



Universidade Federal de São Carlos
CENTRO DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS
Curso de Engenharia Agrônoma



GUSTAVO PREZOTTO CALLEGARI

**DESTINO DE FRAÇÕES MINERAIS DO NITROGÊNIO (^{15}N) EM
RESERVATÓRIOS DO SOLO AFETADO PELO TIPO DE PREPARO:
EXPERIMENTO DE LONGA DURAÇÃO EM BOTUCATU, SP**

ARARAS – 2025



Universidade Federal de São Carlos
CENTRO DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS
Curso de Engenharia Agrônoma



GUSTAVO PREZOTTO CALLEGARI

**DESTINO DE FRAÇÕES MINERAIS DO NITROGÊNIO (^{15}N) EM
RESERVATÓRIOS DO SOLO AFETADO PELO TIPO DE PREPARO:
EXPERIMENTO DE LONGA DURAÇÃO EM BOTUCATU, SP**

Monografia apresentada ao Curso de Engenharia Agrônoma – CCA – UFSCar para a obtenção do título de Engenheiro Agrônomo.

Orientador: Prof. Dr. Gustavo Ferreira da Silva
Coorientador: Prof. Dr. Eduardo Mariano

ARARAS – 2025

AGRADECIMENTOS

A jornada foi intensa, trabalhosa, e não posso deixar de agradecer quem sempre esteve comigo, comemorando nos dias alegres e que também me apoiou nos dias difíceis. Primeiro eu agradeço a Deus, que de forma pura e com sutileza, sempre me mostrou o caminho que deveria seguir para atingir meus objetivos, mesmo quando surgiam períodos de crise de dúvidas.

Agradeço aos meus pais, Flávio Ibelli Callegari e Miram Prezotto Callegari, que, além de todo apoio, amor paterno e materno, me ensinaram a não se desesperar em situações críticas e sempre procurar resolver um problema de cada vez. Esta técnica me ajudou muito! Gostaria de agradecer também minhas duas irmãs, Camila e Priscila! Obrigado por todos os conselhos, brincadeiras descontraídas, discussões leves, que me fortaleceram ao longo de minha jornada.

Agradeço a minha namorada, Lara Cristina Guerhardt! Ah, amor! Obrigado por ser paciente e sempre conseguir vir para Pira nos feriados, enquanto eu não podia te visitar em Araçatuba por conta das atividades do projeto! Obrigado por sempre ser meu suporte, apoiar minhas decisões ou como em muitas vezes, trazendo uma visão diferente que eu não estava acostumado a pensar. Te amo muito!

Agradeço toda a equipe e corpo técnico do Laboratório de Isótopos Estáveis do CENA/USP. É uma equipe incrível e muito unida! Onde não hesitam em ajudar o próximo. Gostaria de destacar alguns nomes: Henrique, Ana, Nicolas, Arthur, Mariana, Aline, José Aurélio (Pingin) e Hugo. Obrigado pela oportunidade de aprender e permitir utilizar de forma prática o conhecimento teórico e técnico do laboratório! Dentre todo conhecimento adquirido, o principal aprendizado foi a arte de colocar atenção nos pequenos detalhes, e independente da situação, fazer as coisas com muito capricho e dedicação.

Agradeço aos alunos e ao Prof. Dr. Eduardo Mariano, responsável pela disciplina CEN 5813, que me auxiliaram desde o início na condução do meu experimento, especialmente na execução trabalhosa de atividades práticas! Tive ajuda do pessoal até em finais de semana e feriados! Essa turma é nota 10. Gostaria de destacar alguns alunos, como a Rafa Molina, Thiago Svacina e João Leonel que participaram ativamente do projeto, oferecendo suporte e ajuda sempre quando precisava.

Agradeço ao meu orientador Prof. Dr. Gustavo Ferreira da Silva, que sempre se dispôs de maneira proativa em ajudar no meu experimento, tanto na parte prática, como na amostragem de solo em campo, como na parte da construção e correção da monografia.

Agradeço à Profa. Dra. Anastácia Fontanetti por gentilmente aceitar o convite para compor a banca avaliadora deste Trabalho Final de Graduação, contribuindo com sua

experiência e considerações valiosas para o aprimoramento deste estudo.

Agradeço ao meu grupo de faculdade que desde o início sempre se permaneceu unido! Leo, João, Manu, Bea, Nathan e John. Mesmo depois de alguns dos integrantes já estarem formados (logo chegará minha vez), nunca deixamos de manter contato, trocar experiências, comemorar conquistas e oferecer apoio em situações difíceis. Obrigado por tudo amigos!

Agradeço à instituição Universidade Federal de São Carlos (UFSCar) – Campus Araras, pela formação acadêmica de excelência e pelas oportunidades que contribuíram de forma essencial para meu crescimento pessoal e profissional, ao longo desses anos de graduação.

Agradeço à instituição Centro de Energia Nuclear na Agricultura (CENA/USP) pela infraestrutura disponibilizada, incluindo o uso dos laboratórios, equipamentos e insumos essenciais para a realização deste trabalho. Agradeço também aos técnicos e colaboradores do CENA pelo suporte e dedicação ao longo do desenvolvimento das análises.

Gostaria de deixar uma reflexão a partir da seguinte frase, “Haverá um dia em que deveremos deixar de ser as crianças que sempre fomos, deixar as ilusões de lado e encarar a vida hostil, tal qual ela se apresenta. A isso eu chamo de Educação para a Realidade.” – Freud. Apesar de todos os processos que compõe o rio da VIDA, sejam eles, responsáveis por gerar experiências alegres ou algum tipo de sofrimento. É preciso colocar atenção somente nas coisas que importam! Nas amizades verdadeiras, ações de bondade e o principal fator que é dar alegria para o outro. Só assim é possível a chegar ao estado de Felicidade Absoluta! Essas “pequenas” coisas, ajudam a encarar esta vida hostil e lembrar que nunca estamos sozinhos para enfrentar os desafios e alcançar nossos objetivos.

Obrigado a todos!

RESUMO

A intensificação da agricultura exige o aprimoramento da eficiência no uso de nutrientes, especialmente o nitrogênio (N), um nutriente essencial para o crescimento vegetal, porém altamente suscetível a perdas no ambiente. Nesse contexto, compreender a dinâmica do N no solo é fundamental para o desenvolvimento de sistemas de manejo mais sustentáveis. A escolha entre preparo convencional (PC) e semeadura direta (SD) pode influenciar significativamente os processos de transformação e retenção do N, dada a interferência desses manejos na estrutura do solo, na atividade microbiana e na matéria orgânica (MO). Diante disso, este estudo teve como objetivo avaliar a dinâmica do N no solo, comparando os sistemas de manejo PC e SD, utilizando frações minerais (formas nítricas e amoniacais) como traçadores, a partir do uso de fertilizantes enriquecidos com o isótopo estável ^{15}N . O estudo centrou-se nos efeitos dos sistemas de manejo sobre a distribuição e recuperação do N nas diferentes frações do solo (mineral, orgânica e total), e não no desempenho agrônômico das fontes de N propriamente ditas, as quais foram empregadas unicamente como ferramenta para rastreamento isotópico do nutriente. O experimento foi conduzido em delineamento de blocos casualizados, em esquema fatorial $2 \times 3 \times 7$, sendo dois sistemas de manejo (SD e PC), três fontes de N [controle – Sem N, amônio [$(^{15}\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$] e nitrato (K^{15}NO_3)] e sete tempos de avaliação (0, 2, 6, 12, 20, 30 e 42 dias após a aplicação das fontes nitrogenadas). As amostras de solo foram incubadas em laboratório e submetidas às análises de N total (NT), N mineral (NM), N orgânico total (NOT), pH e abundância isotópica de ^{15}N . Os resultados demonstraram que o PC promoveu incorporação mais rápida do N fertilizante ao solo, com contribuição do N derivado da fonte fertilizante (Ndff) 21% superior no reservatório de N total. No entanto, as perdas de N foram 38% maiores com a fonte amoniacal em comparação à nítrica nesse sistema. Por outro lado, a SD apresentou maiores teores de N-total e N-orgânico (21% superiores ao PC), indicando maior acúmulo e retenção de N a longo prazo. Conclui-se que, embora o PC favoreça a rápida incorporação do fertilizante, o SD se mostra mais eficiente na construção e conservação dos estoques de N no solo, sendo mais adequado do ponto de vista da sustentabilidade agroambiental. A técnica isotópica foi determinante para elucidar essas dinâmicas, reforçando a importância da escolha do manejo e da forma nitrogenada no contexto da eficiência de adubação e mitigação de perdas ambientais.

Palavras-chave: Eficiência do uso de nitrogênio; fertilizantes; frações de N do solo; plantio direto, plantio convencional.

ABSTRACT

The intensification of agriculture demands improved nutrient use efficiency, particularly for nitrogen (N), which is essential for plant growth but highly prone to environmental losses. In this context, understanding N dynamics in the soil is fundamental for the development of more sustainable management systems. The choice between conventional tillage (CT) and no-till (NT) can significantly influence N transformation and retention processes, due to their contrasting effects on soil structure, microbial activity, and organic matter. This study aimed to evaluate N dynamics in soil under CT and NT systems, using nitrate- and ammonium-based forms of N as tracers, applied through fertilizers enriched with the stable isotope ^{15}N . The focus was not on the agronomic performance of the N sources themselves, but rather on their role as tools to trace the fate of N in the soil under different management systems. The experiment was conducted in a randomized block design with a $2 \times 3 \times 7$ factorial scheme, being two management systems (SD and PC), three N sources [control – without N, ammonium [$(^{15}\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$] and nitrate (K^{15}NO_3)] and seven evaluation times evaluation (0, 2, 6, 12, 20, 30, and 42 days after the application of nitrogen sources). Soil samples were incubated in the laboratory and analyzed for total nitrogen (TN), mineral nitrogen (MN), total organic nitrogen (TON), pH, and ^{15}N isotopic abundance. Results showed that CT promoted faster incorporation of fertilizer N into the soil, with a 21% higher contribution of nitrogen derived from the fertilizer (Ndff) in the total N pool. However, N losses were 38% greater with the ammonium source compared to the nitrate source under CT. In contrast, NT presented 21% higher concentrations of total and organic N, indicating a greater accumulation and long-term retention of nitrogen. It was concluded that, although CT facilitates faster N incorporation, NT is more effective in building and conserving soil N pools, contributing to agro-environmental sustainability. The isotopic technique was essential to elucidate these dynamics, highlighting the critical role of management systems and N forms in fertilization efficiency and mitigation of environmental losses.

Keywords: Fertilizers; soil management; nitrogen use efficiency; soil N fractions.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	8
2. REVISÃO DE LITERATURA.....	11
2.1. Dinâmica do nitrogênio no solo	11
2.2. Uso do ¹⁵ N para avaliar as transformações do nitrogênio no solo	12
2.2.1. Sulfato de amônio enriquecido com ¹⁵ N	13
2.3. Sistemas de manejo do solo: preparo convencional e semeadura direta	15
2.4. Nitrogênio nos sistemas de manejo	16
3. OBJETIVOS	18
3.1. Objetivo geral.....	18
3.2. Objetivos específicos.....	18
4. MATERIAL E MÉTODOS	18
4.1. Caracterização da área de estudo e procedimentos de coleta de solo	18
4.2. Delineamento Experimental	21
4.3. Coleta do solo e incubação	21
4.4. Aplicação de fontes nitrogenadas enriquecidas com ¹⁵ N.....	22
4.5. Processamento e amostragem do solo longo do período experimental	23
4.5.1. Determinação da concentração e abundância isotópica do nitrogênio total.....	24
4.6. Extração e determinação das formas de nitrogênio mineral	24
4.7. Cálculo das frações de nitrogênio.....	25
4.7.1. Cálculo do Nitrogênio Orgânico Total (NOT).....	26
4.7.2. Determinação do Ndff (%)	26
4.7.3. Quantificação absoluta do Ndff.....	27
4.7.4. Recuperação de N e N não recuperado	27
4.7.5. Análise estatística	27
5. RESULTADOS	28
5.1. pH do Solo.....	28
5.2. Dinâmica do ¹⁵ N nos Reservatórios de Nitrogênio do Solo	28
6. DISCUSSÃO	38
6.1. pH do solo	38
6.2. Concentração de N nos Reservatórios de N do Solo	399
7. CONCLUSÕES.....	41
9. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	43

1. INTRODUÇÃO

A crescente demanda global por alimentos, impulsionada pela estimativa de que a população mundial irá alcançar uma margem de 9,7 bilhões de pessoas até o ano de 2050 (ONU, 2019), impõe à agricultura o desafio de aumentar sua produtividade em cerca de 70% de forma mais sustentável possível (FAO, 2009). Nesse cenário, o uso eficiente de nutrientes, especialmente o nitrogênio (N), torna-se essencial e fator limitante para garantir altas produtividades agrícolas (Fageria et al., 2011). O N é um dos macronutrientes mais exigidos pelas plantas, sendo fundamental para processos bioquímicos como a fotossíntese, síntese de proteínas e crescimento vegetal (Taiz et al., 2017). Entretanto, o seu elevado dinamismo no ambiente faz com que grande parte do N aplicado como fertilizante, se perca em processos naturais como lixiviação, volatilização e desnitrificação, comprometendo sua eficiência agrônômica e contribuindo para impactos ambientais significativos (Butterbach-Bahl et al., 2013).

A lixiviação de nitrato (NO_3^-), altamente móvel no perfil do solo, representa um dos principais riscos à qualidade da água, podendo contaminar lençóis freáticos e aquíferos subterrâneos, comprometendo o abastecimento humano e ecossistemas aquáticos (Bijay-Singh; Craswell, 2021). Além disso, em condições anaeróbicas proporcionadas em certos ambientes, fazem com que o NO_3^- possa sofrer o processo de desnitrificação, sendo transformado em óxido nitroso (N_2O), um gás de efeito estufa associado à destruição da camada de ozônio, com potencial de aquecimento global cerca de 273 vezes maior que o do dióxido de carbono (CO_2) em um período de 100 anos (EPA, 2024; Ravishankara et al., 2009). Outro problema associado ao excesso de N no ambiente é a eutrofização de corpos hídricos, promovida pelo carreamento de N por escoamento superficial e drenagem subsuperficial, resultando na proliferação de algas, redução do oxigênio dissolvido e na degradação da qualidade da água em corpos d'água (Bennett et al., 2001). Este processo compromete o uso da água de abastecimento para consumo humano, animal, atividades de recreação e irrigação de culturas (Camargo; Alonso, 2006).

O N apresenta uma dinâmica única no solo, envolvendo transformações entre formas minerais [amônio (NH_4^+) e nitrato (NO_3^-)] e orgânicas (compostos microbianos, aminoácidos e resíduos vegetais), controladas principalmente pela atividade microbiana e pelas condições físico-químicas do solo (Recous; Mary, 1990). Em solos tropicais, como no Brasil, essas transformações ocorrem de maneira particularmente intensa devido à elevada temperatura e umidade proporcionada pelo clima, o que potencializa tanto a mineralização quanto as perdas de N, pelos processos de volatilização do gás de amônia (NH_3), erosão do N orgânico, lixiviação

e desnitrificação de NO_3^- [ocorre a produção de gases N_2O , NO (óxido nítrico) e N_2 (gás nitrogênio)] (Ghiberto et al., 2015; Sutton et al., 2011). A adoção de sistemas de manejo do solo pode influenciar fortemente essas dinâmicas, principalmente ao modificar a estrutura do solo, a atividade biológica e a distribuição da matéria orgânica (Six et al., 2004). Nesse contexto, entender como diferentes sistemas agrícolas afetam os reservatórios de N é fundamental para o desenvolvimento de práticas que promovam maior eficiência no uso de fertilizantes e menor impacto ambiental.

O sistema de semeadura direta (SD), também conhecido como “Sistema Plantio Direto” tem se destacado como uma estratégia de manejo eficaz na conservação do solo, pois proporciona cobertura constante de palhada sobre o solo, o que gera aumento de matéria orgânica (Fuentes-Llanillo et al., 2021). Além disso, a ausência de revolvimento do solo estimula a ciclagem de nutrientes, de forma que é conservado os teores de matéria orgânica e a estabilidade da microbiota edáfica (Fuentes-Llanillo et al., 2021). Em contraste, o preparo convencional (PC) do solo caracteriza-se pelo uso de práticas agrícolas mecanizadas como operações de aração e gradagem, tendo interferência direta nos níveis de N do solo (Zulu et al., 2023). Estas operações de revolvimento, expõem a matéria orgânica do solo (MOS), pelo aumento de aeração, fazendo com que acelere o processo de mineralização (Sangotayo et al., 2023). Com isso, a MOS diminui neste sistema, resultando em maior risco de perdas de N por decomposição (Jagadamma et al., 2007). Estudos comparativos apontam que o SD apresenta maior capacidade de retenção de N e menor emissão de gases de efeito estufa, como o N_2O , contribuindo para estratégias de agricultura de baixo carbono (C) (Machado et al., 2001).

Para compreender com maior profundidade o comportamento do N nos diferentes sistemas de manejo, o uso de fertilizantes enriquecidos com isótopo estável de N (^{15}N) tem se mostrado uma ferramenta eficiente e viável (Manandhar et al., 2024). Essa abordagem permite quantificar, com alta precisão, a fração de N derivada da fonte fertilizante (Ndff) presente nas formas minerais, orgânicas e microbianas do solo, além de estimar perdas por volatilização ou lixiviação (Inácio, Urquiaga; Chalk 2025). No presente estudo, foram utilizadas duas fontes nitrogenadas contrastantes, o sulfato de amônio [$(^{15}\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$], que fornece nitrogênio predominantemente na forma amoniacal (NH_4^+), mais estável em solos com pH ácido e saturados, enquanto o nitrato de potássio (K^{15}NO_3), disponibiliza o nitrogênio na forma nítrica (NO_3^-), altamente solúvel e móvel no perfil do solo (Ravazzolo et al., 2020). A escolha desses fertilizantes não teve como objetivo avaliar seu desempenho agrônômico, mas sim permitir, por meio de suas formas minerais distintas e enriquecidas com ^{15}N , o rastreamento da dinâmica do nitrogênio no solo sob diferentes sistemas de manejo.

Diante das particularidades físico-químicas e biológicas ligadas aos sistemas de manejo, levanta-se a hipótese de que a SD, por preservar a cobertura do solo e promover maior estabilidade da matéria orgânica, favoreça a retenção e incorporação do N nas frações orgânicas, além de mitigar perdas gasosas. Em contraste, o PC, devido à maior perturbação do solo, pode resultar em maior mineralização e, conseqüentemente, maior proporção de N nas formas inorgânicas, com possível aumento de perdas. Assim, espera-se que a dinâmica do N, avaliada por meio do uso de isótopo estável ^{15}N , revele padrões distintos de redistribuição e aproveitamento entre os sistemas, permitindo inferências sobre a eficiência e sustentabilidade do uso de fertilizantes nitrogenados em cada contexto. Nesse sentido, o objetivo desse trabalho foi avaliar a dinâmica do N no solo e quantificar sua distribuição nos diferentes reservatórios, em áreas manejadas sob sistemas de semeadura direta e preparo convencional, utilizando fertilizantes marcados com ^{15}N , em estudo de incubação com amostras obtidas de experimento de campo de longa duração (38 anos).

2. REVISÃO DE LITERATURA

2.1. Dinâmica do nitrogênio no solo

O N é um dos macronutrientes mais requeridos pelas plantas, essencial para a síntese de aminoácidos, proteínas, ácidos nucleicos e clorofila, desempenhando papel central na fotossíntese e no crescimento vegetal (Zayed et al., 2023; Taiz et al., 2017). Apesar de sua abundância na atmosfera, o N atmosférico (N_2) não é diretamente assimilável pelas plantas, exigindo sua conversão em formas que possam ser assimiláveis como NH_4^+ e NO_3^- , podendo ocorrer por meio de processos biológicos e/ou industriais (Canfield et al., 2010).

No solo, o N está presente em diversas formas que interagem dinamicamente entre si (Yahaya et al., 2023). A MOS representa o maior reservatório, na qual o N está ligado a compostos orgânicos de difícil degradação (Mariano et al., 2022). A mineralização da matéria orgânica, realizada por microrganismos, libera NH_4^+ que pode ser diretamente absorvido pelas raízes ou oxidado a NO_3^- no processo de nitrificação (Butterbach-Bahl et al., 2013). O NO_3^- , por sua vez, é altamente móvel no perfil do solo, o que o torna mais suscetível à lixiviação e às perdas por desnitrificação, processo no qual microrganismos anaeróbios reduzem NO_3^- a gases como N_2O e N_2 (Butterbach-Bahl et al., 2013).

A forma nitrogenada aplicada influencia diretamente sua dinâmica no solo (Ferraz-Almeida et al. 2024). Fertilizantes à base de ureia e $(NH_4)_2SO_4$ são rapidamente hidrolisados ou transformados em NH_4^+ , que pode ser imobilizado por microrganismos, adsorvido em coloides ou oxidado por arqueias e bactérias nitrificantes (AOA e AOB, respectivamente) a NO_3^- (Mariano et al., 2022). Em solos tropicais, principalmente no caso de solos arenosos e com baixo teor de matéria orgânica, as perdas de N são significativas (Ghiberto et al., 2015). Estudos indicam que apenas 26% do N aplicado na cana-de-açúcar, por exemplo, é recuperado pela planta, sendo o restante perdido por volatilização, lixiviação ou imobilizado no solo em formas orgânicas e microbianas (Otto et al., 2016).

A aplicação de isótopos estáveis, como o ^{15}N , permite rastrear o destino do N no sistema solo-planta (Buresh et al., 1982). Essa metodologia tem sido amplamente utilizada em estudos sobre eficiência de uso de fertilizantes, permitindo distinguir entre o N derivado da fonte fertilizante ($Ndff$) e o N nativo do solo, além de quantificar frações imobilizadas, lixiviadas ou emitidas na forma gasosa (Barraclough, 1995; Mariano et al., 2022). A escolha do fertilizante, sua dose, o sistema de manejo e as condições edafoclimáticas modulam essas transformações (Otto et al., 2016). Portanto, compreender as transformações químicas e biológicas do N no

solo, bem como formas de mitigar suas perdas, é essencial para aprimorar a eficiência do uso de fertilizantes, reduzir impactos ambientais e promover a sustentabilidade dos sistemas agrícolas.

2.2. Uso do ^{15}N para avaliar as transformações do nitrogênio no solo

O uso de isótopos estáveis na agricultura tem se mostrado uma ferramenta analítica altamente eficaz e assertiva para investigar os fluxos e transformações de nutrientes nos sistemas solo-planta (Deng et al., 2024). No caso do N, o isótopo estável ^{15}N é naturalmente encontrado na atmosfera com uma abundância de aproximadamente 0,37%, em contraste com o isótopo mais comum, o ^{14}N , que representa cerca de 99,63% do total (Buresh et al., 1982; IAEA, 1991). O ^{15}N não é radioativo e não oferece riscos ambientais ou toxicológicos, o que o torna adequado para experimentos em campo e em condições agrícolas reais (IAEA, 1991). Para fins experimentais, fertilizantes são artificialmente enriquecidos com ^{15}N , elevando sua abundância isotópica natural e permitindo rastrear com precisão o destino do N aplicado nos diferentes compartimentos do solo em sistema agrícola (Barraclough, 1995).

Diversos trabalhos têm demonstrado que a aplicação de ^{15}N em estudos agronômicos proporciona alta precisão na avaliação do destino do N aplicado via fertilização, especialmente em sistemas de manejo contrastantes (Su et al., 2023; Skadell et al., 2025; Maher et al., 2023). Essa técnica é particularmente útil para mensurar a eficiência de uso de fertilizantes e para identificar os compartimentos onde o N aplicado é retido ou perdido ao longo do tempo, distinguindo entre o Ndff e o N naturalmente presente no solo (Recous; Mary, 1990; Otto et al., 2016).

A metodologia isotópica também permite a avaliação detalhada da transformação entre formas inorgânicas e orgânicas de N, sendo aplicável tanto em experimentos de curta duração, como incubações laboratoriais, quanto em ensaios de campo (Quan et al. 2016). Essa abordagem é especialmente valiosa em solos tropicais, nos quais a elevada taxa de mineralização da matéria orgânica e as perdas por lixiviação ou volatilização comprometem a sustentabilidade do uso de fertilizantes nitrogenados (Butterbach-Bahl et al., 2013; Ghiberto et al., 2015).

Além disso, os estudos com ^{15}N oferecem alta sensibilidade analítica e permitem avaliar separadamente as frações minerais (NH_4^+ e NO_3^-), orgânicas (biomassa microbiana, solúveis e não-solúveis) do N no solo após a aplicação de uma fonte (Guiraud et al., 1992; Mariano et al., 2022). A análise isotópica viabiliza também o cálculo da fração de Ndff, da recuperação percentual do N aplicado e da quantidade não recuperada (associada a perdas gasosas e

lixiviação). A equação do $Ndff$ segue abaixo:

$$Ndff(\%) = \left(\frac{a}{b}\right) \times 100$$

onde a é a abundância de átomos de ^{15}N em excesso no reservatório (produto); b é a abundância de átomos de ^{15}N em excesso no fertilizante (fonte); e $Ndff$ é o N derivado da fonte fertilizante.

2.2.1. Sulfato de amônio enriquecido com ^{15}N

O $(^{15}\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ é frequentemente empregado para investigar a imobilização microbiana, nitrificação e retenção do N na forma amoniacal (NH_4^+), especialmente em solos ácidos e de textura arenosa, nos quais essa forma é mais estável (Chien et al., 2011). Mariano et al. (2022) demonstraram que a aplicação de $(^{15}\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ em solo arenoso, em combinação com resíduos de cana-de-açúcar, resultou em alta taxa de imobilização do N em frações orgânicas do solo e redução significativa das perdas por desnitrificação. O enriquecimento isotópico com ^{15}N não interfere no comportamento agrônômico do fertilizante, mostrando-se ferramenta fundamental para rastrear com precisão o destino do N no sistema solo-resíduo, permitindo quantificar as frações de N imobilizado e as perdas relativas (Barracough, 1995). De forma complementar, Fenilli et al. (2007) observaram recuperação de até 25% do ^{15}N aplicado como $(^{15}\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ em cafezais em São Paulo, reforçando a efetividade dessa ferramenta para estudos de absorção radicular e retenção de N no solo.

O $(^{15}\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ dissocia-se rapidamente em NH_4^+ e SO_4^{2-} ao ser incorporado no solo, fornecendo também enxofre (S), um nutriente que pode favorecer com o metabolismo das plantas cultivadas (Zenda et al., 2021). A forma amoniacal (NH_4^+) liberada é retida pelos complexos de troca catiônica do solo, reduzindo sua mobilidade em comparação com fontes nítricas (Chien et al., 2011). Em solos com pH ácido, ocorre ainda um fenômeno de acidificação adicional: a nitrificação biológica do NH_4^+ libera prótons (H^+), o que diminui o pH local (Chien et al., 2011). Essa acidificação local não só contribui para a disponibilidade de fósforo e micronutrientes, como também pode diminuir a atividade nitrificante das bactérias autotróficas nitrificantes em ambientes muito ácidos (Chien et al., 2011). Conseqüentemente, o nitrogênio amoniacal do $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ permanece por mais tempo na forma NH_4^+ , retardando sua conversão a NO_3^- e mitigando perdas por lixiviação e desnitrificação, em comparação a fontes que já fornecem naturalmente o N nítrico (Chien et al., 2011). Outra vantagem observada é a baixa volatilização de NH_3 quando o $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ é aplicado superficialmente em solos ácidos ou neutros, uma vez que o pH mais baixo evita a conversão de NH_4^+ em NH_3 (Chien et al., 2011). Estudos indicam que praticamente não ocorrem perdas de N por NH_3 em solos ácidos/neutros

adubados com $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, ao contrário da ureia, que têm alta capacidade de volatilização (Chien et al., 2011). Além disso, em alguns solos argilosos de mineralogia 2:1, parte do NH_4^+ pode ser fixada nas intercamadas das argilas (fenômeno de fixação de NH_4^+), tornando-se não trocável a curto prazo (Chien et al., 2011).

2.2.2 Nitrato de potássio enriquecido com ^{15}N

O K^{15}NO_3 por sua vez, é uma fonte nítrica de elevada mobilidade no solo e seu uso é indicado em estudos de lixiviação, absorção rápida e risco ambiental (Quiñones Oliver et al., 2012). Segundo Quiñones Oliver et al. (2012), o K^{15}NO_3 aplicado em solos cultivados com citros apresentou maiores taxas de recuperação em solos de textura mais leve e durante períodos de maior demanda hídrica, como o verão. Esses resultados evidenciam o comportamento distinto entre as fontes de N, sendo o NO_3^- uma forma altamente solúvel e móvel no perfil do solo, o que o torna mais suscetível à processos de lixiviação e, ao mesmo tempo, é prontamente disponível para absorção pelas plantas (Ghiberto et al., 2015). O uso do K^{15}NO_3 foi essencial para quantificar com precisão a recuperação do N pelas plantas e identificar sua movimentação no solo, evidenciando a eficácia dessa ferramenta para estudos sobre eficiência de uso e perdas ambientais do N em diferentes condições edafoclimáticas (Oliver et al., 2012).

A escolha por fontes nítricas como o KNO_3 permite avaliar processos de perda por lixiviação e desnitrificação de forma direta (Mosier; Doran; Freney 2002; Xu et al., 2000). Em solos bem drenados ou sob chuvas/intensa irrigação, o NO_3^- pode ser rapidamente arrastado abaixo da zona radicular, dada sua carga negativa que o impede de ser retido pelos coloides do solo (Wong et al., 1990). Em solos temperados, o NO_3^- não é adsorvido nas superfícies coloidais e move-se livremente na solução do solo, acompanhando o fluxo de percolação da água (Wong et al., 1990).

Além das perdas por lixiviação, o NO_3^- está diretamente envolvido nos processos de perda gasosa de N: em condições de saturação ou bolsões anaeróbios no solo, o NO_3^- serve de acceptor de elétrons para micro-organismos desnitrificantes, sendo reduzido a N_2O e N_2 (Ranatunga et al. 2018). Este fato que ocorre de maneira mais evidente e intensificada em ambientes reduzidos, como arroz (*Oryza sativa* L.) inundado, onde é limitado o fornecimento de oxigênio no solo (Wong et al., 1990). Por isso, fertilizantes que fornecem N majoritariamente na forma nítrica, apresentam maior fração do N perdida como gases de efeito estufa quando o solo sofre encharcamento ou há abundância de C disponível para a desnitrificação (Ha et al., 2015). Esse comportamento contrasta com fontes amoniacais, nas quais a geração de NO_3^- é mais gradual (Chien et al., 2011). O íon K^+ , por ser carregado positivamente, pode ser adsorvido

pelos sítios de troca do solo e até mesmo fixado em intercamadas de argilas 2:1 (semelhante ao NH_4^+), o que geralmente reduz sua mobilidade em comparação ao NO_3^- (Bouabid; Badraoui; Bloom, 1991; Wong, 1990). Entretanto, a presença do K não diminui a rapidez com que o NO_3^- do KNO_3 se movimenta no perfil; portanto, a eficiência do uso do N dessa fonte depende fortemente da sincronização entre a disponibilidade do NO_3^- e a demanda de N pelas plantas, bem como de práticas de manejo que minimizem a lixiviação (Wong et al., 1990).

2.3. Sistemas de manejo do solo: preparo convencional e semeadura direta

A intensificação da agricultura nas últimas décadas tem exigido a adoção de sistemas de manejo que conciliem produtividade e conservação dos recursos naturais, especialmente em regiões tropicais como o Brasil, onde a elevada intensidade pluviométrica torna os solos mais suscetíveis à degradação (Fuentes-Llanillo et al., 2021).

O PC do solo envolve técnicas de revolvimento intenso da camada arável, por meio de operações agrícolas, mecanizadas ou não, como a aração e gradagem. Assim, o principal objetivo é reduzir a compactação do solo, melhorar a aeração, aumentar índice de infiltração de água e melhorar a incorporação de corretivos e fertilizantes, o que contribui diretamente para o crescimento das plantas (Embrapa, 2023). Esse método tradicional de preparo, intensifica o crescimento de raízes, além de reduzir a população inicial de plantas daninhas por enterrio e contribui no controle de pragas e patógenos causadores de doenças nas plantas (Embrapa, 2023). A maior aeração do solo promove rápida mineralização da matéria orgânica, disponibilizando nutrientes de forma mais rápida para as plantas, principalmente após as operações de preparo (Blanco-Canqui; Wortmann, 2020). Entretanto, o PC apresenta diversas desvantagens de médio e longo prazo associadas à intensa mobilização do solo, como a desestruturação dos agregados, aumento da erosão hídrica e compactação do perfil, além da redução da matéria orgânica e da capacidade de retenção de água (Al-Kaisi, 2024). Além disso, a mobilização frequente em profundidades semelhantes favorece a formação de uma camada compactada imediatamente abaixo da zona arada, conhecido popularmente como “pé-de-arado”, dificultando o enraizamento mais profundo das culturas e, em muitos casos, necessitando de uma operação de subsolagem para reverter a situação (Richart et al., 2005; Elkins et al., 2005). Outro efeito negativo do PC é a aceleração da decomposição da matéria orgânica do solo devido à maior oxigenação, o que resulta em menores teores de carbono orgânico e na redução da biodiversidade edáfica ao longo do tempo, em comparação a sistemas com mínimo revolvimento (Cardoso et al., 2011). Embora o PC melhore temporariamente as condições físicas para o plantio, seu uso continuado está associado à degradação estrutural,

perdas de solo e nutrientes e declínio da qualidade do solo, justificando a busca por sistemas de manejo conservacionistas como o Plantio Direto e SD em longo prazo (Ma et al., 2024).

O SD consolidou-se como uma das principais práticas conservacionistas, devido à sua eficácia no controle da erosão, melhoria da estrutura do solo, aumento da MOS e eficiência no uso da água (Blanco-Canqui; Wortmann, 2020). De forma antagônica ao PC, o SD se baseia na semeadura sobre a palhada da cultura anterior, preservando a estrutura física do solo e favorecendo a cobertura vegetal permanente (Fuentes-Llanillo et al., 2021). Essa cobertura atua como barreira física contra o impacto das chuvas, reduz a perda de nutrientes por lixiviação e promove um ambiente mais estável e úmido para o desenvolvimento da microbiota do solo (Machado et al., 2001). O SD também tem se mostrado eficaz na mitigação das emissões de gases de efeito estufa e no aumento do sequestro de C, contribuindo para estratégias de agricultura de baixa emissão de CO₂ (Huang et al., 2018a; Li et al., 2023).

No Brasil, a adoção do SD expandiu-se amplamente nas últimas décadas, especialmente em sistemas de produção de grãos, como soja, milho e trigo (Fuentes-Llanillo et al., 2021). Entre 2006 e 2017, a área sob SD em culturas anuais cresceu aproximadamente 85%, alcançando cerca de 33 milhões de hectares (Fuentes-Llanillo et al., 2021). No entanto, para que o sistema atinja seu potencial máximo, é fundamental que seja implementado de forma integrada, respeitando os três pilares da agricultura conservacionista: 1) ausência de revolvimento do solo; 2) cobertura permanente; 3) e rotação de culturas (Passos; Alvarenga; Santos, 2018).

2.4. Nitrogênio nos sistemas de manejo

Diante dessas diferenças estruturais e funcionais entre os sistemas de manejo, surge a necessidade de compreender como cada um deles influencia a dinâmica do N no solo, sobretudo em relação aos seus diferentes reservatórios: formas minerais, orgânicas e total (Huang et al., 2018b). Estudos comparativos entre SD e PC têm mostrado que a estabilidade física do solo no SD favorece a retenção do N aplicado, bem como a sua imobilização microbiana, enquanto o revolvimento intenso no PC pode acelerar processos de mineralização e aumentar as perdas por lixiviação e volatilização (Carvalho et al., 2010).

Dessa forma, solos cultivados sob manejo conservacionista, retem mais N total nas camadas superficiais do que aqueles sob preparo intensivo, que ao longo do tempo perdem N pela decomposição acelerada da matéria orgânica (Sá et al., 2011). A disponibilidade de N inorgânico (NH₄⁺ e NO₃⁻) também difere entre os sistemas (Sá et al., 2011). Na SD, a decomposição mais lenta da palhada na superfície e a maior imobilização microbiana de N,

reduzem os teores de N mineral disponíveis nas fases iniciais do cultivo (Vargas et al., 2005). Consequentemente, culturas em SD podem apresentar menor absorção de N no início do ciclo, enquanto no PC, a incorporação dos resíduos e a aeração promovidas pela aração ocasionam um rápido pulso de mineralização e nitrificação logo após o preparo do solo pelas operações mecanizadas (Cardoso et al., 2011). Considerando o cenário que, logo após a dessecação de uma cobertura vegetal, as taxas de processo de mineralização e nitrificação do N foram maiores no PC do que no SD, incorporado de forma mais intensa o nutriente ao solo (Cardoso et al., 2011). Porém, durante o desenvolvimento de uma cultura subsequente, o SD apresentou liberação de N mais prolongada, devido ao fornecimento gradativo do estoque de N orgânico acumulado na superfície do solo (Cardoso et al., 2011).

No SD, a ausência de revolvimento e cobertura permanente com palha mantém a estrutura do solo de forma mais agregada, retardando a decomposição da MO e proporciona com que o solo superficial apresente maiores teores de umidade e ligeiramente com temperatura mais fria, condições que podem reduzir temporariamente a atividade microbiana e a taxa de mineralização do N orgânico (Ernani et al., 2002). Também se observa menor aeração em determinadas camadas sob SD, em comparação ao solo arado, limitando processos de nitrificação e a liberação de N mineral (Ernani et al., 2002). Em contrapartida, o PC rompe os agregados e expõe a MO ao oxigênio e aos microrganismos, acelerando a decomposição e liberando grandes quantidades de N mineral para as plantas, logo após operações no solo (Ernani et al., 2002). De forma geral, a palha de cobertura no SD possui alta relação C/N e imobiliza mais N durante sua decomposição inicial, especialmente quando em grande quantidade, exigindo suprimentos adicionais de adubo nitrogenado em comparação ao PC (Thompson; Whitney, 1998).

Nesse contexto, a aplicação de fertilizantes enriquecidos com o isótopo estável ^{15}N representa uma ferramenta eficiente e eficaz para rastrear o destino do N nos dois tipos de sistemas (Huang et al., 2018b). Essa abordagem possibilita avaliar de forma precisa uso do N e os processos de transformação em sistema de manejo SD e PC, fornecendo subsídios valiosos para o aprimoramento das práticas de manejo e o desenvolvimento de sistemas agrícolas mais sustentáveis (Mariano et al., 2022; Otto et al., 2016; Recous; Mary, 1990).

Diante disso, levantou-se a hipótese de que o sistema de SD, por conservar a palhada e favorecer a estabilidade da MO, promoveria maior imobilização do N em frações orgânicas e microbianas, resultando em menores perdas em comparação ao PC. Por outro lado, esperava-se que o PC, devido ao revolvimento do solo e inversão de camadas, estimulasse uma rápida incorporação do N do fertilizante nas frações minerais, porém com maior suscetibilidade a

perdas por volatilização e lixiviação.

3. OBJETIVOS

3.1. Objetivo geral

Avaliar os efeitos de sistemas de manejo do solo (SD e PC) em experimento de campo de longa duração (38 anos) conduzido em Botucatu, SP, e de distintas formas de N mineral ($[(^{15}\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$ e K^{15}NO_3) sobre os reservatórios de N no solo, bem como determinar a recuperação do N proveniente do fertilizante utilizando técnicas baseadas em isótopos estáveis.

3.2. Objetivos específicos

- Avaliar o efeito dos sistemas de manejo e formas de N aplicadas na evolução temporal (42 dias) do pH do solo;
- Avaliar a contribuição (N_{dff}) e destino (recuperação) do $^{15}\text{NH}_4^+$ [$(^{15}\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$] e $^{15}\text{NO}_3^-$ (K^{15}NO_3) em reservatórios minerais, orgânico e total do N no solo, bem como a fração não recuperada (perda potencial por gás) ao longo do período experimental (42 dias).

4. MATERIAL E MÉTODOS

4.1. Caracterização da área de estudo e procedimentos de coleta de solo

A área de estudo está localizada no município de Botucatu, SP (22°49'50''S; 48°25'37''W; 750 m altitude). O clima da região é classificado como Aw segundo Köppen, caracterizado por clima megatérmico (estação fria ausente ou pouco perceptível), com inverno seco e chuvas concentradas no verão. Possui precipitação anual de 1450 mm, sendo os maiores valores entre novembro e abril, e a estação seca vai de maio a outubro, com média de temperatura de 17,2 °C e 26,5 °C, sendo julho o mês mais frio com temperatura média atual de 18,3 °C (Franco et al., 2023) O solo da área de estudos foi classificado como Nitossolo Vermelho distroférico argiloso (Embrapa, 2018).

A área de estudo consiste em um sistema de longa duração (38 anos) sob SD e PC, implementados na safra de 1985/1986. O experimento é conduzido em campo, em delineamento experimental de blocos casualizados, com quatro repetições. Cada unidade experimental é formada por 369 m². O histórico dos cultivos e operações realizadas no experimento está apresentado na Tabela 1.

Tabela 1 - Sistemas de manejo do solo e rotação de culturas utilizados desde 1985, destacando o manejo e as espécies cultivadas nas estações outono-inverno e primavera-verão de cada ano agrícola.

Ano agrícola	Sistema de manejo				Safrinha outono-inverno/primavera-verão
	Preparo Convencional		Sistema de semeadura direta		
	Outono	Primavera	Outono	Primavera	
1985/1986	Aração + gradagem	Aração + gradagem	Aração + gradagem	Sem preparo	Trigo/soja
1986/87 a	Aração + gradagem	Aração + gradagem	Sem preparo	Sem preparo	Trigo/soja
1994/95	Sem preparo	Sem preparo	Sem preparo	Sem preparo	Pousio/pousio
1995/96 a	Sem preparo	Sem preparo	Sem preparo	Sem preparo	Pousio/pousio
1998/99	Aração + gradagem	Aração + gradagem	Sem preparo	Sem preparo	Aveia preta/milho
1999/00	Aração + gradagem	Aração + gradagem	Sem preparo	Sem preparo	Aveia preta/milho
2000/01 e	Sem preparo	Sem preparo	Sem preparo	Sem preparo	Pousio/pousio
2001/02	Sem preparo	Sem preparo	Sem preparo	Sem preparo	Pousio/pousio
2002/03 e	Aração + gradagem	Aração + gradagem	Sem preparo	Sem preparo	Aveia preta/milheto-feijão
2003/04	Aração + gradagem	Aração + gradagem	Sem preparo	Sem preparo	Aveia preta/milheto-feijão
2004/05 e	Aração + gradagem	Aração + gradagem	Sem preparo	Sem preparo	Aveia preta/milho
2005/06	Aração + gradagem	Aração + gradagem	Sem preparo	Sem preparo	Aveia preta/milho
2006/07	Sem preparo	Sem preparo	Sem preparo	Sem preparo	Pousio/soja
2007/08	Aração + gradagem	Sem preparo	Sem preparo	Sem preparo	Aveia amarela/feijão
2008/09	Aração + gradagem	Sem preparo	Sem preparo	Sem preparo	Aveia amarela/feijão
2009/10 a	Aração + gradagem	Sem preparo	Sem preparo	Sem preparo	Aveia preta/milho+braquiária
2011/12	Aração + gradagem	Sem preparo	Sem preparo	Sem preparo	Aveia preta/milho+braquiária
2012/13	Sem preparo	Aração + gradagem	Sem preparo	Sem preparo	Braquiária/soja
2013/14	Sem preparo	Aração + gradagem	Sem preparo	Sem preparo	Trigo/soja
2014/15	Sem preparo	Aração + gradagem	Sem preparo	Sem preparo	Cártamo/soja
2015/16	Sem preparo	Aração + gradagem	Sem preparo	Sem preparo	Cártamo/milho
2016/17	Aração + gradagem	Sem preparo	Sem preparo	Sem preparo	Aveia preta/milho
2017/18	Aração + gradagem	Sem preparo	Sem preparo	Sem preparo	Aveia preta/milho
2018/19	Aração + gradagem	Sem preparo	Sem preparo	Sem preparo	Sorgo/soja
2019/20	Aração + gradagem	Sem preparo	Sem preparo	Sem preparo	Sorgo/soja
2020/21	Aração + gradagem	Sem preparo	Sem preparo	Sem preparo	Sorgo/soja
2021/22 a	Aração + gradagem	Sem preparo	Sem preparo	Sem preparo	Sorgo/soja
2024/25	Aração + gradagem	Sem preparo	Sem preparo	Sem preparo	Sorgo/soja

Foi realizada a análise química (Raij et al., 2001) e física (Embrapa, 2017) do solo proveniente dos dois sistemas de manejo avaliados (SD e PC), em junho de 2025. Para isso, sub amostras de solo foram coletadas em cinco pontos aleatórios de cada parcela, na profundidade de 0-10 cm, com auxílio de um trado tipo “caneco”, homogeneizadas e totalizando 1 amostra

composta para cada parcela, em novembro de 2024. (Figura 1). As características granulométricas e químicas do solo da área anterior ao experimento, na profundidade 0-10 cm, estão descritas na Tabela 2.

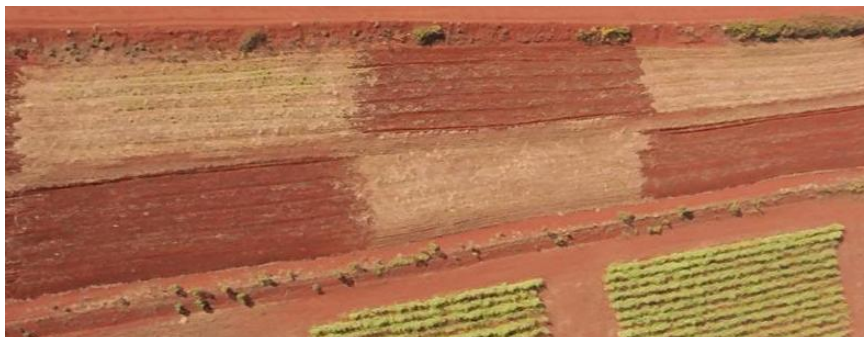


Figura 1 - Foto aérea apresentando a disposição das parcelas em experimento em condições de campo iniciado em 1985 em Botucatu, SP. Parcelas com solo exposto representam aquelas sob preparo convencional, enquanto parcelas com palhada representam repetições do tratamento semeadura direta.

Tabela 2 - Caracterização granulométrica e química do solo das áreas experimentais (0-10 cm).

Variáveis	Manejo	
	PC	SD
Areia total (g kg ⁻¹)	203 ± 5,77	220 ± 20,00
Silte (g kg ⁻¹)	211 ± 15,59	207 ± 75,62
Argila (g kg ⁻¹)	586 ± 19,14	573 ± 89,77
pH (CaCl ₂)	4,67 ± 0,15	4,67 ± 0,15
MO (g kg ⁻¹)	31,00 ± 1,0	41,67 ± 5,51
P (resina; mg kg ⁻¹)	55,33 ± 11,93	92,00 ± 20,42
K (resina; mmol _c kg ⁻¹)	7,40 ± 0,34	8,10 ± 2,79
Ca ⁺² (mmol _c kg ⁻¹)	39,67 ± 4,16	43,33 ± 12,70
Mg ⁺² (mmol _c kg ⁻¹)	19,67 ± 2,51	23,67 ± 4,62
H+Al (mmol _c kg ⁻¹)	30,00 ± 4,58	33,00 ± 1,73
Al ⁺³ (mmol _c kg ⁻¹)	1,00 ± 0,00	0,67 ± 0,58
Soma bases (mmol _c kg ⁻¹)	66,67 ± 6,80	75,00 ± 19,92
CTC (mmol _c kg ⁻¹)	96,67 ± 3,51	108,00 ± 18,19
Sat. Bases (V%)	69,00 ± 5,00	68,67 ± 6,35
Sat. Al (m%)	1,33 ± 0,57	1,33 ± 1,15
CRMA (g g ⁻¹)	0,52 ± 0,02	0,52 ± 0,02

Legenda: Preparo Convencional (PC); Semeadura Direta (SD); Matéria Orgânica (MO); Fósforo (P); Potássio (K); Cálcio (Ca⁺²); Magnésio (Mg⁺²); Acidez potencial (H+Al); Alumínio (Al⁺³); Capacidade de troca catiônica (CTC).

4.2. Delineamento Experimental

O experimento foi conduzido em delineamento de blocos casualizados, em esquema fatorial $2 \times 3 \times 7$, com três repetições. Foram testados dois sistemas de manejo do solo (SD e PC), três fontes de N (Sem N, N-NH₄⁺ e N-NO₃⁻) e em sete avaliações ao longo do período experimental (0; 2; 6; 12; 20; 30 e 42 dias após a aplicação dos fertilizantes nitrogenados) (Figura 2).

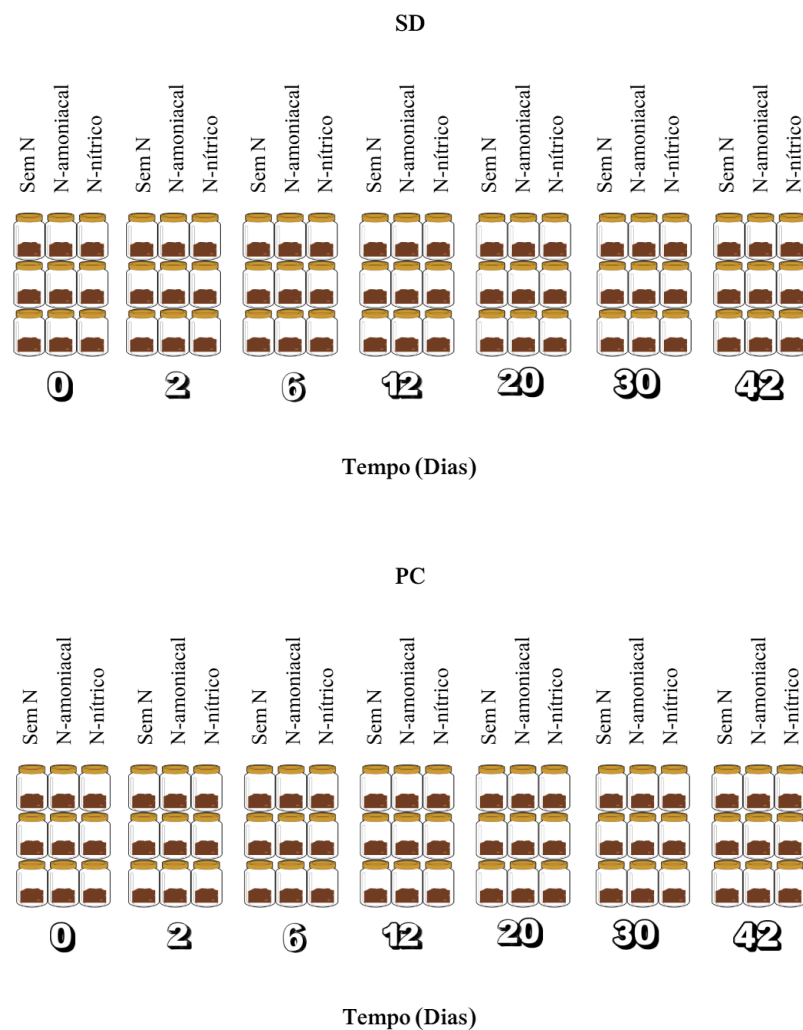


Figura 2 – Representação esquemática dos tratamentos envolvidos no experimento, totalizando 18 amostras para cada período amostrado, sendo 9 frascos contendo solo das parcelas respectivas de Semeadura Direta (SD) e outros 9 frascos contendo solo das parcelas de Preparo Convencional (PC).

4.3. Coleta do solo e incubação

As amostras de solo foram secas ao ar livre, moídas em moinho de martelos e peneiradas. Com auxílio de uma balança semianalítica, pesou-se 50 g de solo seco para cada frasco de vidro tipo “*Snap-Cap*” (Figura 3), que foram devidamente vedados com tampas que possuíam furos, permitindo trocas gasosas, conforme descrito por Mariano et al. (2022). Em seguida, os frascos foram incubados em câmara do tipo BOD (*Biological Oxygen Demand*) à 25 °C, durante nove dias consecutivos, para estabilização da atividade microbiana. A capacidade máxima de retenção de água (CMRA) foi determinada conforme Mariano et al. (2016). A umidade do solo foi monitorada diariamente, sendo realizada a reposição da água sempre que identificado qualquer decréscimo abaixo do limite de 60% da CMRA, buscando-se manter as condições ideais de umidade para os processos microbiológicos e físico-químicos.

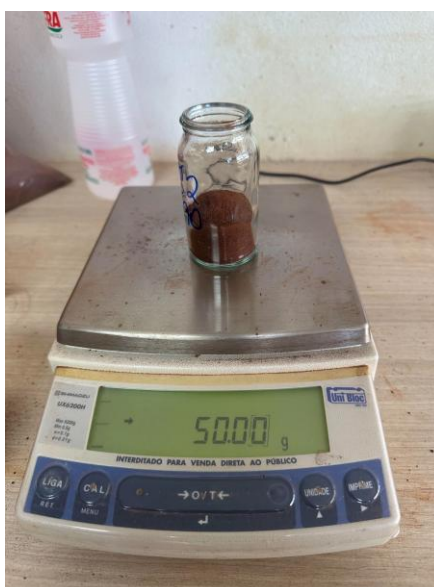


Figura 3 – Pesagem de solo em frasco de vidro do tipo “*Snap-Cap*”.

4.4. Aplicação de fontes nitrogenadas enriquecidas com ^{15}N

Seguindo a metodologia modificada de Mariano et al. (2022), foi aplicado 1,14 mL de solução de $(^{15}\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ e K^{15}NO_3 com abundância isotópica de 3,36% e 3,34% de átomos de ^{15}N , respectivamente. A concentração de N em cada solução foi de $6579 \mu\text{g mL}^{-1}$. A aplicação foi realizada por meio de micropipeta, liberando-se microgotas sobre a superfície do solo. Após a aplicação do N, adicionou-se água deionizada para ajuste da umidade (60% da CMRA). No tratamento controle, aplicou-se apenas água deionizada em substituição ao N. As parcelas foram então realocadas na BOD e mantidas por até 42 dias sob incubação, nas condições supracitadas, com monitoramento diário da umidade do solo.



Figura 4 – Soluções de sulfato de amônio [$(^{15}\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$] (a) e nitrato de potássio (K^{15}NO_3) (b) aplicadas nas unidades experimentais.

4.5. Processamento e amostragem do solo longo do período experimental

A extração das formas de N do solo, para avaliar a alocação em diferentes reservatórios, foi conduzida em sete épocas, como descrito previamente. Em cada período de avaliação, foram analisadas 18 parcelas experimentais, distribuídas igualmente entre os três tratamentos de fertilização (controle, N-NH_4^+ e N-NO_3^-) e manejo (SD e PC), totalizando três repetições por tratamento. Assim, o solo de cada parcela foi inicialmente homogeneizado por meio de uma espátula de aço, para garantia da uniformidade do N aplicado na massa de solo. A seguir, retirou-se subamostras de solo para análise da concentração de N e abundância isotópica nas frações minerais do N (N-NH_4^+ e N-NO_3^-) e o reservatório do NT. A fração do NOT foi obtida pela subtração do NM da fração do NT. Na subamostra destinada ao NT, o solo foi seco em estufa à 40 °C até massa constante. Retirou-se ainda uma fração de solo para estimativa da umidade, que foi seca em estufa à 105 °C (Silva et al., 2007).

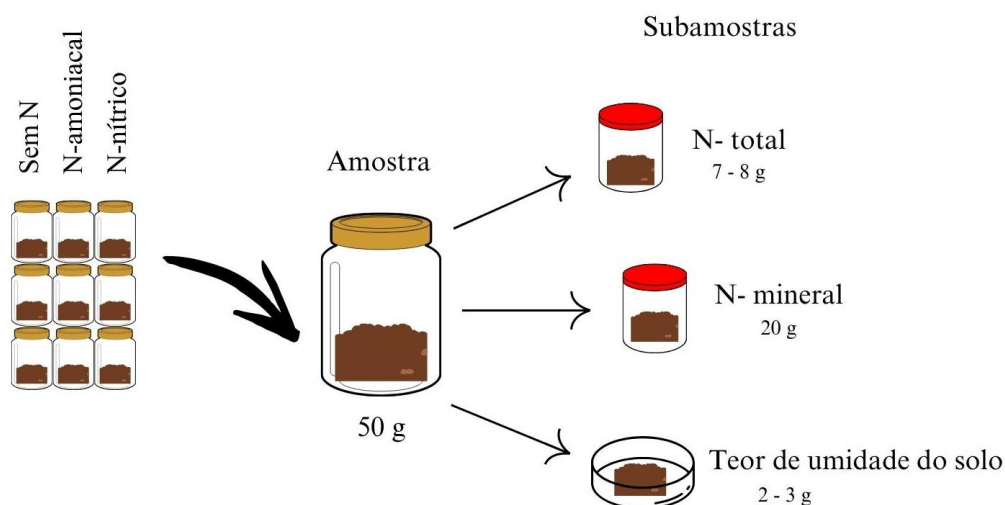


Figura 5 - Representação esquemática do processo de subamostragem de solo para avaliação para análise da concentração de N e abundância isotópica nas frações minerais do N (N-NH_4^+ e N-NO_3^-) e o reservatório do NT. A subamostragem foi realizada nos 126 frascos totais (divididos em PC e SD). Legenda: 7 – 8 g de solo separado para determinação do teor de nitrogênio total (N-total); 20 g de solo separado para determinação do teor de nitrogênio mineral (N-mineral) e 2 - 3 g de solo separado para determinação do teor de umidade do solo.

4.5.1. Determinação da concentração e abundância isotópica do nitrogênio total

As amostras de solo seco destinadas à análise de NT foram moídas em moinho de bolas até atingirem granulometria inferior à 0,150 mm. Em seguida, subamostras foram encapsuladas em cápsulas de estanho (Sn) e analisadas em um analisador elementar de C e N (Flash 2000, ThermoFisher Scientific Corp.) acoplado a um espectrômetro de massas de razão isotópica (EA-IRMS; Delta V Advantage, ThermoFisher Scientific Corp.), para determinação simultânea da concentração e abundância isotópica de ^{15}N do NT. Também foi determinado o pH do solo em CaCl_2 0,01 M (1:2,5; solo:solução), como descrito em Raij et al. (2001).

4.6. Extração e determinação das formas de nitrogênio mineral

A extração das formas minerais de N foi realizada utilizando o método de extração com solução de K_2SO_4 0,5 M, na razão de 1:2,5 (solo:solução) (Silva et al., 2007). O solo e a solução foram agitados em mesa agitadora por 30 min à 220 RPM. Após esse período, o sobrenadante foi cuidadosamente transferido para funil plástico contendo filtro de papel nº 42 (faixa lenta) previamente lavados com a mesma solução extratora, para remoção de possíveis contaminantes contendo N. Os extratos obtidos foram armazenados em frascos plásticos com tampa e mantidos em freezer a -20°C até o processamento. A determinação do teor de NH_4^+ e NO_3^- foi realizada através do método de Kjeldahl, adaptado para análises isotópicas. Para isso, alíquotas (25-35

mL) dos extratos, em temperatura ambiente, foram pipetadas em balão de destilação seguida da adição de 0,2 g de óxido de magnésio (MgO), responsável por alcalinizar o meio e promover a liberação de NH_3 proveniente do íon NH_4^+ . O vapor de NH_3 liberado foi capturado em 30 mL de solução de ácido bórico (H_3BO_3) a 2%, formando o complexo borato de amônio ($\text{NH}_4\text{H}_2\text{BO}_3$) (Bremner; Keeney, 1965).

Após a coleta da fração amoniacal, foi adicionada ao mesmo balão cerca de 0,6 g de Liga de Devarda, cuja função é reduzir os íons NO_3^- a NH_3 , permitindo a quantificação sequencial da fração nítrica na mesma amostra. Essa sequência segue os protocolos originais descritos por Bremner e Keeney (1965), amplamente utilizados para separação e recuperação das formas minerais de N. Assim, foi demonstrando elevada taxa de recuperação e mínima interferência isotópica durante o processo de concentração de NH_4^+ e NO_3^- para quantificação de $\delta^{15}\text{N}$.

A titulação do conteúdo amoniacal retido em H_3BO_3 foi realizada utilizando ácido sulfúrico (H_2SO_4) com duas normalidades distintas, conforme a fonte nitrogenada aplicada no experimento. Para amostras provenientes de tratamentos com nitrato, utilizou-se H_2SO_4 0,025 M, enquanto para amostras com fonte amoniacal foi aplicada titulação com H_2SO_4 0,05 M. Essa diferenciação garantiu maior sensibilidade na detecção e maior confiabilidade na estequiometria da reação ácido-base envolvida. Ao final da titulação, foram adicionadas gotas do mesmo ácido utilizado como titulante para ligeira acidificação da solução, prevenindo perdas por volatilização de gás de NH_3 durante a etapa subsequente de secagem. As amostras tituladas foram então levadas à estufa a 60 °C até evaporar toda a fração líquida, restando apenas o resíduo sólido do sal $\text{NH}_4\text{H}_2\text{BO}_3$. Esse sal, contendo as formas reduzidas de NH_4^+ e NO_3^- , foi cuidadosamente raspado dos frascos e transferido para cápsulas de estanho (Sn), as quais foram devidamente fechadas, identificadas e armazenadas até o momento da análise.

O material encapsulado foi então submetido à análise em EA-IRMS visando determinar a abundância de átomos de ^{15}N nas frações minerais extraídas de solo. Essa análise é essencial para quantificar com exatidão a recuperação do N derivado da fonte fertilizante (Ndff), a partir da porcentagem de átomos de ^{15}N na amostra.

4.7. Cálculo das frações de nitrogênio

As análises realizadas por espectrometria de massas de razão isotópica (IRMS) têm como finalidade quantificar o N-total presente no solo, bem como a proporção desse N que foi efetivamente derivada do fertilizante aplicado (Ndff, Nitrogen derived from fertilizer). A partir da separação entre N-total e N-mineral (composto por íons NH_4^+ e NO_3^-), é possível calcular

frações adicionais de interesse agrônomo e ecológico, como o NOT, que representa uma reserva potencialmente mobilizável de N no sistema solo.

O uso do isótopo estável ^{15}N permite rastrear com precisão o destino do N aplicado como fertilizante, mesmo quando ele se encontra espalhado ou redistribuído entre diferentes compartimentos do solo. Essa abordagem é essencial para distinguir o N proveniente do adubo daquele naturalmente presente no solo, e possibilita inferências sobre processos como imobilização e incorporação do N às formas orgânicas e microbianas (Buresh et al., 1982).

4.7.1. Cálculo do Nitrogênio Orgânico Total (NOT)

A fração de NOT foi determinada pela diferença entre o N-total e o N-mineral (amônio + nitrato), conforme a equação:

$$\text{NOT} = \text{N}_{\text{total}} - \text{N}_{\text{mineral}}$$

Essa fração representa o N que está presente no compartimento de matéria orgânica solúvel (Raij et al., 2001).

4.7.2. Determinação do Ndff (%)

A proporção de N derivado da fonte fertilizante (Ndff) em cada fração foi calculada a partir do excesso de ^{15}N na amostra em relação ao conteúdo natural do solo e à abundância isotópica da fonte aplicada, conforme equação:

$$\text{Ndff}(\%) = \frac{^{15}\text{N}_{\text{amostra}} - ^{15}\text{N}_{\text{natural}}}{^{15}\text{N}_{\text{fonte}} - ^{15}\text{N}_{\text{natural}}} \times 100$$

Onde:

$^{15}\text{N}_{\text{amostra}}$ = enriquecimento da fração após a aplicação do fertilizante.

$^{15}\text{N}_{\text{natural}}$ = abundância do tratamento controle.

$^{15}\text{N}_{\text{fonte}}$ = abundância do fertilizante aplicado.

Essa fórmula permite estimar, por exemplo, quanto do N-total, do N-mineral ou do NOT é de fato proveniente da fonte do fertilizante enriquecido com ^{15}N , o que é sendo importante para avaliar a eficiência do uso do fertilizante e o potencial de retenção do sistema solo (Farquhar et al., 1989; Buresh et al., 1982).

4.7.3. Quantificação absoluta do Ndff

Além da porcentagem, a quantidade absoluta de Ndff (mg kg⁻¹) foi obtida aplicando a fórmula:

$$Ndff = N_{fração} \times \frac{Ndff(\%)}{100}$$

Essa quantificação foi aplicada a cada uma das frações (N-total, N-mineral e NOT), permitindo comparar os dois sistemas de manejo (semeadura direta e preparo convencional) quanto à capacidade de retenção e transformação do N aplicado.

4.7.4. Recuperação de N e N não recuperado

Com base nas quantificações de N derivado da fonte fertilizante (Ndff) nas diferentes frações analisadas ao longo do tempo (N-mineral, N-total, NOT), foi possível estimar a recuperação total do N aplicado. A recuperação de N (mg ou %) representa a fração do N enriquecido com ¹⁵N que foi efetivamente recuperada no sistema solo, sendo calculada pela soma do Ndff quantificado em todas as frações avaliadas:

$$Recuperação\ de\ N\ (\%) = \left(\frac{\sum Ndff\ nas\ frações}{Dose\ de\ N\ aplicado} \right) \times 100$$

O valor de N não recuperado foi estimado pela diferença entre o total de N aplicado e o somatório do N recuperado nas frações mensuradas:

$$N\ não\ recuperado\ (\%) = 100 - Recuperação\ de\ N\ (\%)$$

Essa fração não recuperada pode estar associada a perdas por volatilização.

4.7.5. Análise estatística

As análises estatísticas foram realizadas utilizando a linguagem de programação R no ambiente do software RStudio (versão 4.1.3). Foi realizada análise de variância (ANOVA), considerando delineamento em blocos casualizados em esquema fatorial triplo com três variáveis fixas. Os resultados foram validados com base no valor de p, sendo a hipótese nula

(H0) aceita quando $p > 0,05$. Adotou-se um intervalo de confiança de 95%. A independência dos grupos, a normalidade dos resíduos e a homocedasticidade foram avaliadas antes da realização dos testes estatísticos. As variáveis fixas dos dados de N-Total (mg kg^{-1}), N-mineral (NH_4^+ , NO_3^-) (mg kg^{-1}), NOT (mg kg^{-1}), pH do solo foram: manejo (SD e PC), fontes (nitrato de potássio, sulfato de amônio e controle – sem fertilizante) e tempos (0, 2, 6, 12, 20, 30, 42 dias após fertilização). Os dados de N recuperado (%), N não recuperado (%) e N derivado da fonte fertilizante (Ndff) (%) para todas as frações anteriores foram manejo (SD e PC), fontes (amônio e nitrato) e tempos (0, 2, 6, 12, 20, 30, 42 dias após fertilização). O teste de média utilizado foi Duncan.

5. RESULTADOS

5.1. pH do Solo

O pH foi influenciado por fatores isolados: fonte, manejo e tempo. Observou-se que a aplicação de $(^{15}\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ acidifica o solo, em comparação com a aplicação de K^{15}NO_3 e a ausência de fertilização (Figura 6-A). O preparo convencional possui valor de pH médio (4,73) mais ácido que a semeadura direta (4,82) (Figura 6-B). Por fim, o pH do solo sofre acidificação com o tempo de incubação, inicialmente com valores médios de 4,85, e 4,67 no 42º dia de incubação (Figura 6-C).

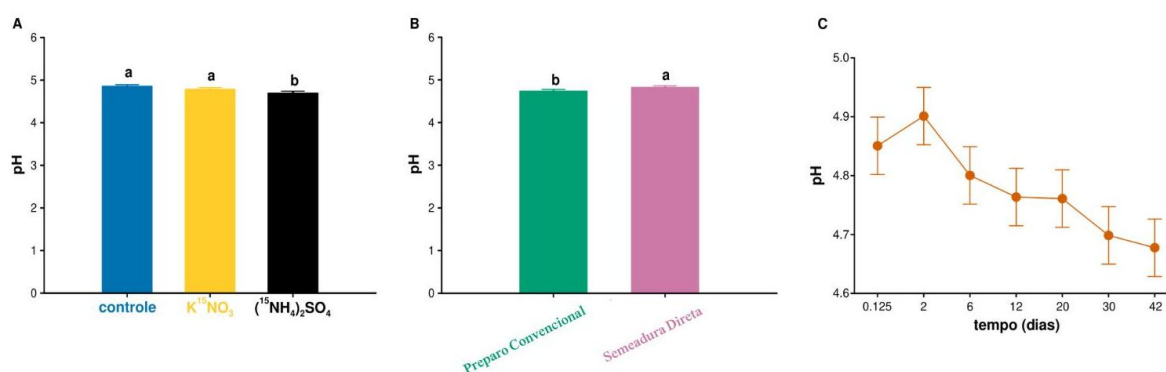


Figura 6 - Valores médios de pH, influenciados por fatores isolados: A) fontes de N, B) manejo e C) tempo de incubação. Apresentar o teste de média utilizado, semelhante ao que foi feito na Tabela 4. Legenda: tratamento sem N (controle); tratamento de sulfato de amônio [$(^{15}\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$]; tratamento de nitrato de potássio (K^{15}NO_3).

5.2. Dinâmica do ^{15}N nos Reservatórios de Nitrogênio do Solo

Após o período de incubação de 42 dias, os reservatórios de N do solo (fração total, nítrica, amoniacal, mineral e orgânica total), foram influenciados por interações entre manejo,

fontes de N e o tempo. Para o reservatório de N-total no solo, o PC apresentou Ndff 21% superior ao SD para ambas as fontes de N aplicadas (Figura 7 e Tabela 3).

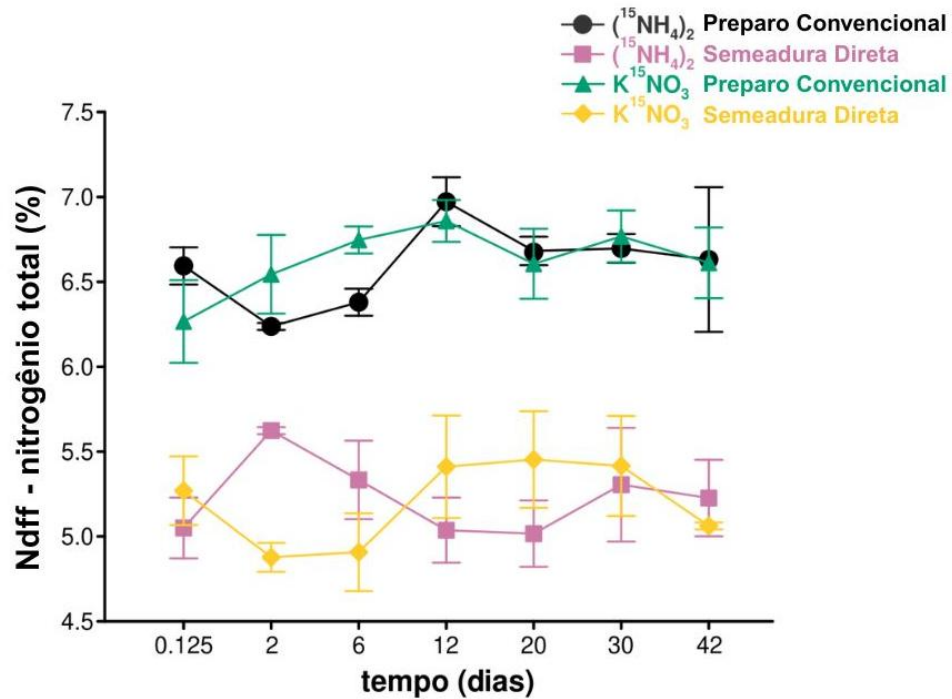


Figura 7 - Nitrogênio derivado da fonte fertilizante (Ndff) do reservatório de N total, influenciado por sistemas de manejo agrícola (semeadura direta e preparo convencional), fontes de N (K^{15}NO_3 e $(^{15}\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$) e tempos de incubação (0, 2, 6, 12, 20, 30 e 42 dias após aplicação do fertilizante enriquecido em ^{15}N). Legenda: Nitrogênio derivado da fonte fertilizante (Ndff) para o reservatório de nitrogênio total (N-total); tratamento sem N (controle); tratamento de sulfato de amônio ($(^{15}\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$); tratamento de nitrato de potássio (K^{15}NO_3).

Tabela 3 – Nitrogênio derivado da fonte fertilizante (Ndff) do reservatório de N total (%), influenciado por sistemas de manejo agrícola (semeadura direta e preparo convencional), fontes de N ($K^{15}NO_3$ e $(^{15}NH_4)_2SO_4$) e tempos de incubação (0, 2, 6, 12, 20, 30 e 42 dias após aplicação do fertilizante enriquecido em ^{15}N .

Tempo	Fonte de N			
	KNO_3		$(NH_4)_2SO_4$	
	Manejo			
	PC	SD	PC	SD
0	6,26a	5,26b	6,59a	5,05b
2	6,54a	4,87b	6,24a	5,62b
6	6,74a	4,90b	6,38a	5,33b
12	6,85a	5,41b	6,97a	5,03b
20	6,61a	5,45b	6,68a	5,01b
30	6,76a	5,41b	6,69a	5,30b
42	6,61a	5,06b	6,63a	5,22b

Letras minúsculas comparam os sistemas de plantio dentro de cada nível de fonte x tempo. Letras diferentes, diferem significativamente à 5% de probabilidade pelo teste de Duncan. Legenda: tratamento de sulfato de amônio [$(^{15}NH_4)_2SO_4$]; tratamento de nitrato de potássio ($K^{15}NO_3$); plantio convencional (PC); semeadura direta (SD).

Na fração amoniacal do solo, independente do manejo, a fonte amoniacal aplicada ($(^{15}NH_4)_2SO_4$), apresentou valores superiores de recuperação de ^{15}N , em comparação com a fonte nítrica ($K^{15}NO_3$). O resultado inverso foi observado para a fração nítrica do solo, ou seja, a recuperação de ^{15}N nos reservatórios nítrico e amoniacal, é dependente da fonte aplicada (Figura 8 e Tabela 4).

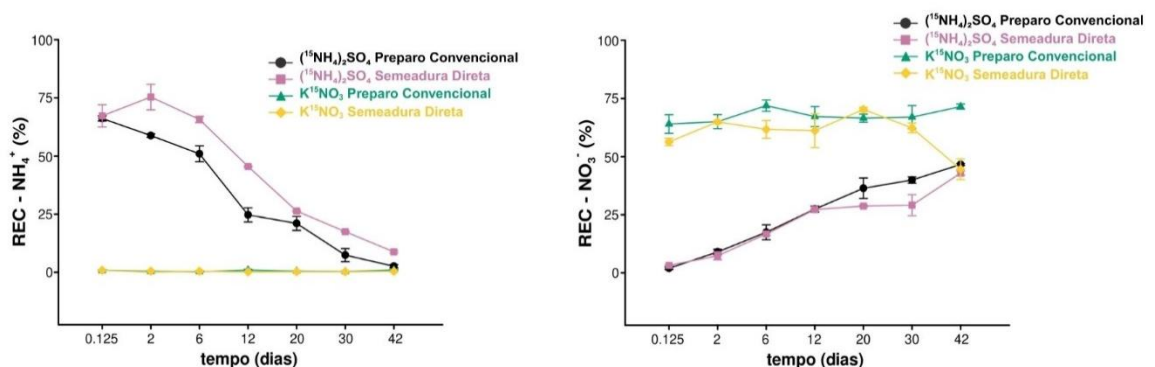


Figura 8 - Recuperação de ^{15}N do reservatório de $N-NH_4^+$ e $N-NO_3^-$, influenciado por sistemas de manejo agrícola (semeadura direta e preparo convencional), fontes de N ($K^{15}NO_3$ e $(^{15}NH_4)_2SO_4$) e tempos de incubação (0, 2, 6, 12, 20, 30 e 42 dias após aplicação do fertilizante enriquecido com ^{15}N . Legenda: tratamento de sulfato de amônio [$(^{15}NH_4)_2SO_4$]; tratamento de nitrato de potássio ($K^{15}NO_3$); plantio convencional (PC); semeadura direta (SD).

Tabela 4 - Recuperação de ^{15}N do reservatório de N-NH_4^+ e N-NO_3^- , influenciado por sistemas de manejo agrícola (plantio direto e convencional), fontes de N (K^{15}NO_3 e $(^{15}\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$) e tempos de incubação (0, 2, 6, 12, 20, 30 e 42 dias após aplicação do fertilizante enriquecido em ^{15}N).

Tempo	REC – NH_4^+				REC – NO_3^-			
	KNO_3		$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$		KNO_3		$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	
	PC	SD	PC	SD	PC	SD	PC	SD
0	0,87aB	0,81aβ	63,13aA	67,27aα	63,99aA	56,30aα	1,95aB	3,21aβ
2	0,43aB	0,09aβ	58,79aA	75,36ba	65,02aA	64,92aα	8,99aB	7,34aβ
6	0,26aB	0,43aβ	50,96aA	65,71ba	71,91aA	61,70ba	17,44aB	16,69aβ
12	0,93aB	0,16aβ	24,67aA	45,51ba	67,21aA	61,17aα	27,42aB	27,25aβ
20	0,51aB	0,26aβ	21,00aA	23,32ba	66,54aA	70,29aα	36,41aB	28,72aβ
30	0,34aB	0,23aβ	7,37aA	17,46ba	65,95aA	62,32aα	39,97aB	29,11bβ
42	0,95aA	0,43aβ	2,58aA	8,78ba	71,49aA	44,59ba	46,63aB	42,95aα

Letras minúsculas comparam os sistemas de plantio dentro de cada nível de fonte x tempo; letras maiúsculas comparam as fontes de N dentro do plantio convencional (PC) x tempo; as legtras gregas comparam as fontes de N dentro de semeadura direta (SD) x tempo. Letras diferentes, diferem significativamente à 5% de probabilidade pelo teste de Duncan. Legenda: teor de n recuperado do reservatório N-NH_4^+ (REC – NH_4^+); teor de n recuperado do reservatório NO_3^- (REC – NO_3^-); tratamento de sulfato de amônio [$(^{15}\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$]; tratamento de nitrato de potássio (K^{15}NO_3); plantio convencional (PC); semeadura direta (SD).

Para as frações mineral e orgânico total, há comportamento variável entre fontes e manejos no tempo. As diferenças do nitrogênio derivado da fonte fertilizante (Ndff) da fração mineral entre os manejos são observadas nos últimos períodos de incubação (30 e 42), com valores 13% superiores para o preparo convencional, em relação à semeadura direta (Figura 9 e Tabela 5). Evidenciando o preparo convencional, há diferenças entre as fontes aplicadas nos últimos períodos de incubação (12 – 42 dias após aplicação), com valores de recuperação de ^{15}N , 24% maiores para a fonte K^{15}NO_3 , o inverso é observado para a semeadura direta, com diferenças de 21% na recuperação nos primeiros dias de aplicação (0 - 12 dias após aplicação) para a fonte $(^{15}\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$. Dessa forma, observou-se que a recuperação de ^{15}N para [$(^{15}\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$], independente do manejo, diminui com o aumento do período de incubação (Figura 9 e Tabela 5).

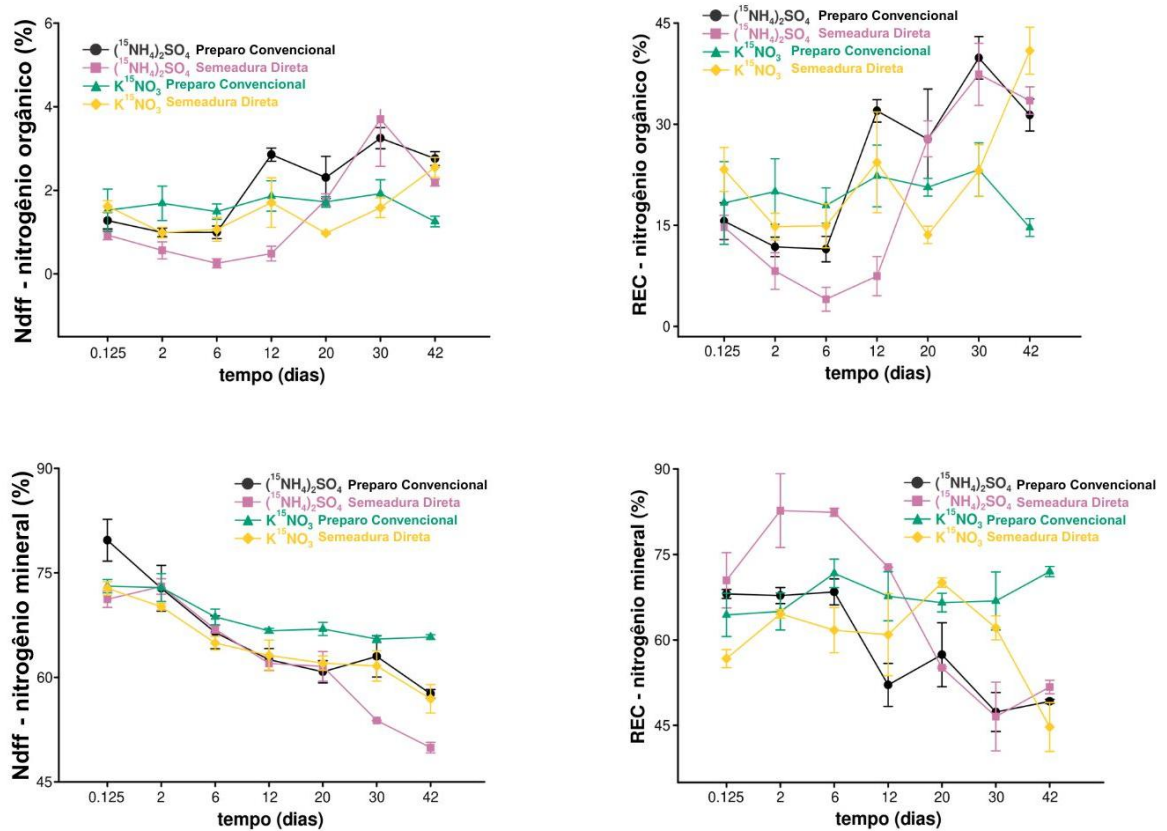


Figura 9 - Nitrogênio derivado da fonte fertilizante (Ndff) e recuperação de ¹⁵N do reservatório de N-mineral e N-orgânico, influenciado por sistemas de manejo agrícola (semeadura direta e preparo convencional), fontes de N (K¹⁵NO₃ e (¹⁵NH₄)₂SO₄) e tempos de incubação (0, 2, 6, 12, 20, 30 e 42 dias após aplicação do fertilizante enriquecido com ¹⁵N. Legenda: teor de nitrogênio recuperado (Rec); nitrogênio derivado da fonte fertilizante (Ndff) tratamento de sulfato de amônio [(¹⁵NH₄)₂SO₄]; tratamento de nitrato de potássio (K¹⁵NO₃); plantio convencional (PC); semeadura direta (SD).

Tabela 5 - Nitrogênio derivado da fonte fertilizante (Ndff) e recuperação de ^{15}N do reservatório de N-mineral, influenciado por sistemas de manejo agrícola (semeadura direta e preparo convencional), fontes de N (K^{15}NO_3 e $(^{15}\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$) e tempos de incubação (0, 2, 6, 12, 20, 30 e 42 dias após aplicação do fertilizante enriquecido com ^{15}N).

Tempo	REC – NH_4^+				REC – NO_3^-			
	KNO_3		$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$		KNO_3		$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	
	PC	SD	PC	SD	PC	SD	PC	SD
0	64,40aA	56,72aβ	68,08aA	70,47aα	73,10aB	72,78aα	79,69aA	73,05bα
2	61,01aA	64,59aβ	67,79bA	82,70aα	72,90aA	70,15aα	72,80aA	71,22aα
6	71,69aA	61,72bβ	68,44bA	82,41aα	68,69aA	64,90aα	66,47aA	66,90aα
12	67,67aA	60,94aβ	52,10bB	72,78aα	66,96aA	63,15aα	62,54aA	62,00aα
20	66,56aA	70,08aα	57,41aB	55,13aβ	66,69aA	62,04bα	60,8aB	61,57aα
30	66,84aA	62,13aα	47,35aB	46,58aβ	65,50aA	61,64aα	63,01aA	53,82bβ
42	72,00aA	44,71bα	49,21aB	51,73aα	65,79aA	56,92bα	57,63aB	49,91bβ

Letras minúsculas comparam os sistemas de plantio dentro de cada nível de fonte x tempo; letras maiúsculas comparam as fontes de N dentro do plantio convencional (PC) x tempo; as legtras gregas comparam as fontes de N dentro de semeadura direta (SD) x tempo. Letras diferentes, diferem significativamente à 5% de probabilidade pelo teste de Duncan. Legenda: teor de n recuperado ((REC%)); teor de nitrogênio derivado da fonte fertilizante; tratamento de sulfato de amônio [$(^{15}\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$]; tratamento de nitrato de potássio (K^{15}NO_3); plantio convencional (PC); semeadura direta (SD).

Para o ^{15}N não recuperado, não foram observadas diferenças entre manejos, independente da fonte aplicada. Entretanto, para o preparo convencional, a fonte ($(^{15}\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$) apresentou valores 38% superiores à fonte K^{15}NO_3 , ou seja, perdas maiores foram observadas na fonte amoniacal (Figura 10 e Tabela 6).

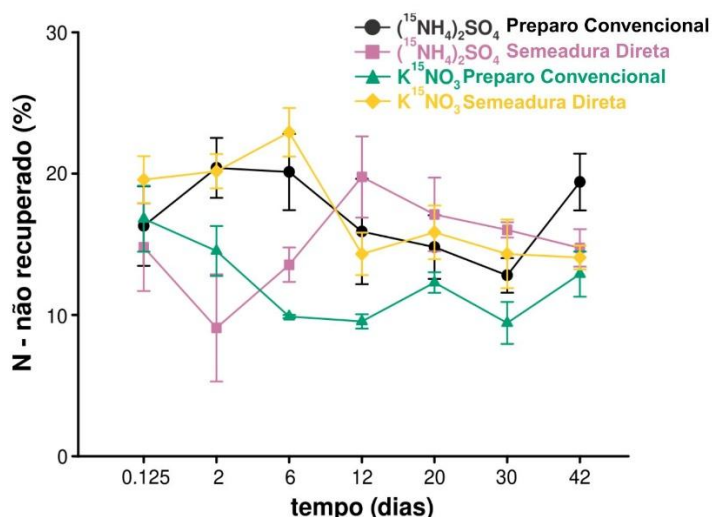


Figura 10 - N não recuperado (%) influenciado por sistemas de manejo agrícola (semeadura direta e preparo convencional), fontes de N (K^{15}NO_3 e $(^{15}\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$) e tempos de incubação (0, 2, 6, 12, 20, 30 e 42 dias após aplicação do fertilizante enriquecido em ^{15}N). Legenda: tratamento de sulfato de amônio [$(^{15}\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$]; tratamento de nitrato de potássio (K^{15}NO_3).

Tabela 6 - N não recuperado (%) influenciado por sistemas de manejo agrícola (semeadura direta e preparo convencional), fontes de N ($K^{15}NO_3$ e $(^{15}NH_4)_2SO_4$) e tempos de incubação (0, 2, 6, 12, 20, 30 e 42 dias após aplicação do fertilizante enriquecido em ^{15}N).

Tempo	Fonte de N			
	KNO_3		$(NH_4)_2SO_4$	
	Manejo			
	PC	SD	PC	SD
0	16,81aA	19,59aα	16,3aA	14,79aα
2	14,53aB	20,18aα	20,41aA	9,08aβ
6	9,88aB	22,93aα	20,12aA	13,56aβ
12	9,54aB	14,32aα	15,91aA	19,77aα
20	12,29aA	15,85aα	14,80aA	17,12aα
30	9,43aA	14,33aα	12,80aA	16,02aα
42	12,89aB	14,07aα	19,41aA	14,75aα

Letras minúsculas comparam os sistemas de plantio dentro de cada nível de fonte x tempo; letras maiúsculas comparam as fontes de N dentro do plantio convencional (PC) x tempo; as legtras gregas comparam as fontes de N dentro de semeadura direta (SD) x tempo. Letras diferentes, diferem significativamente à 5% de probabilidade pelo teste de Duncan. Legenda: teor de nitrogênio derivado da fonte fertilizante; tratamento de sulfato de amônio [$(^{15}NH_4)_2SO_4$]; tratamento de nitrato de potássio ($K^{15}NO_3$); plantio convencional (PC); semeadura direta (SD).

A fração total e orgânica total do solo não foram influenciadas por interações entre tempo, manejo e fonte de N (Figura 12). O N-total e N-orgânico total foram influenciados por fatores isolados: fontes de N e manejo. A aplicação de N no solo, independente da fonte, aumenta a concentração de N total e orgânico total, em comparação com o tratamento controle. A SD possui concentração de N-total e orgânico total 21% superior ao PC (Figura 13).

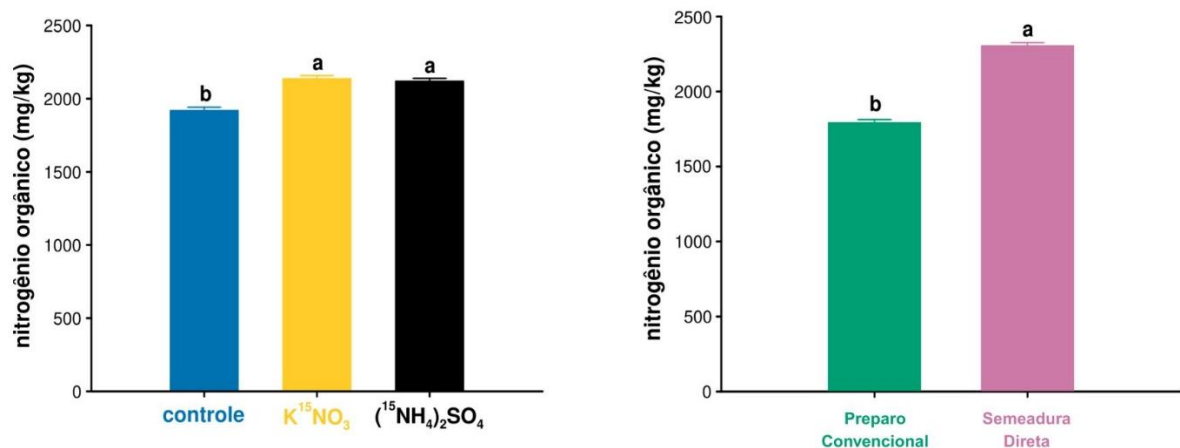


Figura 11 - Maiores concentrações de Nitrogênio Orgânico Total (NOT) na Semeadura Direta. Legenda: tratamento de sulfato de amônio ($(^{15}NH_4)_2SO_4$); tratamento de nitrato de potássio ($K^{15}NO_3$); tratamento sem N (controle).

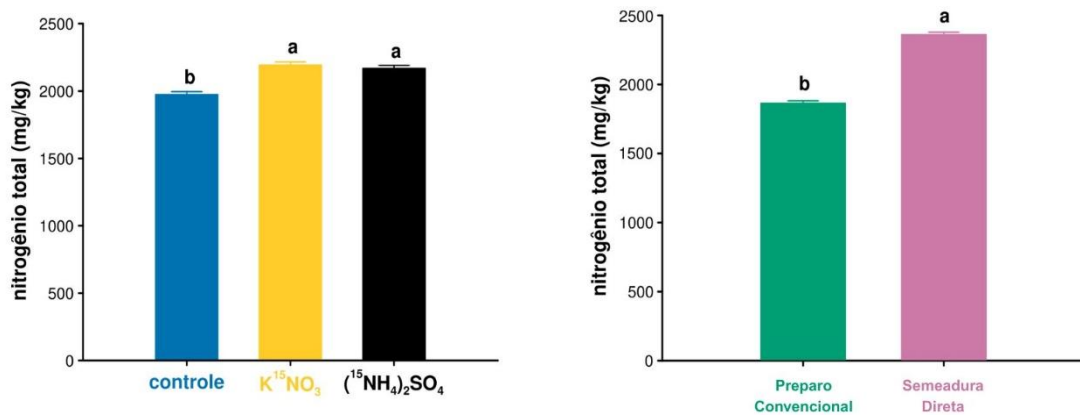


Figura 12 - Concentração de N-total ($mg\ kg^{-1}$) no solo, influenciado por fatores isolados: A) manejo (preparo convencional e semeadura direta) e B) fontes de N. Legenda: tratamento de sulfato de amônio ($(^{15}NH_4)_2SO_4$); tratamento de nitrato de potássio ($K^{15}NO_3$); tratamento sem N (controle).

As concentrações de NO_3^- e NH_4^+ no solo foram influenciadas pela interação entre manejo, fonte e tempo. A concentração é altamente dependente da fonte aplicada, em geral, a concentração de NH_4^+ é superior com a aplicação da fonte $(^{15}NH_4)_2SO_4$ (Tabela 7) e a de NO_3^- na aplicação de $K^{15}NO_3$ (Tabela 8) e dentro da fonte amoniacal, o teor de NH_4^+ é superior na semeadura direta.

A concentração de N mineral foi influenciada pela interação entre tempo, manejo e fontes. Evidenciando o PC, a fonte $K^{15}NO_3$ apresentou diferenças das demais aplicadas após o 12º dia de incubação, diferentemente do PC, que apresenta concentração de N mineral superior na fonte $(^{15}NH_4)_2SO_4$ nos primeiros 12 dias de incubação (Tabela 9).

Tabela 7 - Concentração de amônio (mg kg^{-1}) no solo, após aplicação de fontes de N, em diferentes manejos (preparo convencional e semeadura direta) e tempos de incubação (0, 2, 6, 12, 20, 30 e 42 dias após aplicação das fontes).

Tempo	Fonte de N					
	KNO_3		$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$		Controle	
	Manejo					
	PC	SD	PC	SD	PC	SD
0	65,30aB	3,86a β	112,85aA	116,45a α	3,58aB	3,65a β
2	32,26aB	0,38a β	100,02bA	128,32a α	0,38aB	1,59a β
6	19,75aB	1,92a β	100,63bA	120,82a α	0,00aB	1,13a β
12	70,06aB	1,98a β	52,21bA	89,42a α	6,06aB	7,67a β
20	38,75aB	1,62a β	44,84bA	55,10a α	3,51aB	3,48a β
30	25,96aB	1,54a β	20,27bA	46,12a α	3,78aB	5,24a β
42	71,73aB	2,00a β	11,60bA	32,03a α	0,88aB	2,46a β

Letras minúsculas comparam os sistemas de plantio dentro de cada nível de fonte x tempo; letras maiúsculas comparam as fontes de N dentro do plantio convencional (PC) x tempo; as legtras gregas comparam as fontes de N dentro de semeadura direta (SD) x tempo. Letras diferentes, diferem significativamente à 5% de probabilidade pelo teste de Duncan. Legenda: tratamento de sulfato de amônio [$(^{15}\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$]; tratamento de nitrato de potássio (K^{15}NO_3); tratamento sem N (controle); plantio convencional (PC); semeadura direta (SD).

Tabela 8 - Concentração de nitrato (mg kg^{-1}) no solo, após aplicação de fontes de N, em diferentes manejos (preparo convencional e direto) e tempos de incubação (0, 2, 6, 12, 20, 30 e 42 dias após aplicação das fontes).

Tempo	Fonte de N					
	KNO_3		$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$		Controle	
	Manejo					
	PC	SD	PC	SD	PC	SD
0	128,42aA	113,02a α	15,58aB	31,88a β	26,94aB	43,65a β
2	131,86aA	137,75a α	40,07aB	41,18a β	30,11aB	32,91a β
6	154,60aA	141,01a α	53,98aB	63,27a β	26,34aC	32,88a γ
12	147,26aA	144,27a α	73,01aB	86,73a β	32,07aC	48,21a γ
20	146,10bA	167,98a α	97,69aB	76,58a β	35,08aC	52,60a γ
30	151,28aA	150,44a α	93,04aB	83,72a β	32,60bC	52,75a γ
42	161,30aA	115,72b α	116,54aB	123,46a α	39,67aC	48,96a β

Letras minúsculas comparam os sistemas de plantio dentro de cada nível de fonte x tempo; letras maiúsculas comparam as fontes de N dentro do plantio convencional (PC) x tempo; as legtras gregas comparam as fontes de N dentro de semeadura direta (SD) x tempo. Letras diferentes, diferem significativamente à 5% de probabilidade pelo teste de Duncan. Legenda: tratamento de sulfato de amônio [$(^{15}\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$]; tratamento de nitrato de potássio (K^{15}NO_3); tratamento sem N (controle); plantio convencional (PC); semeadura direta (SD).

Tabela 9 - Concentração de N-mineral (mg kg^{-1}) no solo, após aplicação de fontes de N, em diferentes manejos (preparo convencional e direto) e tempos de incubação (0, 2, 6, 12, 20, 30 e 42 dias após aplicação das fontes).

Tempo	Fonte de N					
	KNO_3		$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$		Controle	
	Manejo		Manejo		Manejo	
	PC	SD	PC	SD	PC	SD
0	132,01aA	116,88a β	128,43aA	148,33a α	30,52aB	47,30a γ
2	134,18aA	138,13a β	140,09bA	169,50a α	30,48aB	34,50a γ
6	156,56aA	142,78a β	154,61bA	184,10a α	26,34aB	34,02a γ
12	152,15aA	146,26a β	125,22bB	176,15a α	38,13aC	55,86a γ
20	149,08bA	169,60a α	142,53aA	134,68a β	38,59aB	56,08a γ
30	152,91aA	151,97a α	113,30aB	129,84a β	36,39bC	57,99a γ
42	164,20aA	117,72b β	128,15aB	155,49b α	40,55aC	51,43a γ

Letras minúsculas comparam os sistemas de plantio dentro de cada nível de fonte x tempo; letras maiúsculas comparam as fontes de N dentro do plantio convencional (PC) x tempo; as legtras gregas comparam as fontes de N dentro de semeadura direta (SD) x tempo. Letras diferentes, diferem significativamente à 5% de probabilidade pelo teste de Duncan. Legenda: tratamento de sulfato de amônio [$(^{15}\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$]; tratamento de nitrato de potássio (K^{15}NO_3); tratamento sem N (controle); plantio convencional (PC); semeadura direta (SD).

É possível identificar que os níveis de NH_4^+ (Ndff) reduziram acentuadamente com o passar do tempo de ambos os sistemas de manejo na fonte $(^{15}\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, com valores mais baixos para o PC. Ambos os sistemas, tiveram um aumento variável nos níveis de NH_4^+ (Ndff), com o decorrer do tempo, considerando a fonte de aplicação de K^{15}NO_3 , destacando-se valores mais elevados de NH_4^+ para o PC novamente.

Já os níveis de NO_3^- (Ndff), a fonte de K^{15}NO_3 se manteve com poucas variações negativas no tempo, priorizando-se o SD. Movimento contrário quando é avaliado os níveis de NO_3^- (Ndff), investigando a evolução das fontes de $(^{15}\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ no tempo, elevando os níveis de NO_3^- e com maiores valores no sistema convencional (Figura 13).

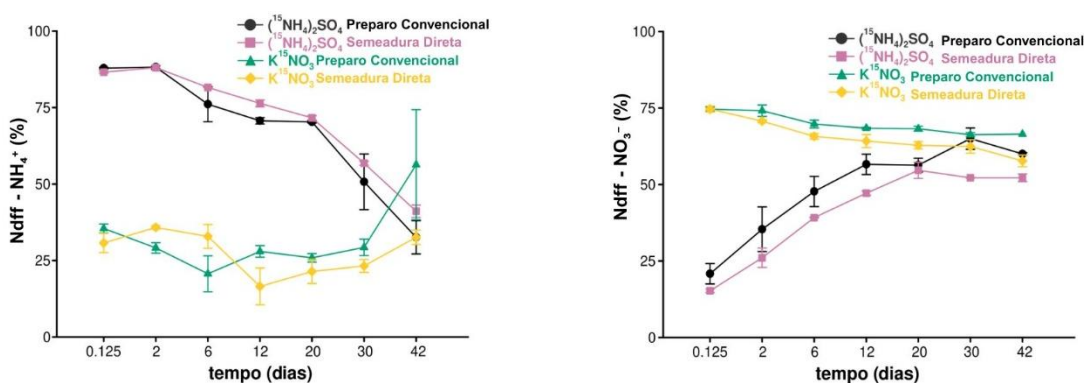


Figura 13 - Evolução dos teores de Nitrogênio derivado da fonte fertilizante (Ndff) amônio e nitrato com o passar do tempo, considerando as fontes estudadas. Legenda: nitrogênio derivado da fonte fertilizante (Ndff); tratamento de sulfato de amônio [(¹⁵NH₄)₂SO₄]; tratamento de nitrato de potássio (K¹⁵NO₃); plantio convencional (PC); semeadura direta (SD).

6. DISCUSSÃO

6.1. pH do solo

O pH do solo foi influenciado isoladamente pelos fatores fonte de N, sistema de manejo e tempo de incubação (Figura 7). Foi observada a acidificação do solo ao longo do tempo, comportamento esperado em sistemas que recebem fertilizantes nitrogenados, especialmente fontes amoniacais como o [(¹⁵NH₄)₂SO₄]. Esse processo pode ser explicado pela nitrificação do íon NH₄⁺, que libera íons H⁺ no solo, promovendo redução do pH (Kissel et al., 2020; Mariano et al., 2022). A acidificação foi mais evidente nos tratamentos com a fonte amoniacal, corroborando com estudos prévios que relacionam esse tipo de fertilizante à acidificação do ambiente edáfico, particularmente em solos tropicais com baixa capacidade tampão.

Já o K¹⁵NO₃⁻, por ser uma fonte nítrica, não passou por transformação acidificante e, portanto, apresentou efeito menos pronunciado sobre o pH do solo. Além disso, o controle, sem fertilizante nitrogenado, manteve valores mais estáveis ao longo do período de incubação, reforçando o papel das fontes de N na alteração do ambiente químico do solo.

Em relação aos manejos, observou-se que a SD manteve valores de pH ligeiramente mais elevados que o PC, resultado compatível com o maior conteúdo de matéria orgânica e melhor estrutura física do solo sob SD. A palhada em decomposição e os resíduos orgânicos presentes nesse sistema contribuem para a maior capacidade de tamponamento, reduzindo os efeitos da acidificação induzida por fertilizantes (Zhang et al., 2024).

6.2. Concentração de N nos Reservatórios de N do Solo

A utilização de fontes amoniacais como o $(^{15}\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ utilizado no estudo, promove a acidificação do solo devido às transformações sofridas pela fonte no solo (processo de nitrificação). Após a dissociação do sal em NH_4^+ e SO_4^{2-} , devido ao pH ácido presente no meio e presença de bactérias e arqueias, o NH_4^+ sofre nitrificação, processo esse que libera prótons H^+ e causa acidificação do solo (Kissel et al., 2020; Mariano et al., 2022; Zhou et al., 2025). Esse processo foi evidenciado devido a redução da concentração do N-amônio e, conseqüentemente, aumento da concentração do N-nitrato para a fonte $(^{15}\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$. Yan et al. (2024) observaram taxas de nitrificação elevadas logo após a aplicação da fonte $(^{15}\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ no solo e decrescentes, a medida em que a concentração do N-amônio diminui, como observado.

Já o N aplicado via fontes nítricas como o K^{15}NO_3 é uma fonte passível de perdas nas formas de N_2O e NO , dependendo das condições do solo (Bijay-Singh; Craswell, 2021; Krichels et al., 2022). O principal processo responsável pela perda de N na forma de óxido nítrico é a desnitrificação (Rahman; Forrestal, 2021). Tal processo é realizado por uma série de microrganismos, desde bactérias, fungos e arqueias, na sua maior parte anaeróbicos (Lazcano et al., 2021). Não foram observadas diferenças nas concentrações de N-nitrato ou N-amônio ao longo do tempo para a fonte o K^{15}NO_3 .

Com relação aos sistemas de preparo de solo, nota-se maior teor de carbono orgânico no solo proveniente do SD. Tal característica influencia no estoque de N do solo bem como nas transformações do N no sistema. Além disso, o SD promove melhor uso do N, agregação do solo e sustentabilidade do sistema produtivo (Zhang et al., 2025).

6.3. Recuperação de ^{15}N nos Reservatórios de N do Solo

Os resultados obtidos evidenciam que a recuperação do ^{15}N nos reservatórios de N do solo foi influenciada pela interação entre a fonte nitrogenada aplicada, o sistema de manejo adotado e o tempo de incubação. No reservatório de N-mineral, observou-se uma tendência de declínio na recuperação de ^{15}N ao longo do tempo para a fonte amoniacal $(^{15}\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, comportamento associado à conversão microbiana do NH_4^+ em formas mais móveis ou voláteis, como NO_3^- e óxidos de N. Essa dinâmica é característica da nitrificação, uma via microbiana aeróbica que transforma NH_4^+ em NO_3^- , aumentando a suscetibilidade do sistema a perdas por emissão de gases como o N_2O (Butterbach-Bahl et al., 2013). Além disso, fertilizantes à base de NH_4^+ estão mais sujeitos à nitrificação heterotrófica, processo em que

microrganismos do solo convertem o NO_3^- em N_2O , contribuindo para perdas gasosas do sistema (Priya et al., 2024; Pulikova et al., 2025).

Para a fração nítrica, a recuperação de ^{15}N foi mais pronunciada nos tratamentos com aplicação de K^{15}NO_3 , especialmente em estágios iniciais, refletindo a rápida absorção e mobilidade do NO_3^- no solo. Por outro lado, a fração amoniacal apresentou maiores teores de ^{15}N em tratamentos com $(^{15}\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, particularmente nas fases iniciais de incubação, o que reforça a dependência da forma recuperada em relação à fonte aplicada. A comparação entre os sistemas de manejo revelou que o PC apresentou, de maneira geral, maiores taxas de recuperação de ^{15}N no reservatório total de N do solo, com destaque para os últimos períodos de incubação. Esse padrão pode ser atribuído ao maior revolvimento do solo nesse sistema, que favorece a redução da matéria orgânica e a rápida incorporação do fertilizante às frações minerais. Entretanto, essa maior recuperação também foi acompanhada por maiores valores de ^{15}N não recuperado, especialmente para a fonte amoniacal, o que indica maior vulnerabilidade às perdas por volatilização de N_2 e desnitrificação.

No SD, por sua vez, a recuperação de ^{15}N foi mais acentuada nos compartimentos orgânicos e ocorreu de forma mais estável ao longo do tempo, indicando uma maior retenção e imobilização do N aplicado na matriz orgânica do solo. Isso sugere que a cobertura vegetal permanente e o acúmulo de matéria orgânica promovem maior eficiência na conservação do N, com menores perdas potenciais e maior tempo de permanência no sistema edáfico (Zhang et al., 2024). De maneira geral, os dados reforçam que a recuperação do ^{15}N nos reservatórios do solo é altamente dependente da fonte aplicada, da forma química inicial, do tipo de manejo do solo e do tempo decorrido desde a aplicação. A abordagem isotópica utilizada neste estudo permitiu rastrear com precisão o destino do N fertilizante entre os compartimentos do solo, revelando padrões distintos de aproveitamento e perda entre os sistemas de manejo agrícola.

De forma complementar, algumas hipóteses podem explicar a variabilidade e a ausência de constância nos valores observados nos gráficos apresentados. Parte dessas oscilações pode estar relacionada a limitações metodológicas, especialmente às características físicas do solo argiloso utilizado no experimento. Esse tipo de solo possui elevada taxa de coesão e alta plasticidade quando úmido, o que favorece a adesão às superfícies, por exemplo, às paredes dos frascos de vidro usados na fase de extração do N. Além disso, essa mesma característica dificultou a homogeneização com as fontes nitrogenadas aplicadas, possivelmente afetando a distribuição uniforme do fertilizante e os resultados do presente trabalho. Foi observado que grandes porções do solo permaneciam aderidas às paredes dos frascos, dificultando a etapa de raspagem durante a extração de N-Total. Como alternativas metodológicas, sugere-se trabalhar

com coletas indeformadas de solo em campo, aplicando as fontes nitrogenadas e realizando a extração de N in situ ou outra possibilidade seria optar por solos com textura menos argilosa, que facilitem o manuseio e a extração dos nutrientes.

7. CONCLUSÕES

O uso de isótopo estável ^{15}N demonstrou ser uma ferramenta eficiente para determinar o destino do nitrogênio aplicado via fonte fertilizante em diferentes sistemas de manejo do solo, permitindo a avaliação precisa da distribuição do N entre os diversos compartimentos do solo. Apesar da eficácia da técnica, observou-se certa limitação operacional associada à manipulação de solos de textura argilosa, que dificultou a homogeneização e a extração completa das amostras em laboratório.

Os resultados mostraram que o preparo convencional (PC) promoveu uma incorporação inicial mais rápida do nitrogênio derivado da fonte fertilizante (N_{dff}), com valores 21% superiores no reservatório de N-total em comparação à semeadura direta (SD). No entanto, a SD apresentou teores 21% superiores de N-total e N-orgânico ao longo do tempo, indicando maior acúmulo e estabilidade dos estoques de N no solo, provavelmente em função da manutenção da matéria orgânica (MO) superficial e da menor perturbação do ambiente edáfico.

A recuperação do ^{15}N nas formas minerais foi fortemente influenciada pela fonte de N aplicada, da qual a forma amoniacal teve maior recuperação na fração NH_4^+ , enquanto a forma nítrica predominou na recuperação da fração NO_3^- , confirmando a especificidade de cada fertilizante nas respectivas formas disponíveis no solo. Em relação ao nitrogênio não recuperado, não foram observadas diferenças significativas entre os manejos; contudo, no PC, as perdas foram 38% maiores quando a fonte amoniacal foi aplicada, em comparação à fonte nítrica, evidenciando uma maior suscetibilidade a perdas por transformações gasosas nesse sistema.

Portanto, a escolha do sistema de manejo deve ser feita com base nas características específicas de cada área e nos objetivos produtivos de curto e longo prazo. Em termos gerais, não há um sistema superior que o outro. Tanto o PC quanto a SD apresentam vantagens e limitações que precisam ser ponderadas de acordo com as condições edafoclimáticas, o histórico de uso do solo e a estratégia de manejo adotada em cada tipo de situação. A compreensão dessas dinâmicas é essencial para a construção de sistemas agrícolas mais eficientes e sustentáveis.

8. DECLARAÇÃO SOBRE O USO DE INTELIGÊNCIA ARTIFICIAL GENERATIVA

Foram utilizadas ferramentas de inteligência artificial generativa (IA), especificamente o modelo ChatGPT (OpenAI), com o objetivo de auxiliar na redação, organização e/ou revisão do texto científico. Todo o conteúdo gerado por IA foi cuidadosamente revisado e validado pelos autores, que assumem total responsabilidade pela precisão, originalidade e integridade das informações apresentadas. Nenhuma decisão analítica, interpretação de dados ou conclusão científica foi realizada exclusivamente por ferramentas de IA.

9. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AL-KAISI, M. Frequent tillage and its impact on soil quality. Iowa State University Extension and Outreach, atualizado em 2024. Disponível em: <https://crops.extension.iastate.edu/encyclopedia/frequent-tillage-and-its-impact-soil-quality>. Acesso em: 02 jun. 2025.

BARRACLOUGH, D. ^{15}N isotope dilution techniques to study soil nitrogen transformations and plant uptake. *Fertilizer Research*, 42, 185-192, 1995. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/BF00750513>

BENNETT, E. M.; CARPENTER, S. R.; CARACO, N. F. Human impact on erodable phosphorus and eutrophication: a global perspective. *BioScience*, v. 51, n. 3, p. 227–234, 2001. Disponível em: [https://doi.org/10.1641/0006-3568\(2001\)051\[0227:HIOEPA\]2.0.CO;2](https://doi.org/10.1641/0006-3568(2001)051[0227:HIOEPA]2.0.CO;2)

BIJAY-SINGH; CRASWELL, E. Fertilizers and nitrate pollution of surface and ground water: an increasingly pervasive global problem. *SN Applied Sciences* 2021 3:4, 3(4), 1–24, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/S42452-021-04521-8>

BLANCO-CANQUI, H.; WORTMANN, C. S. Does occasional tillage undo the ecosystem services gained with no-till? A review. *Soil & Tillage Research*, 198, 104534, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.still.2019.104534>

BOUABID, R.; BADRAOUI, M.; BLOOM, P. R. Potassium fixation and charge characteristics of soil clays. *Soil Science Society of America Journal*, 55, 5, 1493–1498, 1991. Disponível em: <https://doi.org/10.2136/sssaj1991.03615995005500050049x>

BREMNER, J. M.; KEENEY, D. R. Steam distillation methods for determination of ammonium, nitrate and nitrite. *Analytica Chimica Acta*, 32, 485–495, 1965. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/S0003-2670\(00\)88973-4](https://doi.org/10.1016/S0003-2670(00)88973-4).

BURESH, R. J.; AUSTIN, E. R.; CRASWELL, E. T. Analytical methods in ^{15}N research. *Fertility Research*, 3, 37–62, 1982. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/BF01063408>

BUTTERBACH-BAHL, K.; BAGGS, E. M.; DANNENMANN, M.; KIESE, R.; ZECHMEISTER-BOLTENSTERN, S. Nitrous oxide emissions from soils: how well do we understand the processes and their controls? *Philosophical Transactions of the Royal Society*

B: Biological Sciences, v. 368, p. 20130122, 2013. Disponível em:

<https://doi.org/10.1098/rstb.2013.0122>

CAMARGO, J. A.; ALONSO, Á. Ecological and toxicological effects of inorganic nitrogen pollution in aquatic ecosystems: a global assessment. *Environment International*, v. 32, n. 6, p. 831–849, 2006. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.envint.2006.05.002>

CANFIELD, D. E.; GLAZER, A. N.; FALKOWSKI, P. G. The evolution and future of Earth's nitrogen cycle. *Science*, 330, 6001, 192–196, 2010. Disponível em:

<https://doi.org/10.1126/science.11861>

CARDOSO, E. G.; SÁ, J. C. de M.; BRIEDIS, C.; FERREIRA, A. de O.; BORSZOWSKI, P. R.; SANTOS, J. B.; MASSINHAM, A.; FERREIRA, C. F.; SIUTA JÚNIOR, D.; BARANEK, E. J. Dinâmica do nitrogênio em sistemas de manejo do solo. II - taxas de mineralização e nitrificação. “*Revista Brasileira de Ciência do Solo*”, Viçosa, v. 35, n. 5, p. 1651-1660, out. 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/S0100-06832011000500019>

CARVALHO, J. L. N.; RAUCCI, G. S.; CERRI, C. E. P.; BERNOUX, M.; FEIGL, B. J.; WRUCK, F. J.; CERRI, C. C. Impact of pasture, agriculture and crop-livestock systems on soil C stocks in Brazil. *Soil & Tillage Research*, v. 110, n. 1, p. 175–186, 2010. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.still.2010.05.012>

CHIEN, S.H. ; GEARHART, M. M. ; VILLAGARCIA, S. Comparison of ammonium sulfate with other nitrogen and sulfur fertilizers in increasing crop production and minimizing environmental impact: a review. *Soil Science*, 176, 7, 327–335, 2011.

DENG, Y.; YE, X.; FENG, J.; GUO, H.; DU, X. Assessment of soil–groundwater nitrogen cycling processes in the agricultural region through flux model, stable isotope. *Journal of Hydrology*, 639, 131604, 2024. Disponível em:

<https://doi.org/10.1016/j.jhydrol.2024.131604>

ERNANI, P. R.; SANGOI, L.; RAMPAZZO, C. (2002). Lixiviação e imobilização de nitrogênio num Nitossolo como variáveis da forma de aplicação da uréia e da palha de aveia. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, 26(4): 993–1000. Disponível em:

<https://www.scielo.br/j/rbcs/a/HNWSXYV7N5PhNgCG7nGMccm/>

ELKINS, C. B.; REEVES, D. W.; EDWARDS, J. H. Slit-tillage for plow pan soils. United States Department of Agriculture – Agricultural Research Service, 2005. Disponível em: https://www.ars.usda.gov/ARUserFiles/60100500/csr/ResearchPubs/reeves/reeves_89d.pdf.

EMBRAPA. EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA - EMBRAPA. Manual de métodos de análise de solo. 3. ed. Brasília: Embrapa, 2017. Disponível em: <http://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/infoteca/handle/doc/1085209>. Acesso em: 02 jun. 2025.

EMBRAPA. EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA - EMBRAPA. Sistema brasileiro de classificação de solos. 5. ed., re ed. Brasília - DF: Embrapa, 2018. Disponível em: <https://ainfo.cnptia.embrapa.br/digital/bitstream/item/199517/1/SiBCS-2018-ISBN-9788570358004.pdf>. Acesso em: 08 maio 2025.

EMBRAPA. EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA - EMBRAPA. Preparo convencional. In: Embrapa. Agência de Informação Embrapa – Cana-de-açúcar. 2023. Disponível em: <https://www.embrapa.br/agencia-de-informacao-tecnologica/cultivos/cana/producao/correcao-e-adubacao/preparo-do-solo/preparo-convencional>. Acesso em: 02 jun. 2025.

EPA – United States Environmental Protection Agency. Understanding Global Warming Potentials. 2024. Disponível em: <https://www.epa.gov/ghgemissions/understanding-global-warming-potentials>

FAO – Food and Agriculture Organization of the United Nations. How to feed the world in 2050. Rome: FAO, 2009. Disponível em: https://www.fao.org/fileadmin/templates/wsfs/docs/expert_paper/How_to_Feed_the_World_in_2050.pdf. Acesso em: 13 jun. 2025.

FAGERIA, N. K.; BALIGAR, V. C.; JONES, C. A. Growth and mineral nutrition of field crops. 3. ed. Boca Raton: CRC Press, 2011. 586 p.

FARQUHAR, G. D.; EHLERINGER, J. R.; HUBICK, K. T. Carbon isotope discrimination and photosynthesis. *Annual Review of Plant Physiology and Plant Molecular Biology*, 40, 503–537, 1989. Disponível em: <https://doi.org/10.1146/annurev.pp.40.060189.002443>

FERRAZ-ALMEIDA, R. Balance of nitrate and ammonium in tropical soil conditions: soil factors analyzed by machine learning. *Nitrogen*, v. 5, n. 3, p. 732–745, 2024. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/nitrogen5030048>

FUENTES-LLANILLO, R.; TELLES, T. S.; SOARES JUNIOR, D.; MELO, T. R.; FRIEDRICH, T.; KASSAM, A. Expansion of no-tillage practice in conservation agriculture

in Brazil. *Soil and Tillage Research*, 208, 104877, 2021. Disponível em:

<https://doi.org/10.1016/j.still.2020.104877>

GHIBERTO, P. J.; LIBARDI, P. L.; TRIVELIN, P. C. O. Nutrient leaching in an Ultisol cultivated with sugarcane. *Agricultural Water Management*, 148, 141–149, 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.agwat.2014.09.027>

GUIRAUD, G.; MAROL, C.; FARDEAU, J.C. Balance and immobilization of ($^{15}\text{NH}_4$) $_2\text{SO}_4$ in a soil after the addition of Didin as a nitrification inhibitor. *Biology and Fertility of Soils*, 14, 1, 23–29, 1992. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/BF00336298>

HA, T. K. T.; MAEDA, M.; FUJIWARA, T.; NAGARE, H.; AKAO, S. Effects of soil type and nitrate concentration on denitrification products (N_2O and N_2) under flooded conditions in laboratory microcosms. *Soil Science and Plant Nutrition*, 61, 6, 999–1004, 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.1080/00380768.2015.1094747>

HUANG, G.; CHEN, X. W.; CAO, G. J.; LIANG, A. Z.; JIA, S. X.; LIU, S. X. Effects of long-term conservation tillage on soil nitrogen: total, active, inorganic and organic components in a Chinese Mollisol. *Applied Ecology and Environmental Research*, 16, 5, 5517–5528, 2018a. Disponível em: http://dx.doi.org/10.15666/aeer/1605_55175528

HUANG, Y.; REN, W.; WANG, L.; HUI, D.; GROVE, J. H.; YANG, X.; TAO, B.; GOFF, B. Greenhouse gas emissions and crop yield in no-tillage systems: a meta-analysis. *Agriculture, Ecosystems & Environment*, 268, 144–153, 2018b. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.agee.2018.09.002>

IAEA – International Atomic Energy Agency. Stable isotopes in plant nutrition, soil fertility and environmental studies. Proceedings of a Symposium. Vienna: IAEA, 1991. Disponível em: <https://www.iaea.org/publications/3716/stable-isotopes-in-plant-nutrition-soil-fertility-and-environmental-studies>. Acesso em: 02 jun. 2025.

INÁCIO, C. T.; URQUIAGA, S.; CHALK, P. M. Using the ^{15}N natural abundance for a quantitative approach to N recovery from organic fertilizers. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, 49, e0240182, 2025. Disponível em: <https://doi.org/10.36783/18069657rbc20240182>

JAGADAMMA, S.; LAL, R.; HOEFT, R. G.; NAFZIGER, E. D.; ADEE, E. A. Nitrogen fertilization and cropping systems effects on soil organic carbon and total nitrogen pools under chisel-plow tillage in Illinois. *Soil and Tillage Research*, 95, 12, 348–356, 2007. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.still.2007.02.006>

- KISSEL, D. E. ; BOCK, B. R. ; OGLES, C. Z. Thoughts on acidification of soils by nitrogen and sulfur fertilizers. *Agrosystems, Geosciences and Environment*, 3, 1, e20060. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/agg2.20060>
- KRICHELS, A. H.; HOMYAK, P. M.; ARONSON, E. L.; SICKMAN, J. O.; BOTTHOFF, J.; SHULMAN, H.; PIPER, S.; ANDREWS, H. M.; JENERETTE, G. D. Rapid nitrate reduction produces pulsed NO and N₂O emissions following wetting of dryland soils. *Biogeochemistry*, 158, 2, 233–250, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s10533-022-00896-x>
- LAZCANO, C.; BOYD, E.; HOLMES, G.; HEWAVITHARANA, S.; PASULKA, A.; IVORS, K. The rhizosphere microbiome plays a role in the resistance to soil-borne pathogens and nutrient uptake of strawberry cultivars under field conditions. *Scientific Reports*, 11, 1, 1–17, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1038/s41598-021-82768-2>
- LI, Z.; ZHANG, Q.; QIAO, Y.; DU, K.; YUE, Z.; TIAN, C.; CHEN, G.; LI, F.; CHENG, H.; CHEN, G.; LI, F. Responses of soil greenhouse gas emissions to no-tillage: a global meta-analysis. *Sustainable Production and Consumption*, 36, 479-492, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.spc.2023.02.003>
- MA, C. F.; ZHOU, G.; ZHANG, J.; JIA, Z.; ZOU, H.; CHEN, L.; ZHANG, C.; MA, D.; HAN, C.; DUAN, Y. Long-term conservation tillage enhances microbial carbon use efficiency, turnover, and soil organic carbon compared to conventional tillage. *Science of the Total Environment*, 915, 170018, 2024. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2024.170018>
- MACHADO, P. L. O. de A.; SILVA, C. A. Soil management under no-tillage systems in the tropics with special reference to Brazil. *Nutrient Cycling in Agroecosystems*, 61, 119–130, 2001. Disponível em: <https://doi.org/10.1023/A:1013331805519>
- MAHER, H.; MOUSSADEK, R.; ZOUAHRI, A.; DOUAÏK, A.; AMENZOU, N. E.; BENMANSOUR, M.; IAAICH, H.; DAKAK, H.; EL MOURIDI, Z.; BELLAOUCHOU, A.; GHANIMI, A. nitrogen use efficiency using the ¹⁵N dilution technique for wheat yield under conservation agriculture and nitrogen fertilizer. *Nitrogen*, 4, 4, 369–381, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/nitrogen4040026>
- MANANDHAR, S.; MARTINEZ, C.; MENZIES, N. W.; DALAL, R. C.; BELL, M. Comparison of natural abundance and enriched ¹⁵N methods to quantify nitrogen fertilizer

recovery in maize under field conditions. *Plant Soil*, 2024. Disponível em:

<https://doi.org/10.1007/s11104-024-07088-6>

MARIANO, E.; BOSCHIERO, B. N.; MERLOTI, L. F.; PEDRINHO, A.; CHAVES, M. G.; TSAI, S. M.; TRIVELIN, P. C. O. Effects of N application rate and dicyandiamide on the fate of ¹⁵N fertilizer and the abundance of microbial genes in a sandy soil amended with sugarcane litter. *Journal of Soil Science and Plant Nutrition*, v. 22, p. 359-373, 2022. DOI: <https://doi.org/10.1007/s42729-021-00654-2>

MARIANO, E.; JONES, D. L.; HILL, P. W.; TRIVELIN, P. C. O. Mineral nitrogen forms later ¹⁴C-glucose mineralization and nitrogen transformations in litter and soil from two sugarcane fields. *Applied Soil Ecology*, 107, 154–161, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.apsoil.2016.05.019>

MOSIER, A. R.; DORAN, J. W.; FRENEY, J. R. Managing soil denitrification. *Journal of Soil and Water Conservation*, 57, 6, 505–513, 2002. Disponível em: <https://doi.org/10.1080/00224561.2002.12457485>

OLIVER, A. Q.; MARTÍNEZ-ALCÁNTARA, B.; MARTÍNEZ, J. M.; FORNER-GINER, M. Á.; IGLESIAS, D. J.; PRIMO-MILLO, E.; LEGAZ, F. Fate of ¹⁵N-labeled potassium nitrate in different citrus-cultivated soils: influence of spring and summer application. *Water, Air, & Soil Pollution*, 223, 2209–2222. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s11270-011-1017-0>

OTTO, R.; CASTRO, S. A. Q.; MARIANO, E.; CASTRO, S. G. Q.; FRANCO, H. C. J.; TRIVELIN, P. C. O. Nitrogen use efficiency for sugarcane-biofuel production: what is next? *BioEnergy Research*, 9, 1272–1289, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s12155-016-9763-x>

ONU – Organização das Nações Unidas. *World Population Prospects 2019: Highlights*. New York: United Nations, Department of Economic and Social Affairs, Population Division, 2019. Disponível em: <https://brasil.un.org/pt-br/83427-popula%C3%A7%C3%A3o-mundial-deve-chegar-97-bilh%C3%B5es-de-pessoas-em-2050-diz-relat%C3%B3rio-da-onu>. Acesso em: 02 jun. 2025.

PASSOS, A. M. A.; ALVARENGA, R. C.; SANTOS, F. C. Sistema de plantio direto. In: NOBRE, M. M.; OLIVEIRA, I. R. de (Ed.). *Agricultura de baixo carbono: tecnologias e estratégias de implantação*. Brasília, DF: Embrapa, 2018. cap. 3, p. 61–104. Disponível em:

<https://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/infoteca/bitstream/doc/1101765/1/Sistemaplantio.pdf>. Acesso em: 02 jun. 2025.

PRIYA, E.; SARKAR, S.; MAJI, P. K. A review on slow-release fertilizer: Nutrient release mechanism and agricultural sustainability. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 12(4), 113211, 2024. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.JECE.2024.113211>

PULIKOVA, E. P.; GOROVTSOV, A. V.; KUZYAKOV, Y.; DEMIN, K. A.; MINKINA, T. M.; RAJPUT, V. D. Heterotrophic nitrification in soils: Approaches and mechanisms. *Soil Biology and Biochemistry*, 202, 109706, 2025. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.SOILBIO.2024.109706>

QUAN, Z.; MEI, B.; LI, Y.; WANG, Z.; CHEN, Y.; WANG, G. The fate of fertilizer nitrogen in a high nitrate accumulated agricultural soil. *Scientific Reports*, 6, 21539, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1038/srep21539>

RANATUNGA, T.; HIRAMATSU, K.; ONISHI, T.; ISHIGURO, Y. Process of denitrification in flooded rice soils. *Review in Agriculture Science*, 6, 21-33, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.7831/ras.6.21>

RAIJ, B. van; ANDRADE, J. C. de; CANTARELLA, H.; QUAGGIO, J. A. *Análise Química para Avaliação da Fertilidade de Solos Tropicais*. Campinas, Instituto Agrônômico, 285p. 2001.

RAHMAN, N.; FORRESTAL, P. J. Ammonium fertilizer reduces nitrous oxide emission compared to nitrate fertilizer while yielding equally in a temperate grassland. *Agriculture*, 11, 1141, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/agriculture11111141>

RAVAZZOLO, L.; TREVISAN, S.; FORESTAN, C.; VAROTTO, S.; SUT, S.; DALL'ACQUA, S.; MALAGOLI, M.; QUAGGIOTTI, S. Nitrate and Ammonium Affect the Overall Maize Response to Nitrogen Availability by Triggering Specific and Common Transcriptional Signatures in Roots. *International Journal of Molecular Sciences*, Basel, v. 21, n. 2, p. 686, jan. 2020. Disponível em: <https://pmc.ncbi.nlm.nih.gov/articles/PMC7013554/>

RAVISHANKARA, A. R.; DANIEL, J. S.; PORTMANN, R. W. Nitrous oxide (N₂O): The dominant ozone-depleting substance emitted in the 21st century. *Science*, v. 326, n. 5949, p. 123–125, 2009. Disponível em: <https://doi.org/10.1126/science.1176985>

RICHART, A.; TAVARES FILHO, J.; OSMAR, R. B.; FUENTES-LLANILLO, R.; FERREIRA, R. Compactação do solo: causas e efeitos. *Semina: Ciências Agrárias*, 26, 3, 321–344, 2005.

RECOUS, S.; MARY, B. Microbial immobilization of ammonium and nitrate in cultivated soils. *Soil Biology and Biochemistry*, 22, 7, 913–922, 1990. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/0038-0717\(90\)90129-N](https://doi.org/10.1016/0038-0717(90)90129-N)

SÁ, J. C. de M.; CARDOSO, E. G.; BRIEDIS, C.; FERREIRA, A. de O.; BORSZOWSKI, P. R.; SANTOS, J. B.; MASSINHAM, A.; FERREIRA, C. F.; SIUTA JÚNIOR, D.; BARANEK, E. J.; PICCOLO, M. de C.; PAVEL, M.; URQUIAGA, S. Nitrogen dynamics in soil management systems. I - flux of inorganic nitrogen (NH₄⁺ and NO₃⁻). “*Revista Brasileira de Ciência do Solo*”, Viçosa, v. 35, n. 5, p. 1579-1588, out. 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/S0100-06832011000500018>.

SANGOTAYO, A. O.; CHELLAPPA, J.; SEKARAN, U.; BANSAL, S.; ANGMO, P.; JASA, P. J.; KUMAR, S.; IQBAL, J. Long-term conservation and conventional tillage systems impact physical and biochemical soil health indicators in a corn–soybean rotation. *Soil Science Society of America Journal*, 87, 1–6, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/saj2.20563>

SKADELL, L. E.; SCHNEIDER, F.; KLEBER, M.; et al. Long-term management effects on depth gradients of ¹³C, ¹⁵N and C/N ratio in agricultural soils. *Geoderma*, 458, 131341, 2025. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2025.117341>

SU, C.; JIANG, J.; XIE, X.; HAN, Z.; WANG, M.; LI, J.; SHI, H. Sources and cycling processes of nitrogen revealed by stable isotopes and hydrochemistry in a typical agricultural lake basin. *Applied Geochemistry*, 156, 105662, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.apgeochem.2023.105662>

SUTTON, M. A. et al. *The European Nitrogen Assessment: Sources, Effects and Policy Perspectives*. Cambridge: Cambridge University Press, 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.1017/CBO9780511976988>

SILVA, E. E. da; AZEVEDO, P. H. S.; DE-POLLI, H. Determinação do nitrogênio da biomassa microbiana do solo (BMS-N). *Seropédica: Embrapa Agrobiologia*, 2007. (Comunicado Técnico, 96). Disponível em: <https://www.embrapa.br/busca-de-publicacoes/->

/publicacao/597310/determinacao-do-nitrogenio-da-biomassa-microbiana-do-solo-bms-n.

Acesso em: 02 jun. 2025.

SIX, J.; PAUSTIAN, K.; ELLIOT, E. T.; COMBRIK, C. Soil structure and organic matter i. distribution of aggregate-size classes and aggregate-associated carbon. *Soil Science Society of America Journal*, 64, 2, 681-689, 2000. Disponível em:

<https://doi.org/10.2136/sssaj2000.642681x>

TAIZ, L.; ZEIGER, E.; MÖLLER, I. M.; MURPHY, A. *Fisiologia Vegetal e Desenvolvimento*. 6. ed. Porto Alegre: Artmed, 2017. 858 p.

THOMPSON, C.A.; WHITNEY, D.A. Long-term tillage and nitrogen fertilization in a west central great plains wheatsorghum-fallow rotation. *J. Prod. Agric.*, 11:353-359, 1998.

Disponível em: <https://acess.onlinelibrary.wiley.com/doi/full/10.2134/jpa1998.0353>. Acesso em: 02 jun. 2025

FENILLI, T. A. B.; REICHARDT, K.; TRIVELIN, P. C. O.; BACCHI, O. O. S.; BACHCHI, O. O. S.; DOURADO NETO, D.; FAVARIN, J. L.; COSTA, F. M. P.; TIMM, L. C. Growth, development and fertilizer-¹⁵N recovery by the coffee plant. *Scientia Agricola*, 64, 5, 541–547, 2007. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/S0103-90162007000500012>.

FRANCO, J. R.; DAL PAI, E.; CALÇA, M. V. C.; RANIERO, M. R.; DAL PAI, A.; SARNIGHAUSEN, V. C. R.; SANCHÉZ-ROMÁN, R. M. Update of climatological normal and Köppen climate classification for the municipality of Botucatu-SP. *Irriga, Botucatu*, v. 28, n. 1, p. 77-92, 2023. DOI: 10.15809/irriga.2023v28n1p77-92. Disponível em: <https://revistas.fca.unesp.br/index.php/irriga/article/view/4615>.

VARGAS, L. K.; SELBACH, P. A.; SÁ, E. L. S. de (2005). Imobilização de nitrogênio em solo cultivado com milho em sucessão à aveia preta nos sistemas plantio direto e convencional. *Ciência Rural*, 35(1): 76–83. Disponível em: <http://hdl.handle.net/10183/22173>

WONG, M. T. F.; HUGHES, R.; ROWELL, D. L. The retention of nitrate in acid soils from the tropics. *Soil Use and Management*, 6, 2, 72–74, 1990. Disponível em:

<https://doi.org/10.1111/j.1475-2743.1990.tb00805.x>

XU, X.; ZHOU, L.; CLEEMPUT, O. V.; WANG, Z. Fate of urea-¹⁵N in a soil-wheat system as influenced by urease inhibitor hydroquinone and nitrification inhibitor dicyandiamide. *Plant and Soil*, 220, 261–270, 2000. Disponível em:

<https://doi.org/10.1023/A:1004715827085>

YAHAYA, S. M.; MAHMUD, A. A.; ABDULLAHI, M.; HARUNA, A. Recent advances in the chemistry of nitrogen, phosphorus and potassium as fertilizers in soil: a review.

Pedosphere, 33, 2, 385–406, 2023. Disponível em:

<https://doi.org/10.1016/j.pedsph.2022.07.012>

YAN, S.; DONG, X.; JIANG, H.; LIU, Y.; HAN, Y.; GUO, T.; ZHANG, Y.; LI, J.; YAN, Q. Oil-coated ammonium sulfate improves maize nutrient uptake and regulates nitrogen leaching rates in sandy soil. *Agronomy*, 14, 7, 1463, 2024. Disponível em:

<https://doi.org/10.3390/agronomy14071463>

ZAYED, O.; HEWEDY, O. A.; ABDELMOTELEB, A.; ALI, M.; YOUSSEF, M. S.; ROUMIA, A. F.; SEYMOUR, D.; YUAN, Z.-C. Nitrogen journey in plants: from uptake to metabolism, stress response, and microbe interaction. *Biomolecules*, 13, 10, 1443, 2023.

Disponível em: <https://doi.org/10.3390/biom13101443>

ZENDA, T.; LIU, S.; DONG, A.; DUAN, H. Revisiting sulphur — the once neglected nutrient: Its roles in plant growth, metabolism, stress tolerance and crop production.

Agriculture, 11, 7, 626, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/agriculture11070626>

Zhang, M.; Song, X.; Wu, X.; Zheng, F.; Li, S.; Zhuang, Y.; Man, X.; Degré, A. Microbial regulation of aggregate stability and carbon sequestration under long-term conservation tillage and nitrogen application. *Sustainable Production and Consumption*, 44, 74–86, 2024.

Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.SPC.2023.11.022>

ZHANG, Y.; HU, H.; RAN, Y.; HUANG, P.; CAI, Y.; CHEN, L.; ZHANG, C.; GAO, X.; MA, D.; ZHANG, J. Enhanced priming effect in agricultural soils driven by high-quality exogenous organic carbon additions: A meta-analysis. *Science of The Total Environment*,

962, 178387, 2025. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2025.178387>

ZULU, S. G.; MOTSA, N. M.; MAGWAZA, L. S.; NCAMA, K.; SITHOLE, N. J. Effects of different tillage practices and nitrogen fertiliser application rates on soil-available nitrogen.

Agronomy, 13, 3, 785, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/agronomy13030785>