 Aa	43,2 Ab	48,3 A
Média	43,8 a	43,6 a		38,6 a	38,7 a		44,2 a	42,5 a	

Média entre cultura antecessora (CA) ou tratamentos seguida de letras distintas difere entre si ao nível de 5% pelo teste de Tukey. Letras maiúsculas comparam médias dos tratamentos na mesma coluna, e letras minúsculas comparam entre os fatores CA – milho e CA - soja.

Tabela 17. Porcentagem do enxofre na alfafa derivado do fertilizante (“%Sdff”) no Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt)

Tratamentos	Parte Aérea			Raiz			Planta Toda		
	CA – milho	CA - soja	Média	CA - milho	CA- soja	Média	CA - milho	CA - soja	Média
	-----%-----								
³⁴ S enriquecido	50,4 Ba	53,5 Ba	52,0 B	50,2 Aa	52,2 Aa	51,2 A	50,3 Aa	53,0 Ba	51,6 A
³⁴ S empobrecido	57,3 Aa	62,5 Aa	60,0 A	41,4 Aa	51,1 Aa	46,8 A	51,8 Ab	60,4 Aa	55,8 A
Média	53,9 b	58,0 a		47,5 a	50,4 a		51,0 b	56,4 a	

Média entre cultura antecessora (CA) ou tratamentos seguida de letras distintas difere entre si ao nível de 5% pelo teste de Tukey. Letras maiúsculas comparam médias dos tratamentos na mesma coluna, e letras minúsculas comparam entre os fatores CA – milho e CA - soja.

4.5.1 Porcentagem do enxofre derivado do fertilizante nas plantas de milho e soja (%Sdff) (Experimento I)

As %Sdff no milho referentes à comparação dos tratamentos foram conclusivas, sendo igual nos compartimentos parte aérea, raiz e planta toda (Tabela 14). Esses resultados indicaram que o isótopo de ^{34}S empobrecido proporcionou marcação adequada do material, apesar de a pequena diferença na abundância isotópica entre o sal aplicado e a abundância natural. A baixa disponibilidade de enxofre do solo no LVdt, resultou em um maior valor de %Sdff nas plantas de milho.

A %Sdff na parte aérea, raiz e planta toda de soja, e também nas médias dos tratamentos, não diferiram para o fator solo (Tabela 15). Na avaliação dos tratamentos, no LVdt houve diferença nos compartimentos parte aérea, raiz, planta toda, porém, nos compartimentos parte aérea, raiz e planta toda no NVe a %Sdff foi igual.

O valor mais baixo de %Sdff na parte aérea, raiz e planta toda de soja no LVdt para o tratamento ^{34}S empobrecido, como também a tendência (sem significância estatística) dos valores nos compartimentos parte aérea e planta toda no NVe, deveu-se a marcação com o isótopo no material vegetal, acarretando erros nos cálculos por diluição isotópica.

O método isotópico utilizando o ^{34}S empobrecido necessita que as abundâncias de ^{34}S no fertilizante sejam as menores possíveis, a fim de possibilitar que a mensuração da concentração do isótopo na planta, resultante da diluição do S absorvido do fertilizante, com o ^{34}S natural (4,30% de átomos de ^{34}S) do solo, localize-se fora da região de erro analítico na medida por espectrometria de massas (erro relativo de até 1%). No entanto, a abundância isotópica do adubo empobrecido utilizado (2,3% em átomos de ^{34}S aplicado no LVdt e 3, 2% em átomos de ^{34}S aplicado no NVe) fez com que os valores de ^{34}S na planta ficassem muito próximo ao da abundância natural (4,30% em átomos de ^{34}S) que é subtraída no cálculo do %Sdff (vide equação 6). No tratamento

com ^{34}S enriquecido, foi aplicado sal com enriquecimento de 9,12 e 9,50% em átomos de ^{34}S no NVe e no LVdt respectivamente. Esse valor de abundância possibilitou melhor definição (exatidão) dos resultados de %Sdff, uma vez que as abundâncias nas plantas foram superiores à abundância natural. Pelo exposto, os resultados de %Sdff e, por conseguinte, os de QSdff do tratamento com ^{34}S empobrecido para a cultura de soja, devem ser avaliados com cautela.

4.5.2 Porcentagem do enxofre derivado do fertilizante na alfafa (%Sdff) (Experimento II)

A alfafa é considerada cultura exigente em enxofre, sendo assim, proporcionou boa marcação do material vegetal, não ocorrendo efeito da diluição isotópica no tratamento com ^{34}S empobrecido. A disponibilidade no solo de enxofre residual do fertilizante proporcionou valores de %Sdff na planta da ordem de 40 e 50% no NVe e no LVdt respectivamente (Tabelas 16 e 17). Na parte aérea e planta toda a %Sdff no tratamento ^{34}S empobrecido foi maior que no ^{34}S enriquecido. Esses resultados são contrários aos obtidos na cultura da soja, indicando que o ^{34}S empobrecido não deve ser desconsiderado totalmente, uma vez que o efeito da diluição isotópica está intimamente relacionado com a extração de enxofre pela cultura. Porém, a fonte marcada com ^{34}S empobrecido para estudos de fertilidade de solos deve apresentar valor inferior a 1% em átomos de ^{34}S , a fim de se obter melhor exatidão no cálculo de %Sdff.

Apesar de a interferência em alguns resultados com os tratamentos ^{34}S empobrecido na cultura da soja, fica evidente que os valores de %Sdff são expressivamente maiores que os de %Ndff (% do nitrogênio na planta derivado do fertilizante) ou de %Pdff (% do fósforo na planta derivado do fertilizante) comumente encontrados na literatura e que são da ordem de 10-20% para absorção de fertilizantes marcados com ^{15}N e ^{32}P , respectivamente (Trivelin et al. 2002a).

Os resultados obtidos neste trabalho corroboram com os valores obtidos por Trivelin et al. (2002a) em experimento com ^{34}S utilizando arroz e crotalária júncea, no qual, foi obtido a %Sdff de 65 e 95% respectivamente. Arora et al. (1990) realizaram estudos com ^{35}S utilizando plantas de aveia em diversos solos da Índia e obtiveram valores de %Sdff entre 38 e 73%, sendo os maiores valores em solos arenosos. Com isso posto, ficou evidente a baixa disponibilidade do enxofre do solo, mesmo no caso do NVe, que apresentou melhores características químicas, por ser de área com cultivo intensivo de milho, com teor médio de matéria orgânica e, tendo recebido por diversos anos fertilizante contendo enxofre. Apesar destas características favoráveis no NVe para um bom fornecimento de S do solo, a %Sdff nas plantas foi entre 30 e 40% (Tabelas 14, 15, 16 e 17).

4.6 Quantidade do enxofre derivado do fertilizante no milho, soja e alfafa (QSdff)

A QSdff no material vegetal depende do acúmulo de MS das plantas (Tabelas 6, 7, 8 e 9), do enxofre total (Tabelas 9, 10, 11 e 12) e da %Sdff (Tabelas 14, 15, 16 e 17). Sendo assim, os maiores valores de QSdff foram obtidos pelo milho (Tabela 18), seguidos pela alfafa CA-milho (Tabelas 20 e 21), soja (Tabela 19) e alfafa CA-soja (Tabelas 20 e 21). A maior QSdff nas plantas foi dos tratamentos com NVe, devido às melhores condições químicas do solo para o desenvolvimento das plantas, o que proporcionou crescimento mais vigoroso das culturas e, conseqüentemente, maior absorção de enxofre.

Apesar de a variabilidade dos resultados de enxofre total e de %Sdff proporcionarem diferenças nos fatores cultura antecessora (CA) e tratamentos, o método isotópico com fonte enriquecido ou empobrecido em ^{34}S pode avaliar a distribuição do enxofre nas plantas, desde que seja reduzida a abundância isotópica do ^{34}S na fonte empobrecida. Outro fator relevante é a minimização

dos erros em todo o processo analítico de quantificação de enxofre (S-total) e de determinação isotópica (^{34}S), devido à complexidade dos procedimentos.

4.6.1 Quantidade do enxofre derivado do fertilizante nas plantas de milho e soja (QSdff) - Experimento I

A cultura de milho extraiu as maiores quantidades de enxofre derivado do fertilizante aplicado ao solo (Tabela 18). A MS nos compartimentos parte aérea e raiz (Tabela 6) contribuíram positivamente na quantidade de enxofre extraída pela cultura. Para o fator solo, houve efeito apenas na média do compartimento raiz. Para tratamentos houve efeito no NVe nos compartimentos parte aérea, raiz e planta toda.

O efeito observado foi influenciado pela interação dos parâmetros ST e %Sdff. No LVdt os tratamentos não diferiram nos compartimentos parte aérea, raiz e planta toda (Tabela 18).

A cultura da soja indicou efeito para o fator solo nos compartimentos parte aérea, raiz e planta toda. A QSdff na parte aérea de soja no NVe foi maior no tratamento ^{34}S enriquecido (Tabela 19).

Os resultados de QSdff no experimento I indicaram baixa recuperação do enxofre do fertilizante aplicado ao solo pelas culturas de milho e soja, permanecendo elevado conteúdo de S-fertilizante no solo para avaliação do nutriente no experimento II. O maior valor de QSdff foi de 51 mg por parcela (milho NVe – ^{34}S enriquecido) , que correspondeu a 15% de recuperação do enxofre proveniente do fertilizante (Tabela 18). A determinação da QSdff nas plantas do experimento I foi importante para uma boa avaliação do S-fertilizante residual no solo que poderá ser utilizado pela cultura da alfafa no experimento II.

Tabela 18. Quantidade de enxofre derivado do fertilizante no milho (“QSdff”)

Tratamentos	Parte Aérea			Raiz			Planta Toda		
	NVe	LVDt	Média	NVe	LVDt	Média	NVe	LVDt	Média
-----miligramas por parcela-----									
³⁴ S enriquecido	38,9 Aa	32,6 Aa	35,5 A	10,7 Aa	13,4 Aa	12,0 A	50,8 Aa	44,7 Aa	47,8 A
³⁴ S empobrecido	28,7 Ba	34,8 Aa	31,5 A	6,1 Bb	15,7 Aa	10,9 A	35,0 Ba	48,1 Aa	41,6 A
Média	33,0 a	33,7 a		8,4 b	14,5 a		42,8 a	46,4 a	

Média entre solos ou tratamentos seguida de letras distintas difere entre si ao nível de 5% pelo teste de Tukey. Letras maiúsculas comparam médias dos tratamentos na mesma coluna, e letras minúsculas comparam entre os solos.

Tabela 19. Quantidade de enxofre derivado do fertilizante na soja (“QSdff”)

Tratamentos	Parte Aérea			Raiz			Planta Toda		
	NVe	LVDt	Média	NVe	LVDt	Média	NVe	LVDt	Média
-----miligramas por parcela-----									
³⁴ S enriquecido	23,6 Aa	9,9 Ab	16,8 A	3,0 Aa	2,0 Aa	2,5 A	26,3 Aa	11,9 Ab	19,1 A
³⁴ S empobrecido	16,9 Ba	7,9 Ab	12,4 B	2,9 Aa	1,2 Ab	2,1 A	20,3 Aa	9,11Ab	14,7 B
Média	20,9 a	8,9 b		3,0 a	1,6 b		23,3 a	10,5 b	

Média entre solos ou tratamentos seguida de letras distintas difere entre si ao nível de 5% pelo teste de Tukey. Letras maiúsculas comparam médias dos tratamentos na mesma coluna, e letras minúsculas comparam entre os solos.

Tabela 20. Quantidade de enxofre derivado do fertilizante na alfafa ("QSdff") no Nitossolo Vermelho Escuro (NVe)

Tratamentos	Parte Aérea			Raiz			Planta Toda		
	CA – milho	CA - soja	Média	CA - milho	CA- soja	Média	CA - milho	CA - soja	Média
-----miligramas por parcela-----									
³⁴ S enriquecido	32,8 Aa	17,6 Ab	24,1 A	2,2 Aa	2,8 Aa	2,5 B	34,5 Aa	20,6 Ab	26,6 A
³⁴ S empobrecido	29,2 Aa	21,6 Ab	25,2 A	3,0 Aa	3,7 Aa	3,4 A	32,3 Aa	25,4 Aa	28,7 A
Média	31,0 a	19,5 b		2,6 a	3,2 a		33,4 a	22,9 b	

Média entre cultura antecessora (CA) ou tratamentos seguida de letras distintas difere entre si ao nível de 5% pelo teste de Tukey.
Letras maiúsculas comparam médias dos tratamentos na mesma coluna, e letras minúsculas comparam entre os fatores CA – milho e CA - soja.

Tabela 21. Quantidade de enxofre derivado do fertilizante na alfafa ("QSdff") no Latossolo Vermelho Distrófico típico (LVdt)

Tratamentos	Parte Aérea			Raiz			Planta Toda		
	CA – milho	CA - soja	Média	CA - milho	CA- soja	Média	CA - milho	CA - soja	Média
-----miligramas por parcela-----									
³⁴ S enriquecido	16,24Aa	8,60Ab	12,42A	5,28Aa	2,32 Ab	3,50 A	21,44 Aa	11,06 Ab	15,40 A
³⁴ S empobrecido	19,38Aa	4,95Ab	12,16A	7,41Aa	0,96 Bb	2,67 A	26,46 Aa	5,77 Bb	12,43 A
Média	17,81 a	6,77 b		6,25 a	1,49 b		23,95 a	7,99 b	

Média entre cultura antecessora (CA) ou tratamentos seguida de letras distintas difere entre si ao nível de 5% pelo teste de Tukey.
Letras maiúsculas comparam médias dos tratamentos na mesma coluna, e letras minúsculas comparam entre os fatores CA – milho e CA - soja.

4.6.2 Quantidade do enxofre derivado do fertilizante nas plantas de alfafa (QSdff) (Experimento II)

As QSdff na alfafa foram de mesma ordem de grandeza dos resultados na cultura da soja no experimento I. Além da demanda da alfafa por enxofre o fator físico, vasos sem drenagem, favoreceu o aproveitamento do S-fertilizante no solo. Esse fator não permitiu que houvessem perdas de sulfato por lixiviação. Com essa particularidade, evidenciou-se a boa recuperação do enxofre do fertilizante nos solos.

No NVe, a QSdff na alfafa não diferiu entre tratamentos para os compartimentos parte aérea, raiz e planta toda (Tabela 20), evidenciando a eficiência do método isotópico na avaliação da recuperação do enxofre pelas plantas.

Tanto no LVdt como no NVe a maioria dos resultados de QSdff apresentaram efeito para o fator cultura antecessora (CA), da mesma forma como verificado com a MS. A alfafa no fator CA-milho não sofreu restrição no seu desenvolvimento, entretanto no fator CA-soja não apresentou o mesmo vigor da alfafa CA-milho, proporcionando menores acúmulos do enxofre derivado do fertilizante. A QSdff nos tratamentos foram iguais, sendo adequados na avaliação da recuperação do enxofre nas plantas, tanto para fonte enriquecida como empobrecida em ^{34}S .

Apesar de o aproveitamento reduzido do S aplicado ao solo pelas plantas, fica evidente a baixa disponibilidade de enxofre para as plantas, mesmo considerando a baixa exigência das culturas pelo nutriente. Evidenciando a necessidade de avaliações envolvendo a eficiência de utilização do S-fertilizante. Cabe salientar que muitas vezes a falta de resposta a nitrogênio, fósforo ou potássio pelas culturas, com uso de fórmulas concentradas em NPK, pode estar diretamente relacionado à deficiência de enxofre em solos tropicais (Vitti, 1986).

4.7 Enxofre nos solos dos experimentos I e II

O enxofre no solo foi avaliado neste estudo apenas no maior compartimento, representado pelo S-total. Outras formas de enxofre no solo poderiam ser determinadas como as orgânicas representadas pelo S ligado a carbono (S-carbono) e pelo S ligado a éster (S-éster); e também a forma inorgânica de enxofre para fins de fertilidade que é representada pelo S-sulfato, forma essa preferencialmente assimilada pelas raízes (Abreu Jr., 1993).

Apesar de este estudo avaliar a recuperação do enxofre do fertilizante aplicado ao solo pelas plantas optou-se por avaliar apenas o S-total do solo, uma vez que um dos objetivos do trabalho foi o de avaliar a distribuição do enxofre no sistema solo-planta.

Destaca-se a importância do estudo metodológico que está sendo realizado por ³Bendassolli com o objetivo de desenvolver um método que possibilite quantificar em um mesmo extrato de amostras solos, o S-total e a abundância isotópica de ³⁴S.

4.7.1 Teor de enxofre (S) no Nitossolo Vermelho eutrófico (NVe) e Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt)

O teor de S e enxofre total (item 4.7.2) no solo serão avaliados com cautela, uma vez que essas determinações de enxofre não apresentaram confiabilidade analítica, principalmente no NVe. Cabe salientar que posteriormente às determinações de S-total nos solos deste trabalho, feitas com extrator fosfato de sódio 0,02 mol L⁻¹, Rossete et. al (2004) verificaram que o melhor extrator para essas determinações foi o cloreto de cálcio 0,15% (m/v), superando o fosfato de sódio que pode resultar, em alguns tipos de solo, em subestimativas no S-total.

³ Projeto de pesquisa desenvolvido no CENA/USP sob coordenação de José Albertino Bendassolli, 2003/2004.

No experimento I avaliaram-se solos e tratamentos dentro de cada cultura (Tabelas 22 e 23). O teor de S no compartimento solo no NVe e no LVdt entre as parcelas de soja e de milho não diferiram entre si (Tabela 22), no entanto, no LVdt o teor de S no solo foi menor que no NVe (Tabela 22).

No NVe o teor de S no tratamento ^{34}S empobrecido diferiu do ^{34}S enriquecido, e a testemunha não diferiu deste último. No solo LVdt o teor de S nos tratamentos com enxofre diferiram da testemunha.

O teor de enxofre no experimento II (Tabela 23) avaliou o efeito da cultura antecessora (milho ou soja) e dos tratamentos dentro de cada solo, semelhante as análises realizadas nos resultados de material vegetal.

No experimento II, o teor de S foi inferior ao do experimento I, efeito que já era esperado, devido à extração de nutrientes pela alfafa e possíveis perdas. Os resultados indicaram que o enxofre apresenta elevada capacidade de permanecer no solo, especialmente nas condições deste estudo que pode ser consideradas como um sistema fechado, proporcionando teores elevados mesmo após cultivos consecutivos. No solo não houve o efeito da cultura antecessora nos teores de S, como observado nas plantas de alfafa, apenas a testemunha do LVdt CA – milho diferiu da CA – soja. Como discutido para o experimento I, o NVe apresentou teores maiores que o LVdt no experimento II.

Os resultados obtidos neste experimento para teores de S-total em solos são da mesma ordem de grandeza que os valores apresentados por Bettany & Stewart (1983) e Tisdale et al., (1982) que encontraram para solos da América do Sul valores entre 27 e 1104 mg kg⁻¹ de enxofre.

4.7.2 Conteúdo de enxofre no Nitossolo Vermelho eutrófico (NVe) e Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt)

A distribuição do enxofre do fertilizante aplicado ao solo no sistema solo-planta (Tabelas 24 e 25), permite realizar inferências a respeito da mobilidade do nutriente, assim como, da possibilidade de perdas do nutriente.

Tabela 22. Teor de enxofre no Nitossolo Vermelho escuro (NVe) e Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt) após o experimento I

Tratamentos	Milho			Soja		
	NVe	LVDt	Média	NVe	LVDt	Média
	-----mg kg ⁻¹ -----					
Testemunha	155 Ba	122 Bb	139 C	153 Ba	112 Bb	129 C
³⁴ S enriquecido	171 Ba	159 Aa	165 B	169 Ba	161 Aa	165 B
³⁴ S empobrecido	208 Aa	162 Ab	185 A	212 Aa	169 Ab	188 A
Média	178 a	148 b		175 a	143 b	

Média entre solos ou tratamentos seguida de letras distintas difere entre si ao nível de 5% pelo teste de Tukey.
Letras maiúsculas comparam médias dos tratamentos na mesma coluna, e letras minúsculas comparam entre os solos.

Tabela 23. Teor de enxofre no Nitossolo Vermelho escuro (NVe) e Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt) após o experimento II

Tratamentos	NVe			LVdt		
	CA - Milho	CA - Soja	Média	CA - Milho	CA - Soja	Média
	-----mg kg ⁻¹ -----					
Testemunha	139 Ba	134 Aa	137 B	97,2 Bb	124 Aa	109 B
³⁴ S enriquecido	158 ABa	169 Aa	164 A	138 Aa	145 Aa	141 A
³⁴ S empobrecido	178 Aa	177 Aa	178 A	123 Aa	137 Aa	129 A
Média	159 a	160 a		117 b	135 a	

Média entre cultura antecessora (CA) ou tratamentos seguida de letras distintas difere entre si ao nível de 5% pelo teste de Tukey.
Letras maiúsculas comparam médias dos tratamentos na mesma coluna, e letras minúsculas comparam entre os fatores CA – milho e CA - soja.

Tabela 24. Enxofre total (ST) no Nitossolo Vermelho escuro (NVe) e Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt) após o experimento I

Tratamentos	Milho			Soja		
	NVe	LVdt	Média	NVe	LVdt	Média
-----mg por parcela-----						
Testemunha	1084 Ba	795,4 Bb	939,8 C	1072 Ba	727,7 Bb	883,4 C
³⁴ Senriquecido	1197 Ba	1032 Aa	1114 B	1183 Ba	1052 Aa	1116 B
³⁴ Sempobrecido	1456 Aa	1051 Ab	1254 A	1491 Aa	1100 Ab	1280 A
Média	1245 a	959,7 b		1237 a	944,6 b	

*Média entre solos ou tratamentos seguida de letras distintas difere entre si ao nível de 5% pelo teste de Tukey.
Letras maiúsculas comparam médias dos tratamentos na mesma coluna, e letras minúsculas comparam entre os solos.*

Tabela 25. Enxofre total (ST) no Nitossolo Vermelho escuro (NVe) e Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt) após o experimento II

Tratamentos	NVe			LVdt		
	CA - Milho	CA - Soja	Média	CA - Milho	CA - Soja	Média
-----mg por parcela-----						
Testemunha	908,1 Ba	865,8 Ba	886,9 B	603 Bb	782 Aa	681 B
³⁴ Senriquecido	1030 ABa	1099 Aa	1064 A	868 Aa	917 Aa	892 A
³⁴ Sempobrecido	1162 Aa	1156 Aa	1159 A	767 Aa	872 Aa	816 A
Média	1033 a	1040 a		729 b	854 a	

*Média entre solos ou tratamentos seguida de letras distintas difere entre si ao nível de 5% pelo teste de Tukey.
Letras maiúsculas comparam médias dos tratamentos na mesma coluna, e letras minúsculas comparam entre os solos.*

Nos experimentos I e II a análise de variância do conteúdo de enxofre foi similar aos resultados de teor de S, uma vez que a massa de solo em cada parcela apresentou pequenas variações que não interferiram no conteúdo de S em cada parcela.

No Experimento I (Tabela 24) detectou-se efeito no fator solo no conteúdo de S. No NVe o conteúdo de S-total da testemunha não diferiu do tratamento com fonte ^{34}S enriquecido, sendo que o ^{34}S empobrecido diferiu deste último. No LVdt o conteúdo de S da testemunha foi menor que os tratamentos com enxofre. Na avaliação das médias entre os solos, o enxofre total no NVe foi sempre superior (Tabela 24).

No Experimento II, não houve efeito apenas no NVe nas médias dos tratamentos do fator cultura antecessora. No NVe fator CA-milho o enxofre total no solo no tratamento ^{34}S empobrecido foi maior que a testemunha, sendo o tratamento ^{34}S enriquecido igual aos dois. Nos fatores CA-soja (NVe) e CA-milho (LVdt) os tratamentos com enxofre foram maiores que a testemunha.

O enxofre total nos solos no experimento I foi em média 200 mg maior que o S-total no experimento II, a única exceção foi entre a testemunha (soja-LVdt) e a testemunha (CA-soja LVdt) que apresentaram acréscimo de 54 mg entre o experimento I e o II. Essa discrepância está associada ao método analítico (conversão incompleta do S-total a S-sulfato).

Os resultados do enxofre total nos solos estão relacionados com a diluição isotópica do fertilizante contendo fonte marcada e, conseqüentemente, com ^{34}S na avaliação da distribuição do enxofre no sistema solo-planta. A quantidade de enxofre total (Tabelas 24 e 25) e a abundância isotópica do adubo empobrecido utilizado (2,3% em átomos de ^{34}S aplicado no LVdt e 3, 2% em átomos de ^{34}S aplicado no NVe) fez com que os valores de ^{34}S no solo ficassem muito próximo ao da abundância natural (4,30% em átomos de ^{34}S), impossibilitando a detecção do sinal isotópico neste tratamento. Com isso as avaliações de %Sdff e QSdff nos solos foram realizadas utilizando os resultados dos tratamentos com ^{34}S enriquecido, que apresentaram boa marcação.

4.8 Porcentagem de enxofre derivado do fertilizante (%Sdff) no Nitossolo Vermelho eutrófico (NVe) e Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt)

A %Sdff no solo foi avaliada somente nas parcelas contendo ^{34}S enriquecido. A obtenção do sal de sulfato de bário ($\text{Ba}^{34}\text{SO}_4$) para as determinações isotópicas pode ter sofrido interferências na conversão do S-total a sulfato nas amostras de solo, ocasionando maior ou menor diluição isotópica no enxofre derivado do fertilizante. Sendo assim, as inferências quanto às perdas de enxofre no solo proveniente do fertilizante podem ter sido influenciadas por erro nas determinações de S-total.

Apesar dessas interferências, os resultados de abundância de ^{34}S em amostras de solo deste trabalho foram os primeiros obtidos em experimentos que receberam fertilizante marcado com o isótopo pesado de enxofre e por meio de determinações absolutas em espectrômetro de massas.

Chen et al. (1999), realizaram estudos com ^{34}S , porém a forma de detecção do traçador foi pela variação natural em delta por mil ($\delta\text{‰}$, nota 2, pág. 6), devido a baixa quantidade de enxofre enriquecido utilizado no experimento, 1 kg ha^{-1} de S. Nesse estudo, os autores apenas marcaram S do solo com ^{34}S , não sendo realizado, portanto, um estudo de fertilização de solo como no presente trabalho.

Os resultados de %Sdff nos solos variaram entre 13 a 28 %, indicando a boa marcação deste compartimento (Tabela 26). No experimento I o solo LVdt apresentou maiores valores de %Sdff, evidenciando o fator solo na disponibilidade do S-fertilizante residual. Já no experimento II não houve diferença entre os solos, indicando que a ação das plantas e outros fatores do acaso promoveram a diluição do S fertilizante.

4.9 Quantidade de enxofre derivado do fertilizante (QSdff) no Nitossolo Vermelho eutrófico (NVe) e Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt)

A QSdff nos solos do experimento I foram em média de 160 e 235 mg por parcela para NVe e LVdt, respectivamente e no experimento II a QSdff foi em média de 180 mg por parcela nos dois solos (Tabela 27). Como discutido anteriormente, a conversão das diferentes formas de S do solo a S-sulfato pode ter influenciado os valores de QSdff. Como era esperado ocorreu redução dos valores de QSdff do experimento I (milho e soja) para o experimento II (alfafa). Não seguiram esse padrão os resultados de QSdff no solo de NVe-soja (157) e NVe – alfafa CA-soja (217) (Tabela 27).

O aumento de 60 mg de enxofre do fertilizante no solo do final do experimento I para o final do experimento II foi incoerente, em vista da extração do nutriente pela alfafa e a possível ocorrência de perda de SO_2 e H_2S por volatilização. Com isso posto, pode-se afirmar que a recuperação do S-fertilizante no experimento I soja NVe foi subestimada (Tabela 27), indicando a suposta conversão incompleta do S-total do solo a S-sulfato no procedimento analítico para as determinações de teor de S-total e de abundância de ^{34}S .

No LVdt os resultados foram mais confiáveis e, dentro do mesmo padrão esperado, ou seja, houve a redução nos valores de QSdff do experimento I para o II, indicando a extração do nutriente pela alfafa, evidenciando-se o efeito residual do enxofre no solo. Neste solo a não recuperação do enxofre derivado do fertilizante no sistema solo-planta pode estar associada às emissões gasosas de H_2S e SO_2 (Garcia Jr., 1992), ou aos erros na conversão de S-total a sulfato em amostras de solos.

Tabela 26. Porcentagem do enxofre derivado do fertilizante (“%Sdff”) no Nitossolo Vermelho escuro (NVe) e Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt) ao final dos experimentos I e II no tratamento ³⁴S enriquecido

Solos	Experimento I			Experimento II		Média
	Milho	Soja	Média	Alfafa CA – Milho	Alfafa CA- Soja	
	-----%-----					
NVe	13,9 Ba	13,3 Ba	13,6 B	13,8 Bb	19,7 Aa	16,6 A
LVdt	19,3 Ab	28,2 Aa	22,6 A	16,6 Ab	22,9 Aa	19,7 A
Média	15,4 b	21,0 a		15,2 b	21,3 a	

Média entre solos ou culturas seguida de letras distintas difere entre si ao nível de 5% pelo teste de Tukey.

Letras maiúsculas comparam médias dos solos na mesma coluna, e letras minúsculas comparam entre as culturas ou cultura antecessora (CA).

Tabela 27. Quantidade de enxofre derivado do fertilizante (“QSdff”) no Nitossolo Vermelho escuro (NVe) e Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt) ao final dos experimentos I e II no tratamento ³⁴S enriquecido

Solos	Experimento I			Experimento II		Média
	Milho	Soja	Média	Alfafa CA – Milho	Alfafa CA- Soja	
	-----miligramas por parcela-----					
NVe	167 Ba	157 Ba	162 B	142 Ab	217 Aa	180 A
LVdt	199 Ab	296 Aa	235 A	144 Ab	210 Aa	177 A
Média	183 b	226 a		143 b	213 a	

Média entre solos ou culturas seguida de letras distintas difere entre si ao nível de 5% pelo teste de Tukey.

Letras maiúsculas comparam médias dos solos na mesma coluna, e letras minúsculas comparam entre as culturas.

4.10 Recuperação do enxofre do fertilizante no sistema solo-planta

O destino do enxofre do fertilizante (S-fertilizante) aplicado ao solo no experimento I, nas doses de 341,46 mg (NVe) e 350 mg (LVdt), foi avaliado nos compartimentos planta (PL) e solo (SL), atribuindo-se à diferença entre a soma do S-fertilizante recuperado nos compartimentos (PL+SL) e a dose aplicada, a erros não controlados no trabalho e possíveis perdas do sistema, que denominou-se de S-fertilizante não-recuperado (NR).

A QSdff no compartimento PL, considerados os solos NVe e LVdt, foi em média 48 e 19,5 mg por parcela para as culturas de milho e soja respectivamente (Figura 4). As determinações de S-total e isotópicas de ^{34}S em amostras vegetais foram consideradas confiáveis, uma vez que esses métodos estão consolidados no Laboratório de Isótopos Estáveis do CENA/USP (Carneiro Jr., 1998; Rossete et al., 2004), minimizando os erros referente ao compartimento planta.

A maior recuperação do S-fertilizante nas plantas foi de 15% no milho, no NVe. Esse resultado, em princípio, indicaria que a maior parte do S-fertilizante (85%) teria ficado no solo, evidenciando possível efeito residual. No entanto, neste caso, o efeito residual do S-fertilizante, foi somente de 49%. O fator solo influenciou o NR, uma vez que, as culturas de milho ou soja apresentaram conteúdos de S-fertilizante de mesma ordem de grandeza, nos dois solos. As características físicas e químicas dos solos influíram apenas na recuperação do S-fertilizante neste compartimento.

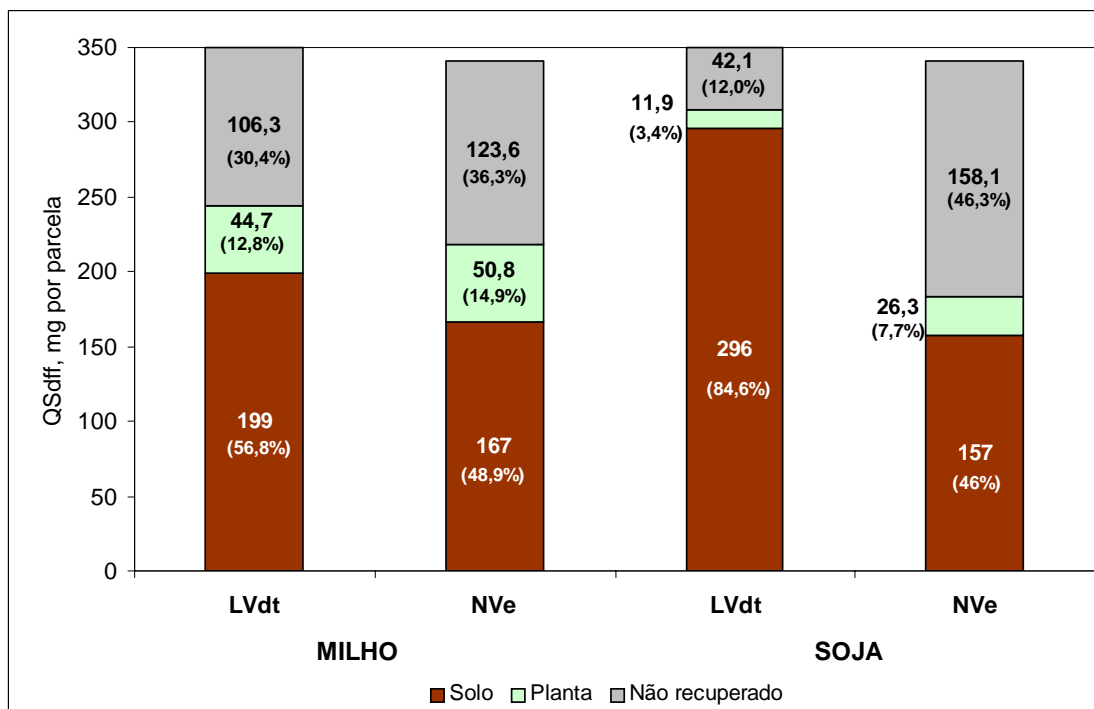


Figura 4. Distribuição do enxofre derivado do fertilizante no sistema solo - milho ou soja (Experimento I)

O S-sulfato derivado do fertilizante aplicado ao solo pode ter sofrido diversas transformações, ou interferências, que levaram a recuperação ou não do S-fertilizante no sistema solo-planta, a saber: a) as plantas de milho ou soja (experimento I) utilizaram do sulfato do fertilizante prontamente disponível para a absorção pelo sistema radicular, efeito desejável na avaliação da recuperação do enxofre pelas culturas; b) a biomassa microbiana do solo pode ter imobilizado o S-fertilizante, indisponibilizando-o para a absorção pelas plantas; c) as diversas rotas metabólicas no sistema solo-planta podem ocasionar perdas gasosas, dentre elas a degradação do S-sulfato ou S-orgânico a SO_2 ou H_2S no solo, sendo essas reações bioquímicas influenciadas pela atividade microbiana no solo ou por condições de anaerobiose (Garcia Jr., 1992);

Marschner (1995) citou diversos estudos envolvendo a dinâmica de gases de nitrogênio e enxofre na interface atmosfera e câmara estomática. Nesses estudos detectou-se que existe a troca de gases entre esses dois

ambientes, dentre eles estão a absorção e perdas de NH_3 , SO_2 e H_2S pelas plantas. Com isso posto, evidenciou-se que as emissões gasosas de compostos de enxofre através dos estômatos são fontes de perdas do sistema solo-planta.

A conversão química das diversas formas de S no solo a S-sulfato, nas determinações de S-total dos solos pode ter sofrido interferências do método, influenciando negativamente na recuperação do S-fertilizante, o que pode ter causado subestimativas na avaliação, tanto do S-total como do S-fertilizante no sistema solo-planta.

Considerando as possibilidades de subestimativas de recuperação do S-fertilizante e eventuais perdas, pode-se inferir que a distribuição do enxofre no sistema solo-planta no experimento I, pode ter sido influenciado, tanto pelo método analítico na conversão do S do solo a sulfato como por possíveis perdas por volatilização de compostos contendo S.

A cultura da alfafa extraiu do S-fertilizante residual nos solos após a colheita das culturas de milho ou soja, avaliação esta realizada após o S-fertilizante ter sido submetido à diversas transformações microbianas que ocorrem nos solos (Garcia Jr., 1992). Além das mencionadas transformações microbianas, o S-fertilizante pode ter sido adsorvido aos colóides do solo ou reagido com óxidos ou hidróxidos de ferro e alumínio (Eriksen et al., 1998).

4.10.1 Distribuição do enxofre derivado do fertilizante aplicado ao solo no sistema solo-planta no experimento I (DS)

As QSDff no milho foram da mesma ordem de grandeza nos dois solos, sendo de 50,8 e 44,7 mg por parcela, respectivamente, nos solos NVe e LVdt. No entanto, a recuperação do S-fertilizante nos solos foram diferentes, reafirmando a influência do método na conversão das diversas formas de S do solo a sulfato (Figura 4).

A soja no LVdt extrai 3% do S-fertilizante, ficando 85% no solo e apenas 12% não foi recuperado (Figura 4). Entretanto no NVe o S-fertilizante não recuperado foi responsável por 46%, ficando 8% na planta e 46% no solo. A diferença no QSdff no compartimento solo, na soja, entre o NVe e o LVdt foi de 39%, indicando o efeito deste compartimento na recuperação do S-fertilizante.

A recuperação incompleta do S-fertilizante no compartimento solo para as duas culturas, no NVe, pode estar relacionada às características físicas ou químicas deste solo, que apresentou teor médio de matéria orgânica (Tabela 2) e textura argilosa (Tabela 1). O teor de matéria orgânica deste solo pode ter favorecido a atividade microbiana, levando a possíveis perdas por volatilização. O compartimento PL apresentou maior conteúdo de S-fertilizante, podendo, este conteúdo, ter favorecido possíveis emissões de S (Marschner,1995).

No LVdt, no compartimento solo das duas culturas, a influência das características físicas e químicas do solo não interferiram de maneira significativa nos resultados de recuperação do S-fertilizante. Provavelmente os principais fatores que contribuíram para esse efeito foram, o teor baixo de matéria orgânica (Tabela 3) e a textura arenosa (Tabela 1), não ocorrendo adsorção de S nos colóides nos solos.

A comparação do conteúdo de enxofre do fertilizante nas plantas, em cada tipo de solo no experimento I possibilitou fazer inferências a respeito de possíveis emissões pela planta de compostos voláteis contendo S, que podem ter influído na recuperação final do S-fertilizante no sistema solo-planta. No LVdt o milho extrai 10% a mais de S-fertilizante que a soja. No entanto, o NR foi 11% maior no milho se comparado com a soja. Essa inferência pode ser infundada, porém existem fortes indícios que as perdas gasosas de enxofre através dos estômatos das plantas estão diretamente relacionadas à quantidade de enxofre extraída pelas culturas (Marschner,1995). No NVe não foi possível de se detectar essas perdas, devido aos erros analíticos.

Independentemente das interferências na avaliação do QSdff nos diferentes compartimentos, cabe salientar a contribuição dos resultados deste

trabalho na elucidação do ciclo do enxofre no sistema solo-planta. Em futuros estudos de compartimentalização do enxofre derivado do fertilizante seria importante avaliar as emissões gasosas do sistema solo-planta, e também as formas de S no solo (S-carbono) e (S-éster). Com esse detalhamento dos compartimentos, inclusive das emissões de S, as inferências serão mais exatas e, conseqüentemente, pode-se conseguir melhor compreensão do ciclo biogeoquímico do nutriente.

4.10.2 Distribuição do enxofre derivado do fertilizante aplicado ao solo no sistema solo-planta no experimento II (DS)

No experimento II, o enxofre residual derivado do fertilizante na planta foi maior no NVe, nos fatores CA-milho e CA-soja com 34,5 e 20,6 mg por parcela respectivamente (Figura 5). A alfafa no LVdt obteve recuperação de 10,8 e 3,8% para os fatores CA-milho e CA-soja respectivamente (Figura 5). O contraste, no LVdt, foi devido a influência da cultura antecessora no aproveitamento pela alfafa do S-fertilizante residual no solo, principalmente com a soja como cultura antecessora (CA-soja).

A alfafa, apesar de sua suposta exigência em enxofre, não apresentou elevada extração do S-fertilizante residual, sendo a máxima recuperação de 21% com a cultura antecessora milho (CA-milho) no NVe (Figura 5).

A baixa QSdff na alfafa pode ter relação com o conteúdo de material vegetal seco produzido (Tabelas 8 e 9), proporcionado menor acúmulo de S-fertilizante. No LVdt os valores de QSdff na alfafa não indicaram o mesmo efeito verificado no experimento I, que relacionou o conteúdo de S-fertilizante nas planta às perdas gasosas de S.

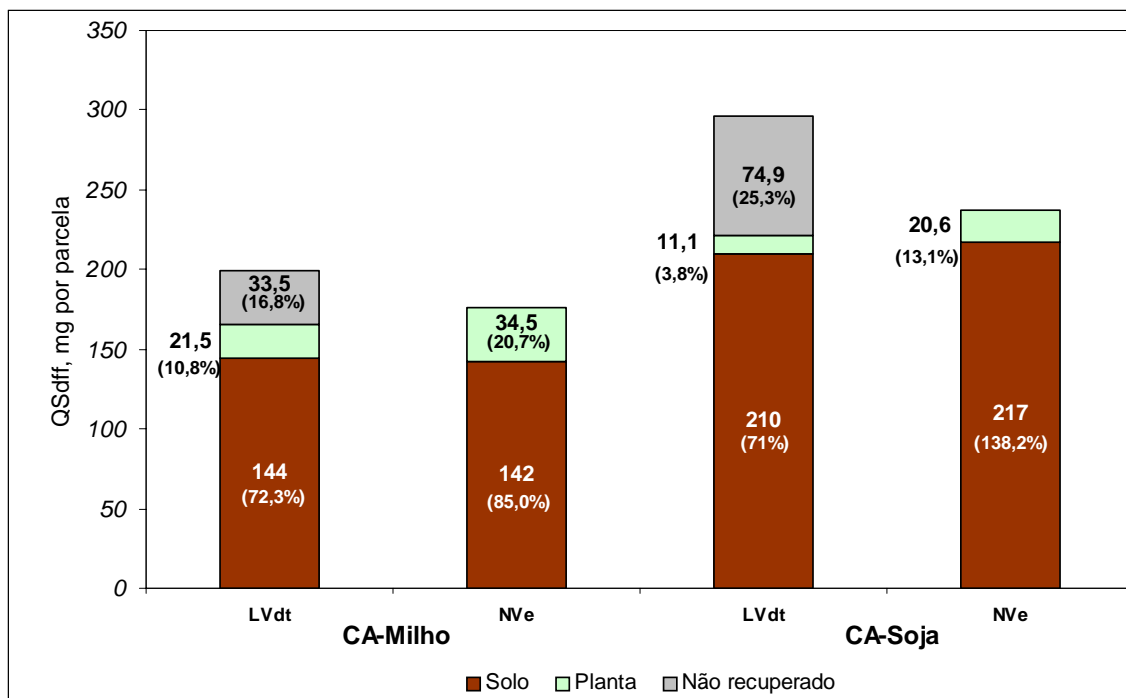


Figura 5. Distribuição do S-fertilizante residual aplicado no experimento I no sistema solo – alfafa (Experimento II)

No NVe a conversão incompleta do S-total do solo a S-sulfato e possíveis perdas gasosas, causaram discrepâncias nos resultados, principalmente no NVe, em que a recuperação do S-fertilizante no compartimento solo foi de 138,2% para CA-soja. A recuperação global do S-fertilizante no solo e na planta no CA-milho foi de 106%, evidenciando os erros analíticos dos resultados de S-total e isotópico do enxofre do experimento I (Figura 5).

A recuperação do S-fertilizante residual no experimento II não permitiu a verificação do efeito de possíveis perdas gasosas de S como indicado no experimento I. No entanto, pode-se reafirmar que o S não-recuperado no NVe sofreu influencia pelo método analítico, representando a principal parcela do NR. Sendo assim, apenas os resultados do LVdt do experimento II foram considerados mais confiáveis na avaliação global da distribuição do S-fertilizante nos dois ciclos de culturas: milho ou soja e alfafa.

Nas condições experimentais do trabalho, após dois ciclos de culturas, é importante ressaltar a tendência do enxofre do fertilizante permanecer no solo. Dos 350 mg por parcela de S aplicado inicialmente no LVdt, em torno de 40% e 60% permaneceram como S-fertilizante residual, respectivamente para CA-milho e CA-soja.

4.10.3 Recuperação do enxofre derivado do fertilizante aplicado ao solo nos experimentos I e II (RS)

Os resultados de recuperação total do S-fertilizante na seqüência das culturas, milho+alfafa ou soja+alfafa, foram avaliados apenas no Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt) devido às discrepâncias dos resultados no NVe, tanto no experimento I como no II (Figuras 4 e 5).

A sucessão milho+alfafa resultou em 12% a mais no acúmulo de S-fertilizante em material vegetal que na soja+alfafa. No entanto, esta maior recuperação percentual resultou em maior NR, da ordem de 7% (Figura 6). Com isso posto, fica implícito que existe uma relação direta entre o conteúdo de enxofre no material vegetal e possíveis perdas de S pelas plantas.

No solo, o S-fertilizante foi diretamente influenciado pela extração do nutriente pelas culturas. Enquanto para milho+alfafa o S-fertilizante no solo foi de 41%, para a soja+alfafa foi de 60% (Figura 6).

O estudo de distribuição do S-fertilizante no sistema solo-planta com culturas consecutivas demonstraram o aproveitamento do nutriente pelas plantas, o efeito do S-fertilizante residual no solo e possíveis perdas. Para estas avaliações o isótopo estável de enxofre (^{34}S) foi uma ferramenta analítica importante para elucidar o comportamento do nutriente no sistema solo-planta.

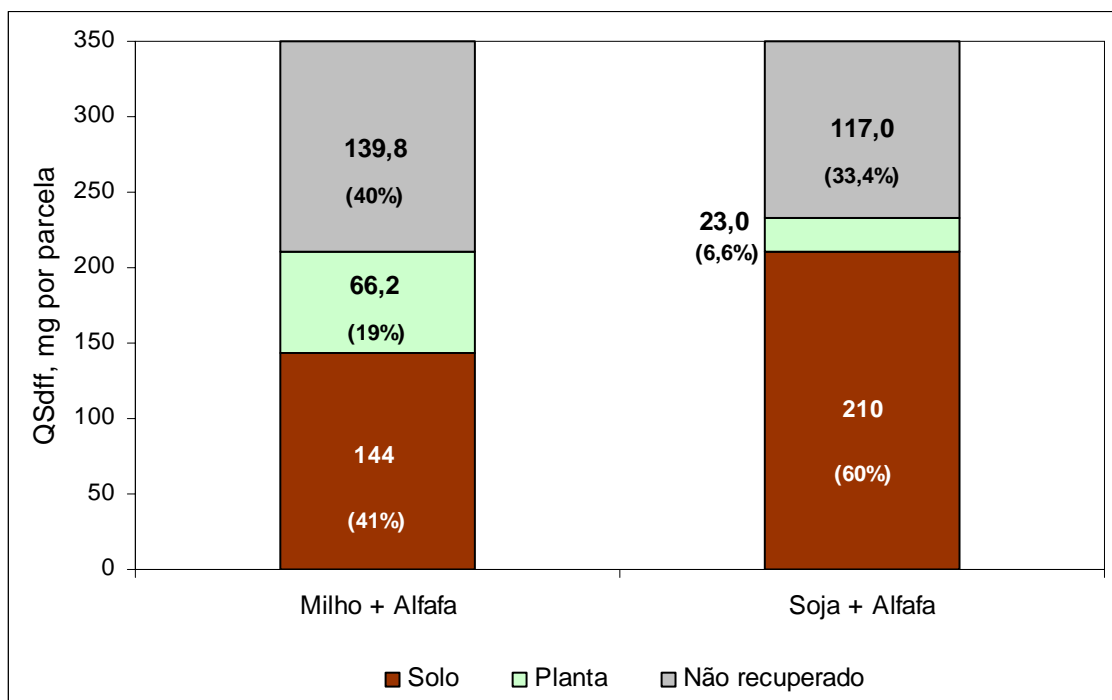


Figura 6. Recuperação do enxofre do fertilizante aplicado ao Latossolo Vermelho distrófico típico (LVdt) nos experimentos I e II (RS)

Com esse estudo de distribuição do enxofre no sistema solo-planta as futuras inferências sobre a demanda de enxofre pelas culturas serão feitas com maior precisão. Cabe também ressaltar a possibilidade de avaliação do aproveitamento do nutriente em ciclos consecutivos de culturas, favorecendo a extração do enxofre residual nos solos. Em futuros estudos, o controle das emissões gasosas deste nutriente, tanto do compartimento solo como através das plantas, auxiliaria no detalhamento do ciclo deste nutriente.

5 CONCLUSÕES

Considerando-se os objetivos do trabalho, nas condições experimentais, concluiu-se que:

- a) A porcentagem do enxofre em plantas de milho ou soja derivada do sulfato (%Sdff) aplicado em dois solos contrastantes (NVe e LVdt) foi da ordem de 40%, indicando ser relativamente baixa a disponibilidade de S nesses solos;
- b) A %Sdff na alfafa, cultivada em sucessão às culturas de milho e soja que receberam fertilização do solo com sulfato, foi de 40-50%, dando significado ao aproveitamento pela cultura sucessora do S-fertilizante residual nos solos;
- c) O tipo de solo não interferiu na distribuição do S-fertilizante aplicado na cultura do milho, nos compartimentos planta e solo. A distribuição do S-fertilizante em solo arenoso (LVdt) foi de 13 e 57%, respectivamente, na planta e no solo, enquanto num solo argiloso (NVe) a planta recuperou 15%, ficando 49% no solo;
- d) O tipo de solo interferiu na distribuição do S-fertilizante aplicado na cultura da soja, nos compartimentos planta e solo. No LVdt a planta acumulou apenas 3%, ficando 85% no solo, e no NVe 8 e 46% do S-fertilizante, ficaram distribuídos entre planta e solo respectivamente;
- e) O enxofre do fertilizante na planta em cultivos consecutivos, no solo arenoso, foi maior na sucessão milho-alfafa (19%) que na soja-alfafa (6,6%). O efeito residual do S-fertilizante no solo foi 20% maior na

sucessão soja-alfafa, podendo esse efeito indicar possíveis perdas do sistema solo-planta. O método de determinação de S-total em solos interferiu na recuperação do S-fertilizante residual no sistema solo-planta, principalmente no solo argiloso.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABREU JÚNIOR, C.A. Mineralização do enxofre de diferentes materiais vegetais marcados com ^{35}S . Piracicaba, 1993. 131p. Dissertação (Mestrado) – Centro de Energia Nuclear na Agricultura, Universidade de São Paulo.
- ALWAY, I.J. A nutrient element slighted in agricultural research. **Journal of American Society of Agronomy**, v.32, p.913-921, 1940.
- ANDERSON, G.C.; BLAIR, G.J.; LEFROY, R.D.B. Soil-extractable sulfur and pasture response to applied sulfur. 2. Seasonal variation in soil sulfur test and sulfur response by pastures under field conditions. **Australian Journal of Experimental Agriculture**, v.38, p.574-582, 1998.
- ARORA, B.R.; HUNDAL, H.S.; SEKHON, G.S. Utilization of fertilizer sulphur by oat (*Avena sativa* L.) in different soils of Ludhiana. **Journal of Nuclear Agriculture and Biology**, v.19, p.92-96, 1990.
- AWONAIKE, K.O.; DANSO, S.K.A.; ZAPATA, F. The use of a double (^{15}N and ^{34}S) labeling technique to assess the suitability of various reference crops for estimating nitrogen fixation in *Gliricidia septum* and *Leucaena leucocephala*. **Plant and Soil**, v.155/156, p.325-328, 1993.
- BANSAL, K.N.; MOTIORAMANI, D.P. Uptake of native and applied sulphur by soybean in vertisols of Madhya Pradesh. **Journal of Nuclear Agriculture and Biology**, v.22, p.42-46, 1993.
- BENDASSOLI, J.A. Separação dos isótopos de enxofre em coluna de resina de troca aniônica. Enriquecimento isotópico de ^{34}S . Piracicaba, 1994. 105p.

- Tese (Doutorado) – Centro de Energia Nuclear na Agricultura, Universidade de São Paulo.
- BENDASSOLI, J.A.; TRIVELIN, P.C.O.; CARNEIRO JUNIOR, F. Sulphur stable isotope fractionation by anion Exchange chromatography. Production of compounds enriched in ^{34}S . **Journal of the Brazilian Chemical Society**, v.8, p.13-17, 1997.
- BETTANY, J.R.; STEWART, J.W.B. Sulphur cycling in soil. In: INTERNATIONAL SULPHUR CONFERENCE, 2., London, 1982. **Proceedings**. London: British Sulphur Corp., 1983. p.767-785.
- CAMBERATO, J.J.; PAN, W.L. Bioavailability of calcium, magnesium, and sulfur. In: SUMNER, M.E. **Handbook of soil science**. Boca Raton: CRC Press, 2000. p.D-53-D-69.
- CARNEIRO JÚNIOR, F. Preparo de amostras vegetais para análise isotópica de ^{34}S por espectrometria de massa. Piracicaba, 46p. Tese (Doutorado) – Centro de Energia Nuclear na Agricultura, Universidade de São Paulo, 1998
- CHAUDHRY, I.A.; CORNFIELD, A.H. Effect of temperature of incubation on sulphatase levels in aerobic and sulphide levels in anaerobic soils. **Journal of Science of Food and Agriculture**, v.18, p.82-84, 1967.
- CHEN, W.; BLAIR, G.; SCOTT, J.; LEFROY, R. Nitrogen and sulfur dynamics of contrasting grazed pastures. **Australian Journal of Agricultural Research**, v.50, p.1381-1392, 1999.
- CHINOIM, N.; LEFROY, R.D.B.; BLAIR, G.J. Effect of crop duration and soil type on the ability of soil sulfur tests to predict plant response to sulfur. **Australian Journal of Soil Research**, v.35, p.1131-1341, 1997.
- COLEMAN, R. The importance of sulfur as a plant nutrient in the world crop production. **Soil Science**, v.101, p.230-239, 1966.
- DOURADO NETO, D.; FANCELLI, A.L. **Produção de milho**. Guaíba: Agropecuária, 2000. 360p.

- ERIKSEN, J.; MURPHY, M.D.; SCHNUG, E. The soil sulphur cycle. In: SCHNUG, E. (Ed.). **Sulfur in agroecosystems**. Dordrecht: Kluwer, 1998. p.39-73.
- FITZGERALD, J.W.; ASH, J.T. Influence of carbon source on arylsulfatase depression in *Pseudomonas C₁₂ B*. **Canadian Journal of Microbiology**, v.28, p.383-388, 1982.
- FRIESEN, D.K. Fate and efficiency of sulfur fertilizer applied to food crops in West Africa. **Fertilizer Research**, v.29, p.35-44, 1991.
- GARCIA JUNIOR, O. O enxofre e suas transformações microbianas. In: CARDOSO, E.J.B.N.; TSAI, S.M.; NEVES, M.C.P. (Coord.) **Microbiologia do solo**. Campinas: SBCS, 1992. cap.22, p.319-327.
- GERMIDA, J.J.; WAINWRIGHT, M.; GUPTA, V.V.S.R. Biochemistry of sulfur cycling in soil. In: STOTZKY, G.; BOLLAG, J.M. (Ed.) **Soil biochemistry**. New York: Marcel Dekker, 1992. v.7, p.1-53.
- HAMILTON, S.D.; CHALK, P.M.; UNKOOOVICH, M.J.; HOPMANS, P.; SMITH, C.J. The measurement of fertilizer S uptake by plants using radioactive and stable isotopes. **Applied and Radiation Isotopes**, v.42, p.1099-1101, 1991.
- HIROCE, R.; FURLANI, A.M.C.; LIMA, M. **Extração dos nutrientes na colheita por populações e híbridos de milho**. Campinas: Instituto Agrônômico, 1989. 24p. (Boletim Científico, 17).
- HOEFT, R.G.; FOX R.H. Plant response to sulfur in the Midwest and Northeastern United States. In: TABATABAI, M.A. (Ed.). **Sulfur in agriculture**. Madison: ASA, 1986. p.345-356.
- KAMPRATH, E.J.; JONES, U.S. Plant response to sulfur in the Southeastern United States. In: TABATABAI, M.A. (Ed.). **Sulfur in agriculture**. Madison: ASA, 1986. p.323-343.
- KAMPRATH, E.J.; NELSON, W.L.; FITTS J.W. Sulfur removed from soils by field crops. **Agronomy Journal**, v.49, p.289-293, 1957.

- KROUSE, H.R.; TABATABAI, M.A. Stable sulphur isotopes. In: TABATABAI, M.A. (Ed.). **Sulphur in agriculture**. Madison: ASA, 1986. p.169-205.
- KROUSE, H.R.; MAYER, B.; SCHOENAU, J.J. Application of stable isotope techniques to soil sulfur cycling. In: BOUTTON, T.W.; YAMASAKI, S. (Ed.) **Mass spectrometry of soils**. New York: Marcel Dekker, 1996. p.247-284.
- LAL, K.; DRAVID, M.S. Sulphur utilization by mustard as influenced by P, S, K_2SiO_3 and FYM in Typic Ustipsamment. **Journal of Nuclear Agriculture and Biology**, v.19, p.87-91, 1990.
- MALAVOLTA, E. Nutrição mineral. In: Ferri, M.G. (Coord.). **Fisiologia vegetal**. São Paulo: EPU, 1979. v.1, p.97-113.
- MALAVOLTA, E.; DANTAS, J.P. Nutrição e adubação do milho. In: PATERNIANI, E. **Melhoramento e produção do milho no Brasil**. Piracicaba: ESALQ/USP; Fundação Cargill, 1980. p.429-479.
- MARSCHNER, H. Function of mineral nutrients: Macronutrients. In: MARSCHNER, H. (Ed.) **Mineral nutrition of higher plants**. San Diego: Academic Press, 1995. cap.8, p.255-265.
- MARTINS, C.R.; ANDRADE, J.B. Química atmosférica do enxofre (IV): Emissões, reações em fase aquosa e impacto ambiental. **Química Nova**, v.25, n.2, p.259-272, 2002.
- MASCARENHAS, H.A.A.; TANAKA, R.T. Soja. In: RAIJ, B. van; CANTARELLA, H.; QUAGGIO, J.A.; FURLANI, A.M.C. **Recomendações de adubação e calagem para o Estado de São Paulo**. 2.ed. Campinas: Instituto Agrônomo de Campinas; Fundação IAC, 1997. p.202-203.
- MAYNARD, D.G.; STEWART, J.W.B.; BETTANY J.R. Sulfur cycling in grassland and parkland soils. **Biogeochemistry**, v.1, p.97-111, 1984.
- NEPTUNE, A.M.L.; TABATABAI, M.A.; HANWAY, J.J. Sulfur fractions and carbon-nitrogen-phosphorous-sulfur relationships in some Brazilian and Iowa soils. **Soil Science Society of America Proceedings**, v.39, n.1, p.51-55, 1975.

- NICHOLS, J.T.; REECE, P.E.; HERGERT, G.W.; MOSER, L.E. Yield and quality response of subirrigated meadow vegetation to nitrogen, phosphorus and sulphur fertilizer. **Agronomy Journal**, v.82, p.47-52, 1990.
- O' LEARY, M.J.; REHM, G.W. Nitrogen and sulfur effects on the yield and quality of corn grown for grain and silage. **Journal Production Agricultural**, v.3, p.135-140, 1990.
- PATNAIK, M.C.; SANTHE, A. Influence of N, K, CaSO₄ on utilization of sulphur by rice in red sandy loam soil. **Journal of Nuclear Agriculture and Biology**, v.22, p.75-79, 1993.
- RAIJ, B. van; QUAGGIO, J.A. **Métodos de análise de solo para fins de fertilidade**. Campinas: Instituto Agronômico, 1983. (Boletim Técnico, 81).
- RAIJ, B. van; CANTARELLA, H. Milho. In: RAIJ, B. van; CANTARELLA, H.; QUAGGIO, J.A.; FURLANI, A.M.C. **Recomendações de adubação e calagem para o Estado de São Paulo**. 2.ed. Campinas: Instituto Agronômico de Campinas; Fundação IAC, 1997. p.58-59.
- REDDY, K.S.; SINGH, M.; TRIPATHI, A.K.; SWARUP, A.; DWIVEDI, A.K. Changes in organic and inorganic sulfur fractions and S mineralisation in a Typical Haplustert after long-term cropping with different fertilizer and organic manure inputs. **Australian Journal of Soil Research**, v.39, p.737-748, 2001.
- RENDIG, V.V. Sulfur and crop quality. In: TABATABAI, M.A. (Ed.). **Sulfur in agriculture**. Madison: ASA, 1986. p.635-652.
- ROSSETE, A.L.R.M.; BENDASSOLLI, J.A.; OLIVEIRA, C.R.; IGNOTO, R.F. Determinação de enxofre (S) em amostras vegetais e de solos, por oxidação alcalina, utilizando mistura de NaHCO₃ e Ag₂O. In: REUNIÃO ANUAL DA SOCIEDADE BRASILEIRA DE QUÍMICA, 27.; CONGRESSO LATINO AMERICANO DE QUÍMICA, 26., Salvador, 2004.
- SHARMA, V.K.; KAMATH, M.B. Effect of sulphur, phosphorus and calcium on sulphur utilization by mustard (*Brassica juncea L.*) and Pea (*Pisum sativum L.*). **Journal of Nuclear Agriculture and Biology**, v.20, p.123-127, 1991.

- SPENCER, K. Sulphur requirements of plants. In: McLACHLAN, K.D. (Ed.) **Sulphur in Australian agriculture**. Sydney: Sydney University Press, 1975. p.98-116.
- SWIFT, R.S. Mineralization and immobilization of sulfur in soil. In: MORRIS, R.J. (Ed.). **Sulfur in agriculture**. Washington: Sulfur Institute, 1985. v.9, p.200-204.
- TABATABAI, M.A. Importance of sulphur in crop production. **Biogeochemistry**, v.1, p.45-62, 1984.
- TANAKA, R.T.; MASCARENHAS, H.A.A.; BORKERT, C.M. Nutrição mineral da soja. In: ARANTES, N.E.; SOUZA, P.I.M. (Ed.). **Cultura da soja nos cerrados**. Piracicaba: POTAFOS, 1993. p.105-135.
- TEIXEIRA, G.M.; TRIVELIN, P.C.O.; BENDASSOLLI, J.A.; MURAOKA, T.; GAVA, G.J.C. Utilização do enxofre aplicado ao solo pela soja, avaliado com as técnicas isotópicas: ^{34}S (estável) e ^{35}S (radiativo). **Revista Brasileira de Pesquisa e Desenvolvimento**, v.4, n.3, pt.2, p.1510-1512, 2002.
- TISDALE, S.L.; RENEAU JUNIOR, R.B.; PLATOU, J.S. Atlas of sulfur deficiencies. In: TABATABAI, M.A. (Ed.). **Sulfur in agriculture**. Madison: ASA, 1982. p.295-322.
- TRIVELIN, P.C.O.; BENDASSOLLI, J.A.; CARNEIRO JUNIOR, F.; MURAOKA, T. Utilização do enxofre aplicado ao solo pelo arroz (*Oriza sativa L.*) e crotalária júncea (*Crotalaria juncea L.*). In: CONGRESSO LATINOAMERICANO DE LA CIENCIA DEL SOLO - CLACS 99, 14., Pucon, 1999. **Resúmenes**: . Temuco: SLCS, 1999, p. 319.
- TRIVELIN, P.C.O.; BENDASSOLLI, J.A.; CARNEIRO JUNIOR, F.; MURAOKA, T. Sulfur utilization by rice and crotalária júncea from sulfate ^{34}S applied to the soil. **Scientia Agricola**, v.59, p.205-207, 2002a.
- TRIVELIN, P.C.O.; OLIVEIRA, M.W.; VITTI, A.C.; GAVA, G.J.C.; BENDASSOLLI, J.A. Perdas de nitrogênio da uréia no sistema solo-planta em dois ciclos de cana-de-açúcar. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**,

v.37, n.2, p.193-201, 2002b.

- TZI TZIBOY, E.F. Mineralização do enxofre e nitrogênio de sesbania, mucuna preta e crotalária utilizadas como adubos verdes, avaliada usando ^{35}S e ^{15}N . Piracicaba, 1998. 173p. Tese (Doutorado) – Centro de Energia Nuclear na Agricultura, Universidade de São Paulo.
- VITTI, G.C. O enxofre na agricultura: situação, perspectivas e sugestões. In: SEMINÁRIO FÓSFORO, CÁLCIO, MAGNÉSIO, ENXOFRE E MICRONUTRIENTES, São Paulo, 1984. **Situação atual e perspectivas na agricultura**; Anais. São Paulo: MANAH, 1986. p.98-110.
- WEAST, R.C. **Handbook of chemistry and physics**. 50.ed. Cleveland: Chemical Rubber, 1969. 273p.
- WILLIAMS, C.H. Some factors affecting the mineralization of organic sulfur in soils. **Plant and Soil**, v.26, p.205-233, 1967.
- YAMADA, T.; LOPES, A.S. Balanço de nutrientes na agricultura brasileira. **Informações Agronômicas**. Potafos, p.2-8, 1998 (Encarte técnico 84).
- ZHAO, F.J.; VERKAMPEN, K.C.J.; BIRDSEY, M.; BLAKE-KALFF, M.M.A.; McGRATH, S.P. Use of the enriched stable isotope ^{34}S to study sulphur uptake and distribution in wheat. **Journal of Plant Nutrition**, v.24, n.10, p.1551-1560, 2001.