



UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DO SEMIÁRIDO
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM MANEJO DE SOLO E ÁGUA

MARIA DEUZILENE OLIVEIRA DO NASCIMENTO MEDEIROS

**COMPARAÇÃO DE MÉTODOS DE EXTRAÇÃO DE FÓSFORO DISPONÍVEL EM
SOLOS DO SEMIÁRIDO**

MOSSORÓ – RN

2020

MARIA DEUZILENE OLIVEIRA DO NASCIMENTO MEDEIROS

**COMPARAÇÃO DE MÉTODOS DE EXTRAÇÃO DE FÓSFORO DISPONÍVEL EM
SOLOS DO SEMIÁRIDO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação Manejo de Solo e Água da Universidade Federal Rural do Semiárido como requisito para obtenção do título de “Mestre em Manejo de Solo e Água”

Linha de Pesquisa: Fertilidade do solo e adubação

Orientador: Prof. Dr.

MOSSORÓ – RN

2020

© Todos os direitos estão reservados a Universidade Federal Rural do Semi-Árido. O conteúdo desta obra é de inteira responsabilidade do (a) autor (a), sendo o mesmo, passível de sanções administrativas ou penais, caso sejam infringidas as leis que regulamentam a Propriedade Intelectual, respectivamente, Patentes: Lei n° 9.279/1996 e Direitos Autorais: Lei n° 9.610/1998. O conteúdo desta obra tornar-se-á de domínio público após a data de defesa e homologação da sua respectiva ata. A mesma poderá servir de base literária para novas pesquisas, desde que a obra e seu (a) respectivo (a) autor (a) sejam devidamente citados e mencionados os seus créditos bibliográficos.

M488c Medeiros, Maria Deuzilene Oliveira do Nascimento .
Comparação de métodos de extração de fósforo disponível em solos do semiárido / Maria Deuzilene Oliveira do Nascimento Medeiros. - 2020.
47 f. : il.

Orientador: Fábio Henrique Tavares de Oliveira.
Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal Rural do Semi-árido, Programa de Pós-graduação em Manejo de Solo e Água, 2020.

1. Solos alcalinos. 2. Mehlich-1. 3. Olsen. 4. Resina trocadora de íons. I. Oliveira, Fábio Henrique Tavares de, orient. II. Título.

O serviço de Geração Automática de Ficha Catalográfica para Trabalhos de Conclusão de Curso (TCC's) foi desenvolvido pelo Instituto de Ciências Matemáticas e de Computação da Universidade de São Paulo (USP) e gentilmente cedido para o Sistema de Bibliotecas da Universidade Federal Rural do Semi-Árido (SISBI-UFERSA), sendo customizado pela Superintendência de Tecnologia da Informação e Comunicação (SUTIC) sob orientação dos bibliotecários da instituição para ser adaptado às necessidades dos alunos dos Cursos de Graduação e Programas de Pós-Graduação da Universidade.

MARIA DEUZILENE OLIVEIRA DO NASCIMENTO MEDEIROS

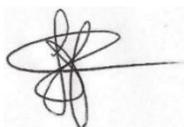
**COMPARAÇÃO DE MÉTODOS DE EXTRAÇÃO DE FÓSFORO DISPONÍVEL EM
SOLOS DO SEMIÁRIDO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação Manejo de Solo e Água da Universidade Federal Rural do Semiárido como requisito para obtenção do título de “Mestre em Manejo de Solo e Água”

Linha de Pesquisa: Fertilidade do solo e adubação

Defendida em: 29 / 06 / 2020.

BANCA EXAMINADORA:



Prof. Dr. Fábio Henrique Tavares de Oliveira. (UFERSA)
Presidente



Prof. Dr. José Francismar de Medeiros (UFERSA)
Membro Examinador



Profa. Dra. Welka Preston Leite Batista da Costa Alves (UERN)
Membro Examinador

Ao meu pai, José Jozué do Nascimento (In Memoriam), que mesmo ausente, se faz presente.

*A toda minha família
em especial a minha mãe, Maria Oliveira.
Ao meu marido, Marcos Antônio
e sua família, por toda a ajuda.
Por fim, aos meus filhos João Marcos e José
Marcos, pelo maior de todos os desafios.*

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus pela vida.

Agradeço ao meu marido Marcos pelo companheirismo, confiança e todo apoio.

Agradeço aos familiares e amigos que ficaram com os meus filhos durante as minhas ausências para o curso. Em especial, a minha mãe, aos meus irmãos Daniele, Rainara e Ruan, a minha sogra Zilda, a minha cunhada Dalva e Zetinha.

Agradeço ao meu orientador Prof. Fábio Henrique pela oportunidade de participar desse projeto e pelos ensinamentos no período de orientação.

Aos alunos do grupo de Química e Fertilidade de Solos, Regilene Costa, Hernane Tavares, Helena Moraes, Matheus Silva, Milene Farias, Marx Cunha e Jandeilson Arruda, pela contribuição na realização do experimento na casa de vegetação.

A todos os servidores do Laboratório de Solo e Planta (LASAP), Valdete da Costa, Elídio Barbosa, Antônio Silva, Kaline Ferreira e Paula Neitzke, pelo apoio na realização do experimento.

Ao Instituto Agronômico de Campinas (IAC) pelas análises de solo com o método resina trocadora de íons e pelo acolhimento durante esse período. Em especial ao Dr. Heitor Cantarella, Dra. Mônica Ferreira, Sra. Margarete Chagas e aos laboratoristas Karina Pontes e Rubens Balsani.

A Universidade Federal Rural do Semiárido (UFERSA) e ao Programa de Pós-Graduação de Manejo em Solo e Água que contribuíram com a minha formação acadêmica

A todos os professores do Programa de Pós-Graduação em Manejo de Solo e Água pelos ensinamentos e troca de experiências nas aulas ministradas.

Enfim, agradeço a todos que contribuíram direta ou indiretamente para realização desse trabalho.

“O essencial é invisível aos olhos. Só se vê bem com o coração.”

RESUMO

O método Mehlich-1 é o mais utilizado no Brasil para extração do fósforo (P) disponível no solo. Mediante a hipótese de perda da capacidade preditiva desse extrator em solos alcalinos, os métodos Mehlich-1, Olsen e resina trocadora de íons foram comparados em amostras de dez solos representativos da região semiárida compreendida entre os vales dos rios Piranhas-Açu (RN) e Jaguaribe (CE), com pH do solo variando de 4,1 a 8,0. As amostras de solos receberam quatro doses de P de acordo com a capacidade tampão de fósforo (CTF) dos solos e foram incubadas durante 30 dias. Os tratamentos foram distribuídos em blocos casualizados, com arranjo fatorial 10×4, sendo dez solos e quatro doses de fósforo, com três repetições. Cada unidade experimental consistiu de um vaso plástico contendo 3,0 dm³ de solo, onde foram cultivadas duas plantas de milho durante 31 dias em casa de vegetação. O P extraído pelos métodos foi correlacionado com o P acumulado na parte aérea das plantas de milho. A resina mista e o Olsen apresentaram as melhores correlações com o P acumulado nas plantas, independentemente do pH e da CTF dos solos. O desgaste da acidez nos extratos do Mehlich-1 foi expressivo nos solos alcalinos com alto teor de CaCO₃ equivalente. O Mehlich-1 foi adequado nos solos ácidos e baixa CTF, porém nos solos de pH e teor de Ca²⁺ mais elevados esse extrator pode superestimar o P disponível em solos naturalmente ricos em P-Ca ou subestimar o P disponível em solos ricos em CaCO₃.

Palavras-chaves: Solos alcalinos. Mehlich-1. Olsen. Resina trocadora de íons.

ABSTRACT

The Mehlich-1 method is the most used in Brazil to extract phosphorus (P) available in the soil. Based on the hypothesis of loss of the predictive capacity of this extractant in alkaline soils, the Mehlich-1, Olsen and ion exchange resin methods were compared in samples of ten representative soils from the Brazil's semi-arid region, between the Piranhas-Açu (RN) and Jaguaribe (CE) valleys, with soil pH ranging from 4.1 to 8.0. The soil samples received four doses of P according to their phosphorus buffer capacity (PBC) and were incubated for 30 days. The treatments were distributed in randomized blocks, in a 10×4 factorial arrangement, with ten soils and four doses of phosphorus, with three replications. Each experimental unit consisted of a plastic pot containing 3.0 dm^3 of soil, where two corn plants were grown for 31 days in a greenhouse. The P extracted by the methods was correlated with the P accumulated in the aerial part of the corn plants. The mixed resin and Olsen methods had the best correlations with the accumulated P in the plants, regardless of the pH and the PBC of the soils. The acidity depletion in Mehlich-1 extracts was significant in alkaline soils, with a high CaCO_3 equivalent content. Mehlich-1 was suitable in acidic and low PBC soils, but in soils with higher pH and Ca^{2+} content, this extractant may overestimate the P available in soils naturally rich in P-Ca or underestimate the P available in soils rich in CaCO_3 .

Keywords: Alkaline soils. Mehlich-1. Olsen. Ion exchange resin.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Os picos e os vales da fixação de fósforo em faixas de pH. Fonte: Jones (2001).	4
Figura 2. Esquema da extração de P do solo com resina de troca iônica e como ela imita a absorção de P pelo solo pelas plantas. Fonte: Adaptado de Kovar e Cantarella (2019)	8
Figura 3. Distribuição espacial dos locais de coleta de solos representativos da região semiárida localizada entre o vale do rio piranhas-Açu, no Rio Grande do Norte, e o vale do rio Jaguaribe, no Ceará.....	12
Figura 4. Distribuição dos vasos na casa de vegetação. Mossoró/RN, 2019.	14
Figura 5. Teores de P disponível do solo recuperado pelos extratores Mehlich-1, resina trocadora de íons e Olsen, em função de doses de P aplicadas aos solos RQ, LVA e PVA1 ..	22
Figura 6. Teores de P disponível do solo recuperado pelos extratores Mehlich-1, resina trocadora de íons e Olsen, em função de doses de P aplicadas aos solos RY, CX1, CX2 e PVA2	23
Figura 7. Teores de P disponível do solo recuperado pelos extratores Mehlich-1, resina trocadora de íons e Olsen, em função de doses de P aplicadas aos solos MD, CX3 e VX	24
Figura 8. Equações de regressão para o conteúdo de P na parte aérea da planta como variável dependente do teor de P disponível no solo extraído pelos extratores Mehlich-1, resina trocadora de íons e Olsen, para os dez solos estudados.....	27
Figura 9. Equações de regressão para o conteúdo de P na parte aérea da planta como variável dependente do teor de P disponível no solo extraído pelos extratores Mehlich-1, resina trocadora de íons e Olsen, para os solos RQ, LVA e PVA1	28
Figura 10. Equações de regressão para o conteúdo de P na parte aérea da planta como variável dependente do teor de P disponível no solo extraído pelos extratores Mehlich-1, resina trocadora de íons e Olsen, para os solos RY, CX1, CX2 e PVA2.....	29
Figura 11. Equações de regressão para o conteúdo de P na parte aérea da planta como variável dependente do teor de P disponível no solo extraído pelos extratores Mehlich-1, resina trocadora de íons e Olsen, para os solos MD, CX3 e VX.....	30

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Extratores do “P-disponível” mais frequentemente utilizados	5
Tabela 2. Influência da concentração de NaHCO_3 nas concentrações molares dos íons HCO_3^- , CO_3^{2-} e Ca^{2+} no sistema $\text{CaCO}_3\text{-H}_2\text{O}$ a pH 8,5.....	10
Tabela 3. Características físicas e químicas dos dez solos utilizados no experimento ⁽¹⁾	13
Tabela 4. Teor de P disponível pelos extratores Mehlich-1, resina trocadora de íons e Olsen para diferentes doses de fósforo aplicadas aos solos.....	19
Tabela 5. pH médio de extração do Mehlich-1 e taxas de recuperação de P pelos extratores Mehlich-1, resina trocadora de íons e Olsen, e P acumulado na planta, como variável dependente de doses de P aplicadas	20
Tabela 6. Coeficientes de correlação linear simples entre as taxas de recuperação de P para o Mehlich-1, resina de troca iônica, Olsen e pela planta, e características dos solos que refletem a capacidade tampão de P	25

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	1
2. REVISÃO DE LITERATURA.....	3
2.1 Fósforo no Solo	3
2.2 Avaliação do P Disponível	5
2.3 Mehlich-1	7
2.4 Resina trocadora de íons.....	8
2.5 Olsen.....	9
3. MATERIAL E MÉTODOS	12
3.1 Descrição do local da pesquisa.....	12
3.2 Projeto experimental e manejo de milho	14
3.3 Análises de solo e planta	15
3.4 Análise estatística	17
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	18
4.1. Teores de P disponível no solo e taxas de recuperação pelos extratores Mehlich-1, resina trocadora de íons mista e Olsen.....	18
4.2 Correlações entre os teores de P disponível por cada extrator e o conteúdo de P na parte aérea das plantas de milho	26
5. CONCLUSÕES.....	33
6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	34

1. INTRODUÇÃO

O Fósforo (P) é o macronutriente que mais limita o crescimento das plantas em solos tropicais. No semiárido nordestino, no qual é encontrado uma grande diversidade de solos, variando de pouco a muito desenvolvidos (Silveira et al., 2006), a baixa disponibilidade de P ocorre, até mesmo, nos solos com pH e teor de cálcio elevados.

A disponibilidade de P varia com as diferentes formas encontradas nos solos. Nos solos ácidos, especialmente nos mais argilosos, o P se encontra fixado, principalmente, a compostos de ferro (P-Fe) e de alumínio (P-Al). Nos solos alcalinos, a maior parte do P precipita com o cálcio (P-Ca), tornando-o mais indisponível (Andersson et al., 2019; Souza Júnior et al., 2012). Portanto, um método ideal deve extrair as frações de P que se relacionam com o P absorvido pelas plantas.

Alguns estudos indicaram que o extrator Mehlich-1 pode não ser adequado para solos de pH e teor de cálcio elevados do semiárido nordestino. Por exemplo, em solos com pH > 6,0 o Mehlich-1 pode superestimar ou subestimar o P disponível (Calheiros et al., 2012; Silveira et al., 2006). Todos esses estudos, entretanto, não avaliaram o desgaste da acidez do extrator Mehlich-1 e nem quantificaram os CaCO_3 equivalente dos solos.

O extrator Mehlich-1 ($0,05 \text{ mol L}^{-1}$ de HCl e $0,0125 \text{ mol de L}^{-1} \text{ H}_2\text{SO}_4$) tem boa capacidade preditiva em solos ácidos (pH < 6,0), com baixa CTC e pobres ou sem formas de P ligadas à Ca (P-Ca) (Novais et al., 2007). No entanto, essas características não estão presentes em grande parte dos solos do semiárido, como nos solos derivados de calcário da Chapada do Apodi, localizados entre os vales dos rios Piranhas-Açu (RN) e Jaguaribe (CE).

Em solos argilosos e naqueles com maiores teores de CaCO_3 , o pH inicial de 1,2 do Mehlich-1, durante o processo de extração, aumenta em direção ao do solo. Ao mesmo tempo, o SO_4^- do extrator é adsorvido em sítios não ocupados pelo P. Tal fato faz com que o extrator perca a sua capacidade de extração ou subestime o P disponível (Guo et al. 1996; Novais et al., 2015).

Em contraste, o Mehlich-1 superestima o P disponível em solos naturalmente ricos em P-Ca ou fertilizados com fosfato de rocha, uma vez que extrai muito mais P nesses solos do que está disponível para plantas (Souza et al., 2017; Valadares et al., 2017)

Os métodos Olsen e resina de troca iônica apresentam potencial para os solos do semiárido. Uma solução alcalina de NaHCO_3 proposta por Olsen et al. (1954) para solos calcários, se mostrou adequada para solos ácidos e alcalinos do Estado de Pernambuco (Rocha et al., 2005). Esse extrator ainda apresenta baixa sensibilidade ao P-Ca do fosfato de rocha (Hartmann et al., 2019). Segundo Raij et al. (2001), a extração de P pela resina trocadora de

íons é a que melhor imita a absorção de P pelas plantas. Esse método foi adequado para 12 solos do Estado da Paraíba com ampla variação nas características químicas e físicas (Farias et al., 2009). No entanto, as dificuldades analíticas impedem o uso da resina na maioria dos laboratórios de rotina no Brasil.

Mediante a hipótese da perda da capacidade preditiva do Mehlich-1 nos solos alcalinos, há necessidade de se avaliar outros extratores menos afetados pela alcalinidade do solo. Assim, nesse trabalho objetivou-se comparar o desempenho dos métodos Mehlich-1, Olsen e resina trocadora de íons em solos do semiárido.

2. REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Fósforo no Solo

O fósforo (P) é um macronutriente essencial para as plantas, desempenhando um papel fundamental para o crescimento e desenvolvimento. É considerado o mais indisponível de todos os nutrientes minerais devido a sua forte interação com os constituintes dos solos (Novais et al., 2007).

As raízes das plantas absorvem P na forma de íons ortofosfato, principalmente H_2PO_4^- em pH ácido e $\text{H}_2\text{PO}_4^{2-}$ em pH alcalino, da solução do solo. Embora o teor de P total dos solos, seja elevado, menos de 0,1% desse total é encontrado na solução do solo (Novais et al., 2007). Isso porque uma grande proporção do P é pouco solúvel, resultando em uma baixa disponibilidade para as plantas.

O P é encontrado no solo nas formas orgânicas (Po) e inorgânicas (Pi) que diferem muito em sua disponibilidade para as plantas. Dependendo do solo, 30 a 65% do P total (Pt) é orgânico, mas as formas inorgânicas, geralmente, são as que mais contribuem para a disponibilidade de P para as plantas (Condrón et al., 2005). Estudos de fracionamento mostraram que P-Al e P-Fe são as formas do P inorgânico preferencialmente absorvidas pelas plantas. E o P ligado a cálcio (P-Ca), praticamente, não é esgotado pela planta, a menos que essa tenha mecanismo para acidificar a rizosfera (Cabeza et al., 2017; Souza Júnior et al., 2012).

A disponibilidade de P é diferente em solos ácidos e alcalinos. Nos solos muito intemperizados, geralmente ácidos, o P é ligado principalmente a cátions metálicos Al^{3+} e Fe^{3+} formando fosfatos de alumínio (P-Al) e de ferro (P-Fe). Em solos alcalinos, geralmente pH 7,5 a 8,5, e calcários (> 2,0% equivalente de CaCO_3) uma grande parte do P é precipitado com Ca^{2+} para formar fosfato de cálcio (P-Ca), embora possa ser adsorvido na superfície da calcita (CaCO_3) e minerais de argila, tornando-se mais indisponível (Chowdhury et al., 2018; Hopkins & Ellsworth, 2005).

Assim, a ciclagem de P do solo é extremamente complexa e varia com morfogênese do solo, mineralogia, teor de matéria orgânica, água, atividade dos cátions Fe, Al e Ca e pH (Zhu et al., 2018), mas a fixação e disponibilidade de P para as plantas é regida, principalmente, pelo pH do solo (Figura 1). Em solos de pH fortemente ácidos, a formação de fosfatos de ferro e alumínio resulta na baixa disponibilidade de P, melhorando à medida que o pH se aproxima de quase neutro. A máxima solubilidade e disponibilidade de P para a planta ocorre a pH 6,5 (Penn & Camberato, 2019). E diminui novamente à medida que o pH aumenta para a faixa alcalina.

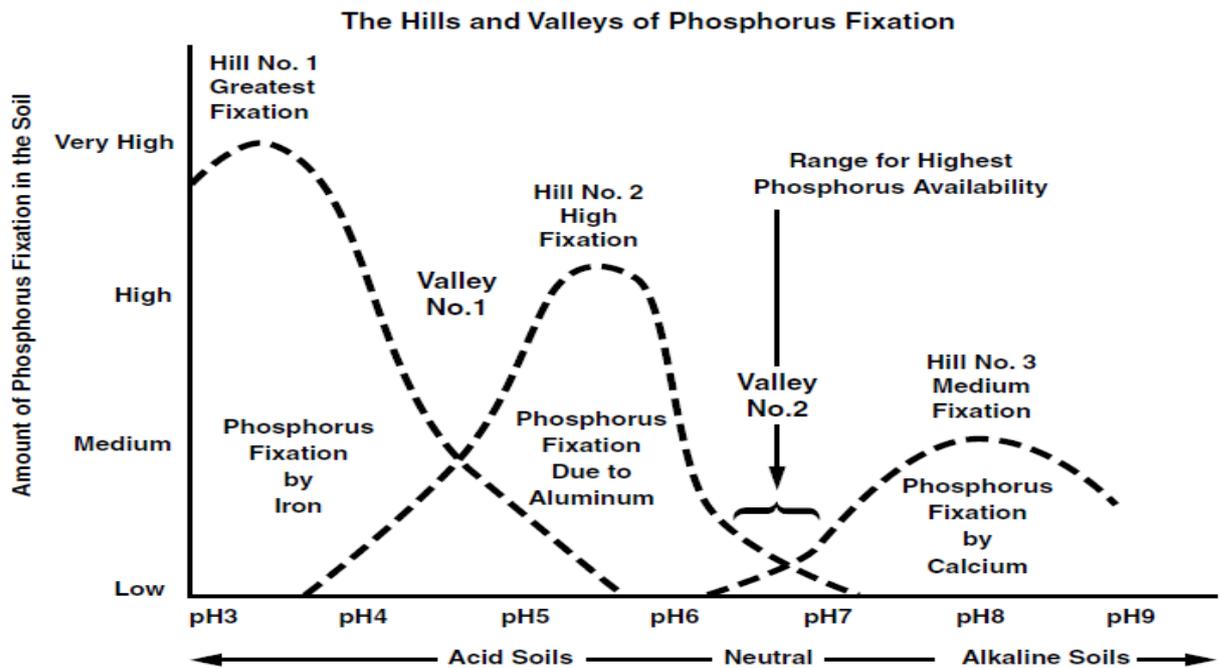


Figura 1. Os picos e os vales da fixação de fósforo em faixas de pH. Fonte: Jones (2001).

Novais et al. (2007) explicam o modelo de disponibilidade de P no solo pelas plantas no sistema solo-planta regido por três fatores. O fator Quantidade (Q) ou P da fase sólida em equilíbrio com o fator Intensidade (I) ou P da solução do solo. Estes, por sua vez, estão relacionados através do fator Capacidade Tampão de Fósforo (Q/I) que é a capacidade da fase sólida do solo em manter a concentração de P em solução. Desta forma, solos argilosos com alta CTF, apresentam menores concentrações de P na solução do solo. Por outro lado, os solos arenosos com baixa CTF, apresentam maiores concentrações de P.

A capacidade tampão de fósforo nos solos ácidos a neutros é em função das quantidades e cristalinidade dos óxidos hidratados de Fe e Al. Em solos alcalinos e calcários, as quantidades trocáveis de Ca^{2+} e CaCO_3 determinam a capacidade tampão de P. Além disso, os minerais da fração argila influenciam na liberação de P. Isso porque a fixação de P na superfície dos minerais reduz a concentração de P na solução do solo (Eriksson et al., 2015; Hopkins e Ellsworth, 2005).

Uma medida do tamponamento de P no solo é comumente determinada nos laboratórios de análise de solo. O P-remanescente (P-rem) é avaliado agitando 5 cm³ de TFSA em 50 mL de solução de CaCl_2 10 mmol L⁻¹ contendo 60 mg L⁻¹ de P por 5 minutos, seguido de repouso por 16 horas durante a noite. Em seguida, é medida a concentração de P que permanece na solução (Alvarez V. et al., 2000).

2.2 Avaliação do P Disponível

A análise do solo com fósforo (P) é importante para determinar o nível de fertilidade desse nutriente no solo e minimizar o potencial de perdas de P no solo. Entretanto, não há uma única forma de P no solo potencialmente absorvível pelas plantas, mas muitas formas com solubilidade diferentes (Cabeza et al., 2017; Souza Júnior et al., 2012), tornando a quantificação do P no solo complexa.

Além disso, o P utilizado pelas plantas não depende somente da concentração na solução do solo, mas principalmente da taxa de liberação de P da superfície do solo para a solução do solo (Novais et al., 2007). Assim, o valor da análise de P é um índice de disponibilidade, correspondente ao teor de P utilizado pelas plantas.

Um grande número de métodos de extração tem sido utilizado para extrair o P do solo (Tabela 1). A maioria deles é específica para alguma particularidade do solo e nenhum deles é considerado universalmente aplicável (Singh et al., 2020).

Tabela 1. Extratores do “P-disponível” mais frequentemente utilizados

Extrator	Composição	Relação solo:extrator	Referência
Ácido cítrico	Ácido cítrico a 10 g/L	1:10	Dyer (1894)
Bray-1	HCl 25 mmol/L + NH ₄ F 30 mol/L	1:10 ^{1/}	Bray e Kurtz (1945)
Bray-2	HCl 100 mmol/L + NH ₄ F 30 mmol/L	1:17 ^{1/}	Bray e Kurtz (1945)
CaCl ₂	CaCl ₂ 10 mmol/L		Schofield (1955)
Egner	Lactato de Ca 10 mmol/L + HCl 20 mmol/L	1:20	Egner et al. (1960)
IAC	H ₂ SO ₄ 25 mmol/L	1:10	Catani e Gargantini (1954)
Mehlich-1	HCl 50 mmol/L + H ₂ SO ₄ 12,5 mmol/L	1:4 ^{1/}	Melich (1953)
Mehlich-2	NH ₄ F 15 mmol/L + CH ₃ COOH 200 mmol/L + NH ₄ Cl 200 mmol/L + HCl 12 mmol/L	1:10	Melich (1978)
Mehlich-3	NH ₄ F 15 mmol/L + CH ₃ COOH 200 mmol/L + NH ₄ NO ₃ 250 mmol/L + HNO ₃ 13 mmol/L + EDTA 1 mmol/L	1:10	Mehlich (1984)
Morgan	CH ₃ COOH 540 mmol/L + NaC ₂ H ₃ O ₂ 700 mmol/L (pH = 8)	1:10	Morgan (1941)
Olsen	NaHCO ₃ 500 mmol/L (pH = 8,5)	1:20	Olsen et al. (1954)
Papel aniônico	Papel de filtro impregnado de Fe(OH) ₃	2 ^{2/}	Van der Zee et al. (1987)
Resina	Resina de adsorção aniônica	-	Amer et al. (1955)
Resina	Resina mista (catiônica + aniônica)	-	Raij et al. (1986)
Truog	H ₂ SO ₄ 1 mmol/L + (NH ₄) ₂ SO ₄ (pH = 3,0)	1:100	Truog (1930)
Valor A	³² P	-	Fried e Dean (1952)
Valor E	Troca isotópica entre solo-P e ³² P	-	McAuliffe et al. (1948)
Valor L	Troca isotópica entre solo-P e ³² P avaliada por meio de planta	-	Larsen (1952)

^{1/} No Brasil, esses extratores têm sido utilizados numa relação solo:extrator de 1:10. ^{2/} 40,2 cm² de papel aniônico/2,5 cm² de solo (Gjorup et al., 1993). Fonte: Adaptado de Novais e Smyth (1999).

Esses métodos são classificados em dois grandes grupos: extratores químicos que compreendem as soluções químicas e métodos de dissipação de íons compreendendo a resina, tiras de papel de filtro impregnadas com óxido de ferro e mais recentemente o gradiente de difusão em filmes finos, DGT (Nafiu, 2006).

De um modo geral, os extratores químicos são mais limitados porque são adequados para tipos de solos específicos. As quantidades extraídas dependem da natureza química do extrator, formas dominantes de P, propriedades do solo como pH ou natureza das superfícies adsorventes (Recena et al., 2017), restringindo o uso desses extratores em diferentes tipos de solo. Com isso, quando o extrator é utilizado em condições fora das recomendadas, os valores do P disponível podem ser subestimados ou superestimados.

Contudo, a precisão desses extratores químicos pode ser aprimorada quando combinada com outra medida que forneça as informações da capacidade tampão de fósforo no solo (Alvarez V. et al., 2000; Rogeri et al., 2016; Sánchez-Alcalá et al., 2015). O que não ocorre com os métodos dissipadores de íons, em especial a resina, que extraem o P-lábil indiscriminadamente, independente das propriedades dos solos. Além disso, não alteram a composição química do solo, em contraste com os extratores químicos (Rajj e Silva, 1999). E por isso, simulam a ação das raízes das plantas, removendo o P da solução do solo em equilíbrio com o P da superfície.

Kuo (1996) classificou os extratores de P no solo nas seguintes categorias: concentrações diluídas de ácidos fortes, concentrações diluídas de ácidos fortes mais uma solução complexante, concentrações diluídas de ácidos fracos e soluções alcalinas tamponadas, solução de água ou de sal sem buffer, resina de troca aniônica ou tiras de papel de filtro impregnadas com óxido de ferro e troca isotópica com ^{32}P .

As soluções ácidas fortes são restritas a solos ácidos com as formas P-Fe e P-Al predominantes, pois não são confiáveis em solos com teor de CaCO_3 e solos adubados com fosfato de rocha (Nelson et al., 1953). As soluções alcalinas tamponadas foram desenvolvidas para solos alcalinos e calcários onde o P está ligado Ca (Olsen et al., 1954). A resina trocadora de íons pode é adequada em grande variedade de solos (Amer et al., 1955).

Portanto, a seleção de um extrator de P no solo depende muito das formas dominantes do Pi (Mehlich, 1984), mas a escolha é determinada pela correlação entre o valor de P extraído pelo método e o P absorvido pela planta (Alvarez v., 1996). Portanto, um método de análise de solo ideal é aquele que é simples, rápido, confiável, menos caro e facilmente adaptável às situações (Singh et al., 2020), mas principalmente aquele com capacidade de extrair de maneira semelhante às raízes das plantas.

2.3 Mehlich-1

O método de extração Mehlich-1 ou Carolina do Norte foi desenvolvido por Nelson et al. (1953) para extração de P nos solos dos EUA. Ele é formado pela combinação de (ácido clorídrico (HCl) 0,05 mol L⁻¹ + ácido sulfúrico (H₂SO₄) 0,0125 mol L⁻¹) com o valor de pH em torno de 1,2. Esse extrator é recomendado para extração de P em solos ácidos (pH < 6,5), com baixa CTC (< 10 meq 100 g⁻¹), baixo teor de matéria orgânica (<5%) e pobres ou sem formas de P ligado a Ca (P-Ca).

O Mehlich-1 tem princípio de extração baseado na solubilização ácida e troca iônica. Durante o procedimento de extração, ocorre a solubilização dos fosfatos pelos íons H⁺ e troca do SO₄⁻ do extrator com o PO₄⁻ adsorvido no solo com menor energia de ligação. Ao mesmo tempo, a ocupação dos sítios de adsorção do PO₄⁻ pelo SO₄⁻, mantém o PO₄⁻ não adsorvido em solução. O pH 1,2 favorece a solubilização de formas de P-Ca, e pequenas quantidades de P-Fe e P-Al. Isso ocorre porque o PO₄⁻ são um ânion básico do sal fosfato que se combina prontamente com o íon H⁺ do Mehlich-1.

Esse extrator atende a muitos requisitos de um método para extração de P, K, Na em laboratório de rotina, sendo o mais utilizado no Brasil (Texeira et al., 2017). No entanto, é limitado para solos neutros a alcalinos (Mehlich, 1984). Para corrigir essas limitações e eliminar o agrupamento de solos, foi desenvolvido o Mehlich-2 e Mehlich-3. Esse último apresenta a vantagem de ser multielementar e adequado para uma ampla faixa de pH do solo.

O Mehlich-1 não é confiável para solos neutros e alcalinos ou solos com teor de CaCO₃, pois os carbonatos do solo tendem a neutralizar o ácido, reduzindo assim a capacidade de extração de P (Guo et al., 1996). Em solos argilosos e com maior teor de matéria orgânica, a quantidade de P extraível pelos ácidos também pode ser reduzida. Nessas condições, o pH inicial de 1,2 do método Mehlich-1 é rapidamente elevado para valores de pH próximos ao do solo, caracterizando o desgaste desse extrator. Essa perda do poder de extração leva a menores valores do P disponível ou a subestimação do P disponível, geralmente em solos de maior CTF (Novais et al., 2015).

Em solos que receberam recentemente aplicações de fosfato de rocha, o Mehlich-1 extrai grandes quantidades de P-Ca não-lábil (Freitas et al., 2013; Valadares et al., 2017), levando a maiores valores do P disponível ou superestimação do P disponível. Essa superestimação foi observada em condições naturais de P-Ca em solos de origem calcária de algumas regiões do Brasil (Souza et al., 2017), levando a baixa correlação do P extraído pelo Mehlich-1 com o P absorvido pela planta.

Assim, a capacidade de extração do P disponível pelo método Mehlich-1 sofre grande influência das propriedades do solo ou da capacidade tampão de fósforo do solo. Medidas que expressam a CTF, como o teor de argila e P-Rem são utilizadas para melhorar a capacidade preditiva desse método (Alvarez V. et al., 2000; Rogeri et al., 2016).

2.4 Resina trocadora de íons

A extração de P no solo pela resina de troca aniônica foi investigada pela primeira vez por Amer et al., 1955. A resina é constituída por material poroso inerte, natural ou sintético. É, geralmente, comercializada com formato esférico de diâmetro em torno de 1 mm (Silva e Rajj, 1999), mas o formato de membranas também é utilizado (Schoenau e Huang, 1991). Na estrutura da resina é inserida grupamentos ácidos ou básicos dando uma funcionalidade às resinas. As resinas aniônicas de base forte removem ânions fortes como os fosfatos e as resinas catiônicas fracamente ácida removem os cátions Ca^{2+} e Mg^{2+} e K^{+} .

A resina extrai o P, independentemente das características dos solos, sendo adequado para uma grande variedade de solos. Geralmente, apresenta desempenho superior quando comparado com os extratores químicos (Rajj e Silva, 1999; Recena et al., 2017) . Contudo, é conhecido mundialmente como trabalhoso e pouco adaptado para as condições de análise de rotina (Kovar e Cantarella, 2019).

A grande vantagem desse método é o mecanismo de extração semelhante ao das raízes das plantas. Durante a extração, por troca iônica, os íons trocáveis (P, K^{+} , Ca^{2+} e Mg^{2+}) são desorvidos do solo para a solução do solo, onde podem ser adsorvidos nas resinas (Figura 2).

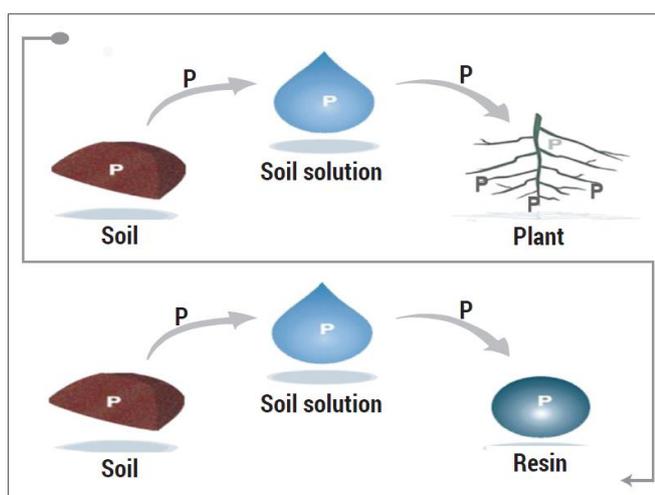


Figura 2. Esquema da extração de P do solo com resina de troca iônica e como ela imita a absorção de P pelo solo pelas plantas. Fonte: Adaptado de Kovar e Cantarella (2019)

O tempo de agitação é um ponto crítico do método da resina, sendo necessário um mínimo de 16 horas para a transferência de grande parte dos elementos do solo para a resina, principalmente se os teores não forem muito altos (Raij, 1998). Nesse sentido, (Titshall et al., 2019) mostraram que a diminuição do tempo de agitação de 16 h para 2 horas, tempo prático para análise em um dia, pode ser viável em baixas concentrações de P, mas é necessário maiores estudos.

Uma adaptação do método da resina de troca aniônica para análise de rotina foi feita por (Raij et al., 2001). Nessa, destacam-se a automação da etapa de separação da resina por peneiramento. Além disso, uma mistura de resina mista (50% aniônica e 50% catiônica) é utilizada para extrair não somente P, mas também outros cátions trocáveis, como K^+ , Ca^{2+} e Mg^{2+} (Raij et al., 2001).

Atualmente, a resina trocadora de íons mista é utilizada para quantificar o P disponível nos laboratórios oficiais de fertilidade do solo do estado de São Paulo. As etapas desse método consistem em: i) pré-acondicionamento para saturar os sítios internos da resina; ii) tratamento para uso diário com a saturação com a solução de $NaHCO_3$ mol L^{-1} em pH 8,5; iii) recuperação da resina com o uso de NaOH para eliminação da matéria orgânica; iv) extração do solo com mistura de resinas trocadoras de íons; v) determinação espectrofotométrica do fósforo.

A quantidade e taxa de extração de P pela resina correspondem à quantidade e taxa de dessorção de P do solo (Amer et al., 1955), levando a alta correlação com o P absorvido pela planta. No entanto, a substituição da resina de troca aniônica pela resina mista levou a maior extração do P-Ca, em comparação com os valores obtidos somente pela resina aniônica (Freitas et al., 2013; Valadares et al., 2017). Provavelmente, a extração de Ca^{2+} pela resina catiônica resulta na solubilização do P-Ca não lábil.

2.5 Olsen

Uma solução de bicarbonato de sódio ($NaHCO_3$) a pH de 8,5 foi desenvolvido e descrito por Olsen et al., (1954) para extração de P em solos alcalinos e calcários, mas apresenta bom desempenho em solos ácidos e neutros. O Olsen tem sido amplamente utilizado para esse fim. Provavelmente, é o método de extração de P no solo mais utilizado em todo o mundo (Raij, 1998).

O método Olsen tem dois princípios de extração. Em solos alcalinos e calcários, a solução de $NaHCO_3$ a pH 8,5 diminui o Ca^{2+} na solução por meio da precipitação do $CaCO_3$, aumentando a dissolução do fosfato de cálcio no solo (Tabela 2).

Tabela 2. Influência da concentração de NaHCO₃ nas concentrações molares dos íons HCO₃⁻, CO₃²⁻ e Ca²⁺ no sistema CaCO₃-H₂O a pH 8,5

NaHCO ₃	HCO ₃ ⁻	CO ₃ ²⁻	Ca ⁺⁺
0.0	0.0014	2.30×10^{-4}	5.30×10^{-4}
.01	.0098	1.56×10^{-4}	3.09×10^{-3}
.10	.0984	1.56×10^{-3}	3.09×10^{-3}
.50	.492	7.80×10^{-3}	6.18×10^{-7}

Nos solos ácidos a neutros, os ânions de troca HCO₂⁻, CO₂⁻ e OH⁻ do Olsen substituem os íons ortofosfatos adsorvidos aos compostos de Fe e Al (Olsen et al., 1954).

Além disso, o aumento das cargas negativas na superfície do solo ou o número reduzido de locais de sorção nas superfícies dos óxidos de Fe e Al em altos níveis de pH também aumentam a dessorção do P na solução (Kuo, 1996). Devido à alta solubilidade dos ácidos húmicos em soluções levemente alcalinas, parte da fração orgânica também é dissolvido por este extrator.

Na Grécia, o método Olsen é utilizado devido a sua adequação para solos calcários. No entanto, Iatrou et al. (2014) apontam esse método como trabalhoso em relação ao método Mehlich-3. Por exemplo, o pH da solução de NaHCO₃ deve ser mantida em pH 8,5 para obter resultados confiáveis e esse método extrai apenas P.

Quando a solução Olsen é aplicada em solos com alto teor de matéria orgânica, os resultados são mais inconsistentes devido à cor escura do extrato, requerendo com isso etapas adicionais nas análises (Nawara et al., 2017). A cor do extrato obtido pelo Olsen varia de amarelado a marrom escuro, dependendo da quantidade de matéria orgânica removida do solo. Com isso, a presença de alta concentração de matéria orgânica pode interferir no desenvolvimento da cor extrato. Além disso, a acidificação do extrato pode precipitar a matéria orgânica. Essas condições não são adequadas para um método colorimétrico (Schoenau e O'Halloran, 2006). As alternativas para remoção da matéria orgânica do extrato são com poliacrilamidas (Banderis et al., 1976) ou carvão ativado pré-lavado com HCl 6 mol L⁻¹ (Olsen et al., 1954), porém é muito trabalhoso remover todo o P do carvão.

Além disso, estudos mostraram que a temperatura é um fator muito importante no método Olsen. Nesse sentido, Zhang et al. (2020), ao testar o efeito da temperatura na extração de P na extração com o Olsen, mostraram que a temperatura de 25 °±1 é a adequada. Com isso, deve-se usar um dispositivo de controle de temperatura na incubadora durante o processo de extração. Essa temperatura deve ser mantida também durante a determinação do P e a correção da

temperatura deve ser feita quando necessária, pois o desenvolvimento da cor do complexo azul fosfomolibdato também sofre essa influência (Schoenau e O'Halloran, 2006).

Os íons ortofosfatos do extrato Olsen são medidos pelo método colorimétrico e uso de ácido ascórbico desenvolvido por (Murphy e Riley, 1962). Watanabe e Olsen, (1965) modificaram a solução Murphy & Riley propondo a absorvância de 880 nm. Segundo esses autores, com esse comprimento de onda não é necessária a remoção da matéria orgânica com carvão ativado. O comprimento de onda de 712 nm pode ser utilizado quando o extrato do Olsen for levemente colorido, pois a interferência nessas condições é insignificante (Tiessen & Moir, 2009).

O tempo de extração é o necessário para atingir o equilíbrio da reação (Jones, 2001). Uma modificação no tempo de extração do método Olsen foi proposto por Colwell (1963) de 30 minutos para 16 horas e na relação solo/solução de 1:20 para 1:50. Segundo esses autores, a maior diluição do extrato e o maior tempo de equilíbrio fornecem resultados mais reprodutíveis. Isso se deve a menor interferência da matéria orgânica no extrato diluído, bem como a menor interferência da capacidade tampão de P no maior tempo de equilíbrio.

Ainda não há um consenso quanto à influência das propriedades do solo no P extraído pelo Olsen. Sánchez-Alcalá et al. (2015) relataram que o P extraído pelo Olsen é moderadamente afetado pelas propriedades do solo. Com isso, a solução de NaHCO_3 tende a superestimar o P disponível em solos fortemente ácidos (5,5 a 6,0) e em solos calcários (7,5 a 8,0). E uma menor quantidade de P é obtida em solos de pH neutro, onde o P adsorvido nas superfícies hidroxiladas de Fe e Al não é prontamente desorvido pelo NaHCO_3 . (Recena et al., 2016) mostraram que as medidas do teor de argila e de pH melhoram a precisão do método Olsen.

Na Nova Zelândia, o P disponível extraído pelo método Olsen é comumente complementado com uma medida da capacidade tampão de P no solo desde 1988. Em trabalho recente, Reid et al. (2020) mostraram que não há uma tendência consistente da influência da capacidade tampão de fósforo no P extraído pelo Olsen. Com isso, uma grande quantidade de fertilizantes pode ser evitada ao desconsiderar a medida da CTF na interpretação do P disponível extraído pelo Olsen.

3. MATERIAL E MÉTODOS

3.1 Descrição do local da pesquisa

Foram coletadas amostras na camada superficial (0 – 30 cm) de 10 solos representativos da região semiárida localizada entre o vale do rio Piranhas-Açu, no Rio Grande do Norte, e o vale do rio Jaguaribe, no Ceará, utilizados principalmente na agricultura irrigada (Figura 1). Os locais de coleta das amostras estavam cobertos pela vegetação nativa e sem histórico de uso de fertilizantes. Um dos solos é derivado de arenito (RQ), dois derivados de sedimentos do Grupo Barreiras (LVA e PVA1), outro de sedimentos aluviais (RY) e seis solos derivados de calcário (CX1, CX2, CX3, PVA2, MD e VX).

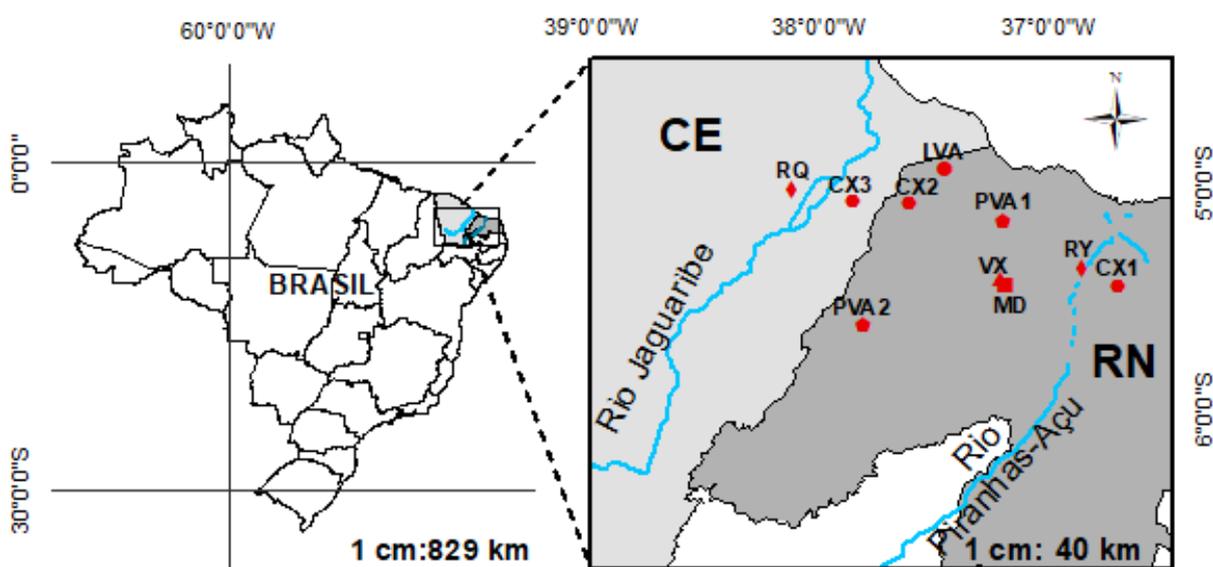


Figura 3. Distribuição espacial dos locais de coleta de solos representativos da região semiárida localizada entre o vale do rio piranhas-Açu, no Rio Grande do Norte, e o vale do rio Jaguaribe, no Ceará

As amostras de solo foram levadas para o laboratório de fertilidade do solo da UFERSA, secas ao ar e à sombra, destorroadas e passadas em peneira de 4,0 mm de malha. Uma subamostra de cada amostra de solo passou por uma peneira de 2,0 mm (TFSA) para realização de análises físicas e químicas de acordo com Teixeira et al. (2017) (Tabela 3). O fósforo remanescente (P-rem) foi avaliado após agitação de 5 cm³ de TFSA com 50 mL de solução de CaCl₂ 10 mmol L⁻¹ contendo 60 mg L⁻¹ de P por 5 minutos, seguido de decantação por 16 horas (Alvarez v. et al., 2000). O teor de P que restou na solução foi determinado pelo método Braga & Defelipo (1974).

Tabela 3. Características físicas e químicas dos dez solos utilizados no experimento⁽¹⁾

Característica ⁽¹⁾	Solo ⁽²⁾									
	RQ	LVA	PVA1	RY	CX1	CX2	PVA2	MD	CX3	VX
Areia (g kg ⁻¹)	920	940	850	640	680	660	520	290	380	290
Silte (g kg ⁻¹)	40	10	20	22	70	70	90	160	220	320
Argila (g kg ⁻¹)	40	50	130	140	250	270	390	550	400	390
Densidade solo (kg dm ⁻³)	1,64	1,59	1,57	1,35	1,39	1,42	1,38	1,20	1,37	1,28
K-Freundlich ⁽³⁾	0,032	0,052	0,061	0,040	0,154	0,144	0,153	0,293	0,406	0,226
CMSP ⁽⁴⁾ (mg g ⁻¹)	0,050	0,087	0,101	0,077	0,383	0,436	0,454	0,880	0,884	0,774
P-rem ⁽⁵⁾ (mg L ⁻¹)	57,9	58,8	52,1	49,1	22,7	33,0	25,9	12,1	11,6	18,1
Fe ₂ O ₃ ⁽⁶⁾ (g kg ⁻¹)	1,86	2,14	12,69	45,23	23,01	47,07	44,12	72,86	121,39	50,03
Fe cristalino ⁽⁷⁾ (g kg ⁻¹)	0,07	0,49	7,17	1,81	8,79	17,57	23,42	20,76	40,46	7,21
Fe amorfo ⁽⁸⁾ (g kg ⁻¹)	0,12	0,32	0,80	2,03	1,25	0,47	1,22	2,73	1,81	1,68
Equiv. CaCO ₃ (g kg ⁻¹)	1,11	1,01	1,59	8,22	6,76	4,23	15,34	27,53	9,49	254,56
pH	5,6	4,6	4,1	6,5	6,7	6,6	7,5	7,6	6,7	8,0
P-Ca (mg dm ⁻³) ⁽⁹⁾	2,82	2,45	2,69	179,25	2,87	4,88	7,79	15,69	16,46	-
Mat. Org. (g kg ⁻¹)	5,1	2,4	7,5	6,2	9,1	9,4	5,5	14,4	11,0	7,0
P-Mehlich-1 (mg dm ⁻³)	5,0	3,3	4,2	60,7	2,0	4,5	3,7	3,1	4,8	1,6
K ⁺ (mg dm ⁻³)	53,3	16,7	35,7	137,3	184,3	144,8	233,9	185,8	149,5	64,0
Na ⁺ (mg dm ⁻³)	8,5	7,6	20,1	133,1	20,9	54,0	40,0	47,1	116,3	76,2
Ca ²⁺ (cmol _c dm ⁻³)	0,89	0,24	0,74	6,94	12,23	6,04	9,33	40,33	11,50	35,73
Mg ²⁺ (cmol _c dm ⁻³)	0,73	0,25	0,29	3,10	1,68	1,17	3,03	4,77	1,29	5,60
Al ³⁺ (cmol _c dm ⁻³)	0,10	0,24	0,61	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
(H+Al) (cmol _c dm ⁻³)	1,71	1,23	4,02	1,19	1,81	1,58	0,13	0,15	1,97	0,00
SB (cmol _c dm ⁻³)	1,79	0,56	1,20	10,97	14,47	7,81	13,13	45,78	13,68	41,83
t (cmol _c dm ⁻³)	1,89	0,80	1,81	10,97	14,47	7,81	13,13	45,78	13,68	41,83
CTC (cmol _c dm ⁻³)	3,50	1,79	5,22	12,16	16,28	9,39	13,26	45,93	15,65	41,83
V (%)	51	31	23	90	89	83	99	100	87	100

⁽¹⁾Análises químicas e físicas realizadas de acordo com Teixeira et al. (2017). ⁽²⁾RQ = Neossolo Quartzarênico (Russas-CE); LVA = Latossolo Vermelho-Amarelo (Mossoró-RN); PVA1 = Argissolo Vermelho-Amarelo (Mossoró-RN); RY = Neossolo Flúvico (Carnaubais-RN); CX1 = Cambissolo Háplico (Afonso Bezerra-RN); CX2 = Cambissolo Háplico (Baraúna-RN); PVA2 = Argissolo Vermelho-Amarelo (Apodi-RN); MD = Chernossolo Rêndzico (Mossoró-RN); CX3 = Cambissolo Háplico (Quixeré-CE); VX = Vertissolo Háplico (Mossoró-RN). ⁽³⁾Constante “k” da isoterma de Freundlich. ⁽⁴⁾CMSP = Capacidade máxima de sorção de fosfato. ⁽⁵⁾P-rem = fósforo remanescente (ALVAREZ V. et al., 2000). ⁽⁶⁾Ferro extraído com ataque sulfúrico da TFSA. ⁽⁷⁾Diferença entre o ferro extraído com Ditionito-citrato-bicarbonato e o ferro amorfo extraído com oxalato de amônio. ⁽⁸⁾Ferro amorfo extraído com oxalato de amônio. ⁽⁹⁾ Fósforo inorgânico ligado a cálcio. Fonte: Paiva (2019).

3.2 Projeto experimental e manejo de milho

O experimento foi conduzido em casa de vegetação do Centro de Ciências Agrárias da UFERSA, no período de fevereiro a março de 2019. Os tratamentos foram distribuídos ao acaso, em blocos casualizados, com arranjo fatorial 10×4, sendo 10 solos e 4 doses de fósforo, com três repetições. As 120 unidades experimentais foram constituídas por vasos plásticos contendo 3,0 dm³ de solo, onde foram cultivadas duas plantas de milho (*Zea mays* L.) híbrido Priorizi M274 Morumbi (Figura 4).



Figura 4. Distribuição dos vasos na casa de vegetação. Mossoró/RN, 2019.

A necessidade de calagem para os solos (RQ, LVA e PVA1) foi calculada pelo método da saturação por bases ($V_e = 50\%$) (Raij et al., 1997) e pelo método da neutralização do Al^{3+} e elevação dos teores de Ca^{2+} e de Mg^{2+} ($mt = 15\%$; $X = 2 \text{ cmolc dm}^{-3}$) (Ribeiro et al., 1999). A quantidade de $CaCO_3$ (p.a.) adicionada em cada solo correspondeu à média aritmética dos valores de necessidade de calagem estimados por esses dois métodos.

As quantidades de solo, correspondente a 3,3 dm³, foram colocadas em sacos plásticos. O $CaCO_3$ (p.a.) foi dissolvido em quantidade de água necessária para atingir 50% da porosidade total do solo e aplicado em 100% do volume de solo. A mistura do solo e $CaCO_3$ foi incubada por 14 dias com os sacos não vedados. Após esse período, as amostras foram secas ao ar, destorroadas e novamente passadas em peneira de 4 mm.

Com base nos valores de P-rem, medida que tem alta correlação com a CTF, os solos foram divididos em três grupos: baixa, média e alta CTF. Os solos RQ, LVA e PVA1 com P-rem variando de 50 a 60 mg L⁻¹ e pH 4,1 a 5,6, constituíram o grupo de baixa CTF; os solos RY, CX1, CX2 e PVA2 com P-rem variando de 20 a 49 mg L⁻¹ e pH 6,5 a 7,5, constituíram o

grupo de média CTF; e os solos MD, CX3 e VX com P-rem menor que 20 mg L⁻¹ e pH 6,7 a 8,0, constituíram o grupo de solos de alta CTF.

As doses de P aplicadas em cada solo foram definidas de acordo com o P-rem (Alvarez v. et al., 2000). Cada solo recebeu quatro doses de P correspondendo aos níveis 0, 1, 2 e 4, sendo que o nível 4 correspondeu a maior dose aplicada. Dessa forma, os solos do grupo de baixa CTF receberam as doses 0,0; 32,5; 65,0 e 130,0 mg dm⁻³ de P, os solos de média CTF receberam as doses 0,0; 45,0; 90,0 e 180 mg dm⁻³ de P e os solos de alta CTF receberam as doses 0,0; 57,5; 115,0 e 230,0 mg dm⁻³ de P. A fonte de P, K₂HPO₄ (p.a), foi dissolvida em água destilada e aplicada em 100% do volume de solo. As amostras com o P ficaram incubadas por 30 dias com os sacos não vedados e a umidade do solo mantida em 50% da porosidade de cada solo.

Depois desse período de incubação, as amostras foram novamente secas ao ar, destorroadas em peneira de 4 mm e transferidos para os vasos plásticos na casa de vegetação. Antes do cultivo do milho, de cada saco foi coletada uma subamostra de 0,3 dm³ de solo para determinação dos teores de P disponível pelos extratores Mehlich-1, Olsen e resina trocadora de íons.

Um dia antes do plantio todas as amostras dos solos dos vasos foram adubadas com solução nutritiva. As doses e as fontes dos nutrientes aplicados foram de acordo com Farias et al. (2009): 50 mg dm⁻³ de N ((NH₄)₂SO₄), 50 mg dm⁻³ de K (KCl); 4 mg dm⁻³ de Mn (MnCl₂.4H₂O); 4 mg dm⁻³ de Zn (ZnSO₄.7H₂O); 1,5 mg dm⁻³ de Cu (CuSO₄.5H₂O); 0,5 mg dm⁻³ de B (H₃BO₃) e 0,15 mg dm⁻³ de Mo ((NH₄)₆Mo₇O₂₄.4H₂O).

Em cada vaso foram semeadas sete sementes de milho. Cinco dias após a emergência foi feito um desbaste, deixando-se duas plantas por vaso. Durante o cultivo das plantas, foram realizadas adubações de cobertura que corresponderam: 5 mg dm⁻³ de Fe (FeCl₃.6H₂O dissolvido em solução diluída de EDTA) e doses adicionais de N e S: 50 mg dm⁻³ de N (CO(NH₂)₂ na primeira semana; 22,7 de mg dm⁻³ de S ((NH₄)₂SO₄) e 30,2 mg dm⁻³ de N (CO(NH₂)₂ na segunda semana e 50 mg dm⁻³ de N ((NH₄)₂SO₄) no terceira semana. Os vasos foram pesados diariamente e água deionizada foi adicionada aos solos para manter a umidade do solo correspondente a 50% da porosidade total de cada solo.

3.3 Análises de solo e planta

Após 31 dias de cultivo, a parte aérea das plantas de milho foi cortada a um centímetro acima do nível do solo do vaso, lavada com água corrente e depois enxaguada com água deionizada. A parte aérea das plantas foi armazenada em saco de papel perfurado para facilitar a secagem, a qual inicialmente foi feita na casa de vegetação por um dia e depois em estufa de

circulação forçada de ar a 68 °C até massa constante. Para aumentar a área de superfície, foram feitos cortes nos caules das plantas antes da estufa.

Nas amostras secas, foi avaliada a massa da matéria seca na parte aérea das plantas. Na sequência, as amostras foram moídas e peneiradas (<1,7 mm) em moinho tipo Wiley e armazenadas em potes plásticos. De cada amostra, foi transferido 0,4 g para tubo de teflon e depois digerido com HNO₃ 65% p.a. em um sistema de digestão úmida em forno microondas (Silva, 2009). Após a digestão, o extrato foi filtrado em papel filtro quantitativo lento e a concentração de P foi medida por colorimetria (Braga & Defelipo, 1974). Com base na massa da matéria seca e no teor de P na planta, calculou-se o conteúdo de P na parte aérea das plantas de cada vaso, conforme Souza et al. (2017):

$$C = \frac{\text{Teor} \times \text{MMS} \times f}{100}$$

Onde:

CP = Conteúdo de P (mg por planta);

Teor = Teor de P na planta (g kg⁻¹);

MMS = Massa de matéria seca da planta (g por planta);

f = 1000, corresponde ao fator de conversão de unidade (grama para miligrama).

O P foi extraído das amostras de solos pelos métodos Mehlich-1 (Texeira et al., 2017), Olsen (Schoenau & O'halloran, 2006) e resina trocadora de íons (Raij et al., 2001). As análises com o método da resina foram realizadas no Laboratório de rotina de solos do Instituto Agrônômico de Campinas (IAC). Utilizou-se uma mistura de 50% de Resina Aniônica Amberjet 4200 e 50% de Resina Catiônica Amberjet 1000.

As demais análises foram realizadas no laboratório de Fertilidade do Solo da UFERSA. A concentração do P disponível nos extratos obtidos pelos métodos Mehlich-1 e Olsen foi determinada pelo método Braga & Defelipo (1974), em espectrofotômetro UV/VIS (UV-340G, GEHAKA). Para obter resultados mais exatos e precisos, todas as vidrarias utilizadas foram previamente lavadas e colocadas de molho em solução ácida HNO₃ 3 mol L⁻¹ por no mínimo 24 horas. Em seguida essas vidrarias foram enxaguadas com água destilada e secas ao ar.

Na extração com o Mehlich-1, as amostras foram agitadas por 5 minutos na rotação de 120 rpm (Santos et al., 2015). Para a avaliação do desgaste da acidez do Mehlich-1, mediu-se o pH da suspensão extrato-solo logo após o tempo de 5 minutos de extração e depois do período de decantação de 16 horas, conforme Novais et al. (2015).

Na extração de P pelo Olsen (NaHCO_3 $0,5 \text{ mol L}^{-1}$ a pH 8,5) utilizou-se a relação solo:solução de 1:20 ($2,5 \text{ cm}^3$ de solo para 50 mL do extrator). Em cada erlenmeyer foi adicionado 0,4 mL de uma suspensão de carvão ativado preparada na proporção de 1:6 (1 g de carvão mais 6 mL de água destilada) para eliminar as interferências das substâncias húmicas dos extratos. Em seguida, as amostras foram agitadas durante 30 minutos a 120 rpm e a $25 \text{ }^\circ\text{C}$ de temperatura em incubadora com agitação orbital (SL-222, SOLAB).

Após a agitação, o extrato foi filtrado em papel filtro quantitativo médio (Marca Unifil C40 faixa branca) em no máximo 30 minutos. Para acidificar os extratos, foram adicionadas entre uma a duas gotas do indicador p-nitrofenol 0,25% (m/v) que resultou em uma solução amarela (pH $>7,6$). Logo depois, foram adicionadas lentamente entre dez a quinze gotas da solução de H_2SO_4 $0,25 \text{ mol L}^{-1}$ na lateral do tubo de ensaio para evitar a rápida evolução do CO_2 e perda da solução, até a solução ficar menos colorida (pH $<5,0$). Em seguida, determinou-se o P nos filtrados. Antes de ser utilizado nas análises, o carvão ativado foi lavado com HCl 6 mol L^{-1} , seguido de repetidas lavagens com água destilada. Uma amostra em branco com e sem o carvão ativado foi analisada para indicar se a remoção de todo o P do carvão foi bem sucedida.

3.4 Análise estatística

Os dados obtidos foram submetidos às análises de variância e de regressão. Foram ajustadas equações de regressão linear para os teores de P disponível pelos três extratores em função das doses de P aplicadas, para obtenção das taxas de recuperação de P pelos extratores. Uma análise de correlação (Pearson) foi feita entre essas taxas de recuperação de P e as características do solo relacionadas com a CTF a nível de significância de 1% e 5%.

Para avaliar a capacidade preditiva dos extratores quanto à disponibilidade de P dos solos para as plantas, foram ajustadas equações de regressão linear simples para os conteúdos de P na parte aérea das plantas em função dos teores de P disponível pelos três extratores (Alvarez V., 1996). Considerou-se adequado o método que apresentou valores de $R^2 > 0,70$.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Teores de P disponível no solo e taxas de recuperação pelos extratores Mehlich-1, resina trocadora de íons mista e Olsen

A quantidade extraída de P variou consideravelmente entre os métodos de extração. Em todos os solos e níveis de P, as médias do P disponível obtidas pelo Mehlich-1 variaram de 9,35 a 60,14 mg dm⁻³, 5,87 a 81,59 mg dm⁻³ para a resina e 4,26 a 68,52 mg dm⁻³ para o Olsen (Tabela 4). A maior diferença entre o valor mais baixo e o mais alto foi encontrado para o Mehlich-1 nos solos VX e RY, respectivamente. No solo RY, o Mehlich-1 extraiu 71 % e 82% mais P que a resina e o Olsen, respectivamente. Em contraste, esse extrator extraiu 96% e 92% a menos que a resina e o Olsen, respectivamente, no solo VX.

Considerando as médias das quatro doses de P aplicadas, a resina apresentou o menor valor de coeficiente de variação (CV = 26%) e o Mehlich-1 a maior variação entre solos (CV = 107%) (Tabela 4). Quando esse valor de CV é elevado para um extrator, significa que a capacidade de extração de P pode ser maior ou menor, dependendo muito das características dos solos (Shahriaripour et al., 2018).

A resina foi o extrator que apresentou a maior capacidade de recuperação do P aplicado, com média de 0,4442 mg dm⁻³ de P extraído para cada mg dm⁻³ de P aplicado, seguida do Olsen e do Mehlich-1 (Tabela 5), demonstrando que a transferência de íons ortofosfatos para a resina foi mais eficaz que os mecanismos químicos na liberação de P. A variação nas taxas de recuperação do P foi baixa para a resina (CV = 25%), e elevada para o Olsen (CV = 72%) e o Mehlich-1 (CV = 88%) (Tabela 5). Esses resultados indicam que a capacidade de extração das soluções químicas extratoras é bastante influenciada pelas características dos solos, afetando a eficácia desses extratores (Novais et al., 2007). Por outro lado, a capacidade de extração de P pela resina não variou muito em função das características dos solos (Tabela 5), exceto se essa última influenciar a liberação de P, o que pode ser uma vantagem.

O pH e a CTF dos solos influenciaram as quantidades de P extraídas pelos métodos. A maior extração de P ocorreu nos solos ácidos e baixa CTF (Tabela 3). Isso pode ser atribuído a uma maior solubilidade de P nesses solos. Manghabati et al. (2018), ao comparar extratores de P em solos ácidos e alcalinos, mostraram que o pH do solo influenciou fortemente os resultados obtidos pelos métodos e que essa característica deve ser considerada na extração de P.

O desgaste ou neutralização da acidez nos extratos do Mehlich-1 ocorreu nos solos de pH > 6,0, onde o pH inicial de 1,2 foi elevado em direção ao pH do solo durante o processo de 5 minutos de extração (Tabela 5).

Tabela 4. Teor de P disponível pelos extratores Mehlich-1, resina trocadora de íons e Olsen para diferentes doses de fósforo aplicadas aos solos

⁽¹⁾ Solo	Nível de P ⁽²⁾				Média
	0	1	2	4	
.....P-Mehlich-1 (mg dm ³).....					
RQ	5,52	31,57	60,30	111,35	52,19
LVA	2,23	26,07	53,22	108,41	47,48
PVA1	2,94	16,09	26,53	57,60	25,79
RY	76,13	102,25	114,66	163,17	114,05
CX1	0,80	4,32	13,14	42,54	15,20
CX2	1,91	9,36	19,27	55,68	21,56
PVA2	1,34	4,23	9,35	28,05	10,74
MD	1,06	3,57	7,29	15,56	6,87
CX3	1,41	4,74	6,17	16,23	7,14
VX	0,19	0,40	1,27	2,80	1,17
Média	9,35	20,26	31,12	60,14	30,22
CV (%)	251	151	114	86	107
.....P-Resina (mg dm ³).....					
RQ	2,78	19,41	45,51	80,75	37,11
LVA	3,70	20,60	47,92	81,57	38,45
PVA1	3,41	10,43	19,42	44,34	19,40
RY	21,77	46,51	68,02	104,44	60,19
CX1	3,31	13,84	42,35	94,09	38,40
CX2	4,62	11,01	35,25	77,91	32,20
PVA2	3,49	16,39	38,75	83,94	35,64
MD	4,56	23,35	47,27	92,77	41,99
CX3	6,51	15,54	37,80	80,56	35,10
VX	4,51	15,42	40,04	75,53	33,88
Média	5,87	19,25	42,23	81,59	37,23
CV (%)	97	54	29	19	26
.....P-Olsen (mg dm ³).....					
RQ	3,98	27,09	57,70	106,64	48,85
LVA	2,31	28,45	62,98	139,34	58,27
PVA1	4,75	12,45	22,46	44,66	21,08
RY	13,62	27,86	42,82	78,49	40,70
CX1	2,83	10,57	16,94	49,51	19,96
CX2	3,82	12,15	18,32	47,82	20,53
PVA2	2,16	8,55	18,46	51,91	20,27
MD	2,71	14,49	29,89	72,88	29,99
CX3	4,21	8,95	16,57	39,61	17,34
VX	2,24	11,15	28,62	54,32	24,08
Média	4,26	16,17	31,48	68,52	30,11
CV (%)	80	51	55	47	45

⁽¹⁾De acordo com o Sistema Brasileiro de Classificação de Solos (EMBRAPA, 2006): RQ = Neossolo Quartzarênico (Russas-CE); LVA = Latossolo Vermelho-Amarelo (Mossoró-RN); PVA1 = Argissolo Vermelho-Amarelo (Mossoró-RN); RY = Neossolo Flúvico (Carnaubais-RN); CX1 = Cambissolo Háplico (Afonso Bezerra-RN); CX2 = Cambissolo Háplico (Baraúna-RN); PVA2 = Argissolo Vermelho-Amarelo (Apodi-RN); MD = Chernossolo Rêndzico (Mossoró-RN); CX3 = Cambissolo Háplico (Quixeré-CE); VX = Vertissolo Háplico (Mossoró-RN). ⁽²⁾O nível 4,0 correspondeu à dose máxima de P aplicada. Para os solos RQ, LVA e PVA1, aplicaram-se as doses 0; 32,5; 65,0 e 130 mg dm⁻³ de P. Para os solos RY, CX1, CX2 e PVA2, aplicaram-se as doses 0; 45,0; 90,0 e 180 mg dm⁻³ de P. Para os solos MD, CX3 e VX, as doses de P aplicadas foram 0; 57,5; 115,0 e 230,0 mg dm⁻³ de P.

Tabela 5. pH médio de extração do Mehlich-1 e taxas de recuperação de P pelos extratores Mehlich-1, resina trocadora de íons e Olsen, e P acumulado na planta, como variável dependente de doses de P aplicadas

Solo ⁽¹⁾	pH médio de extração do Mehlich-1 ⁽²⁾		Taxa de recuperação de P pelos extratores			Taxa de recuperação de P pela Planta
	Início	Fim	Mehlich-1	Resina	Olsen	(mg vaso ⁻¹) (mg dm ⁻³) ⁻¹
			----- (mg dm ⁻³)	(mg dm ⁻³) ⁻¹	-----	
RQ	1,21	1,22	0,8168	0,6107	0,7985	0,5721
LVA	1,24	1,24	0,8220	0,6104	1,0685	0,6308
PVA1	1,15	1,24	0,4185	0,3194	0,3110	0,2882
RY	1,32	1,34	0,4721	0,4547	0,3621	0,3115
CX1	1,32	1,39	0,2396	0,5235	0,2610	0,1796
CX2	1,25	1,33	0,3041	0,4261	0,2448	0,1412
PVA2	1,42	1,51	0,1522	0,4575	0,2825	0,0922
MD	1,55	2,08	0,0642	0,3877	0,3097	0,1304
CX3	1,34	1,46	0,0637	0,3332	0,1574	0,0771
VX	5,72	6,51	0,0119	0,3190	0,2327	0,1123
Média	-	-	0,3365	0,4442	0,4028	0,2535
CV(%)	-	-	88	25	72	79

⁽¹⁾De acordo com o Sistema Brasileiro de Classificação de Solos (EMBRAPA, 2006): RQ = Neossolo Quartzarênico, LVA = Latossolo Vermelho-Amarelo, PVA1 = Argissolo Vermelho-Amarelo, RY = Neossolo Flúvico, CX1 = Cambissolo Háplico, CX2 = Cambissolo Háplico, PVA2 = Argissolo Vermelho-Amarelo, MD = Chernossolo Rêndzico, CX3 = Cambissolo Háplico e VX = Vertissolo Háplico. ⁽²⁾O pH de extração foi medido logo após a adição do extrator Mehlich-1 à amostra do solo, e 16 horas após a decantação da mistura solo:extrator, antes da leitura do P. Média de três repetições.

Um expressivo desgaste ocorreu nos solos alcalinos calcários (pH: 7,6 a 8,0; equivalente de CaCO₃: 27,53 a 254,56 g kg⁻¹), resultando em baixa extração de P nos solos MD e VX.

Em um estudo de perda da capacidade de extração do Mehlich-1 em 20 amostras de solos com acentuada variação de CTF, Novais et al. (2015) observaram, ao relacionar o pH do extrato-solo após 16 horas com o P-rem, que não houve desgaste com efeito expressivo em solos ácidos.

Comportamento semelhante foi observado para o Bray-1 dado ao seu caráter ácido, como o do Mehlich-1, em solos alcalinos calcários do estado Idaho nos EUA. Nesse estudo, Dari et al. (2019) mostraram que o pH sozinho não explicaria a subestimação do P disponível pelo Bray-1 nesse solos, pois um alto valor de pH do solo não significa, necessariamente, que o solo terá alto teor de CaCO₃. Ao relacionar o pH e o teor de CaCO₃, perceberam que o Bray-1 foi o único extrator com valores de P disponível igual a zero nos solos com pH > 7,5 e teor de CaCO₃ > 6,2 g kg⁻¹.

Assim, os teores de CaCO₃ dos solos devem ser levados em consideração para explicar a baixa extração de P pelos extratores ácidos em solos calcários. Nesse sentido, Rodriguez (2017) propôs um método gravimétrico simples para separar e quantificar os carbonatos em solos

calcários. Segundo esse autor, os carbonatos do tipo calcita e calcita-domilita são altamente reativos e capazes de neutralizar a acidez do extrator. O que não ocorre com o tipo domilita que tem baixa reatividade ao ácido é cerca de 20 vezes mais solúvel que a calcita.

O P disponível aumentou linearmente em função das doses de P aplicadas (Figuras 5, 6 e 7). No grupo de solos de baixa CTF (RQ, LVA e PVA1), que compreende os três solos ácidos e valores de P-rem acima de 50 mg L⁻¹, os três extratores mostraram praticamente a mesma capacidade de extração (Figura 5), embora a resina tenha extraído um pouco menos. Nesses solos, não houve desgaste do extrator Mehlich-1, pois o pH do extrato-solo praticamente não foi alterado durante o processo de extração (Tabela 5).

No grupo de solos de média CTF (RY, CX1, CX2 e PVA2), formado pelos solos de pH neutro e valores de P-rem maiores que 25 mg L⁻¹ e menores que 50 mg L⁻¹, a resina foi o extrator que mais extraiu P (Figura 6), com exceção do solo RY. Nesse solo, o Mehlich-1 foi o que mais extraiu P, superando em muito a resina e o Olsen.

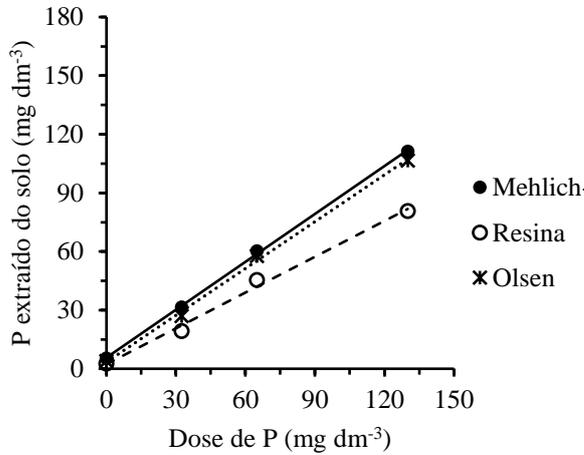
Nesses solos, a quantidade de P extraída dos solos diminui (Tabela 5). A alta quantidade de Ca e Fe nos solos de pH mais elevado (Tabela 4) pode ter fixado o P, acumulando formas menos disponíveis, como o P-Ca (Souza Júnior et al., 2012). No solo RY, a fração do P-Ca foi naturalmente muito elevada (Tabela 4). Isso explica a maior extração de P pelo Mehlich-1 em relação aos outros extratores, pois a solução ácida a pH 1,2 dissolve preferencialmente P-Ca. Por outro lado, a constituição básica do Olsen a pH 8,5 e o processo de extração com a resina em pH próximo à neutralidade, fizeram com que a indesejável extração preferencial do P-Ca não ocorresse (Hartmann et al., 2019; Novais et al., 2007; Raij et al., 2001). Uma maior extração do Mehlich-1 em relação ao Olsen também foi observada em outros trabalhos em solos do semiárido nordestino (Calheiros et al., 2012; Rocha et al., 2005).

O extrator Mehlich-1 teve um leve desgaste nos solos de média CTF, pois o pH inicial de 1,2 da solução ácida foi elevado para uma faixa de 1,33 a 1,51 (Tabela 5). Isso pode ser atribuído à presença dos CaCO₃ (0,4 a 0,9%) e ao teor de argila (14 e 40%) (Tabela 4) que consumiram a acidez e o sulfato do Mehlich-1, reduzindo sua capacidade de extração. Nessas condições, uma medida relacionada a CTF, como o P-rem, pode estratificar esse pequeno desgaste do Mehlich-1 (Alvarez V. et al., 2000; Novais et al., 2015).

Nos solos alcalinos e de alta CTF (MD, CX3 e VX) a resina também foi o extrator que mais extraiu P dos solos (Figura 7) e o Mehlich-1 o que menos extraiu P. Nesses solos, a maior parte do P adicionado precipitou com Ca, formando P-Ca pouco solúvel (Souza Júnior et al., 2012), mas também pode ter sorvido nas superfícies dos óxidos de Fe, calcita e minerais de argila, formando compostos mais solúveis (Andersson et al., 2019).

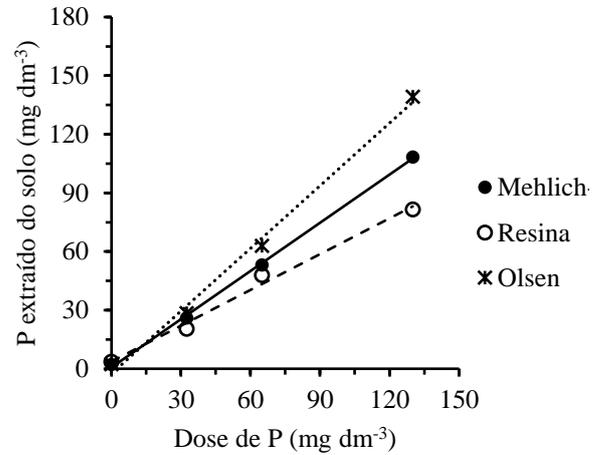
RQ

Mehlich-1: $Y = 5,73 + 0,8168^{**}X$ $R^2 = 0,99$
Resina: $Y = 2,38 + 0,6107^{**}X$ $R^2 = 0,99$
Olsen: $Y = 3,44 + 0,7985^{**}X$ $R^2 = 0,99$



LVA

Mehlich-1: $Y = 0,73 + 0,8220^{**}X$ $R^2 = 0,99$
Resina: $Y = 3,73 + 0,6104^{**}X$ $R^2 = 0,99$
Olsen: $Y = -2,50 + 1,0685^{**}X$ $R^2 = 0,99$



PVA1

Mehlich-1: $Y = 1,99 + 0,4185^{**}X$ $R^2 = 0,99$
Resina: $Y = 1,23 + 0,3194^{**}X$ $R^2 = 0,98$
Olsen: $Y = 3,39 + 0,3110^{**}X$ $R^2 = 0,99$

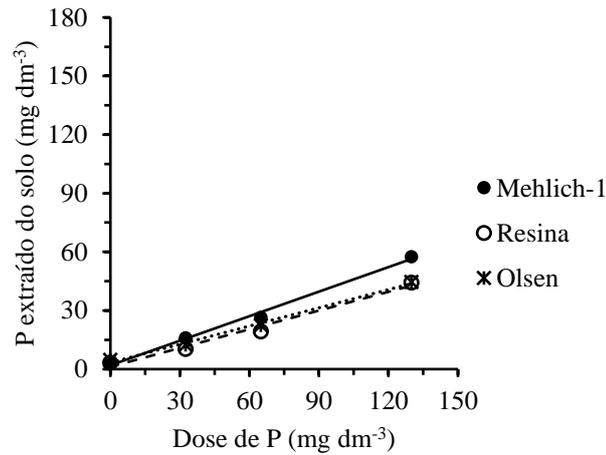


Figura 5. Teores de P disponível do solo recuperado pelos extratores Mehlich-1, resina trocadora de íons e Olsen, em função de doses de P aplicadas aos solos RQ, LVA e PVA1

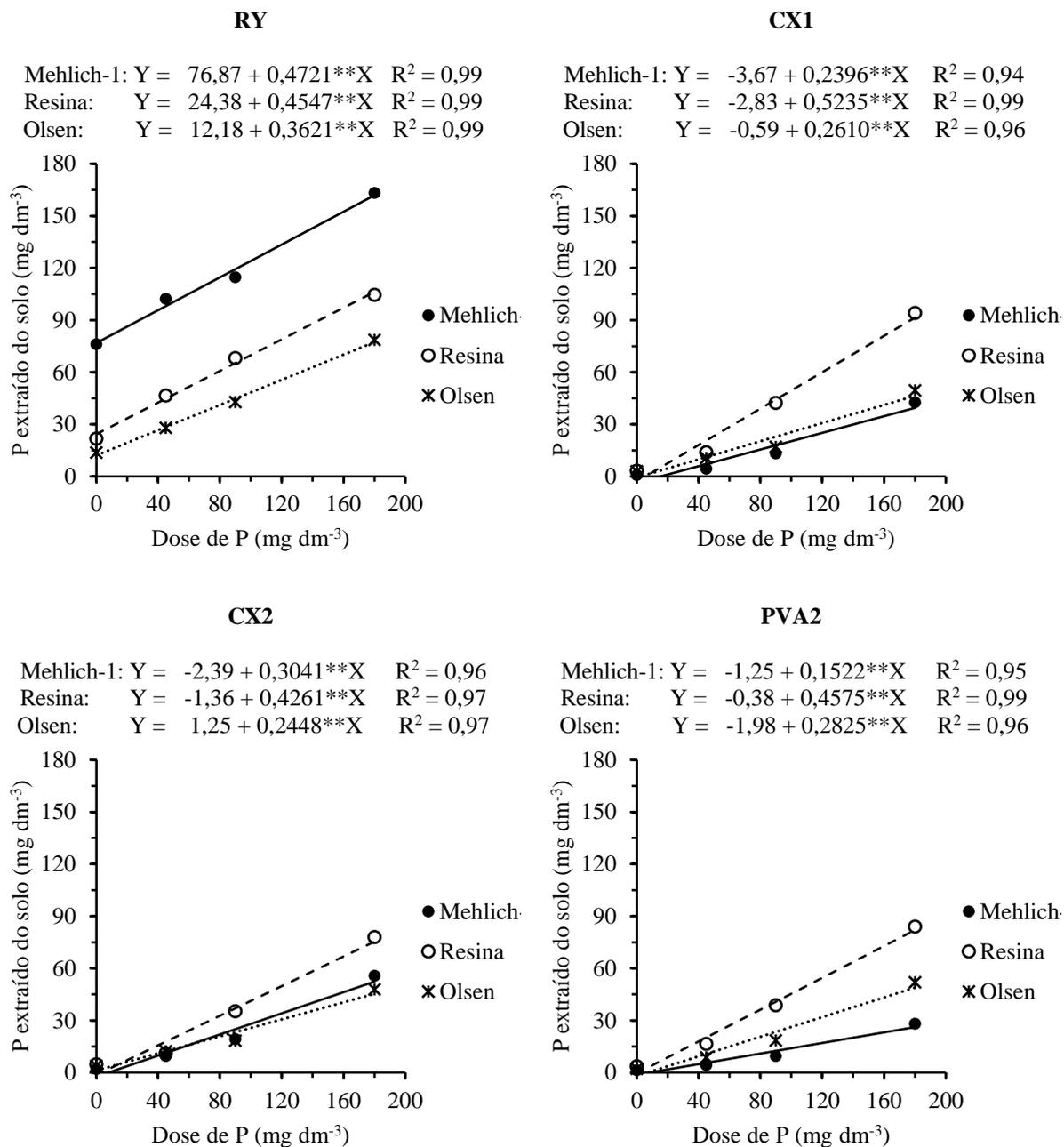


Figura 6. Teores de P disponível do solo recuperado pelos extratores Mehlich-1, resina trocadora de íons e Olsen, em função de doses de P aplicadas aos solos RY, CX1, CX2 e PVA2

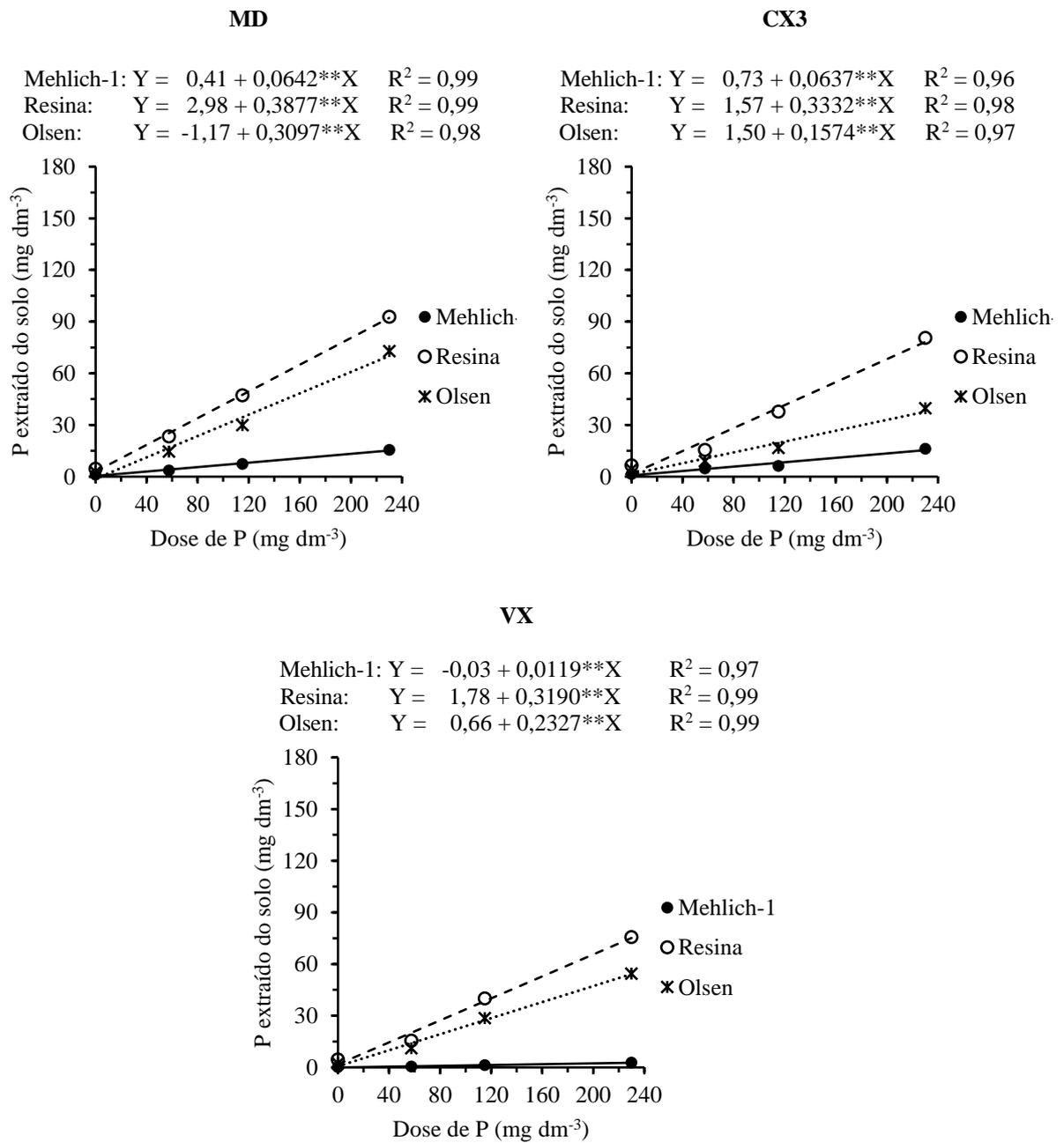


Figura 7. Teores de P disponível do solo recuperado pelos extratores Mehlich-1, resina trocadora de íons e Olsen, em função de doses de P aplicadas aos solos MD, CX3 e VX

A resina mista e Olsen, insensíveis aos carbonatos dos solos, extraíram o P de forma semelhante, porém a resina extraiu um pouco mais. Alguns trabalhos (Freitas et al., 2013; Valadares et al., 2017) mostraram uma maior extração de P pela resina mista (50% aniônica + 50% catiônica) e menor pela resina aniônica pura em solos ricos em P-Ca, associando a uma pequena sensibilidade à presença de P-Ca.

Por outro lado, o Mehlich-1 extraiu pouco P, principalmente no solo VX alcalino calcário. Nesse solo, esse extrator mal respondeu a adição do fertilizante fosfatado, com os dados do P disponível próximos ao eixo X (Figura 7). A baixa extração de P pelo Mehlich-1 nos solos alcalinos e de alta CTF (MD, CX3 e VX) se deve a maior quantidade de CaCO_3 nesses solos (Tabela 4) que neutraliza a maior parte da acidez do Mehlich-1, aumentando o pH dos extratos para uma faixa de 1,46 a 6,51 (Tabela 5), inviabilizando a utilização desse extrator nesses solos. Resultado semelhante foi observado por Silveira et al. (2006) onde o Mehlich-1 extraiu apenas 1% do P total de dois Vertissolos do semiárido do nordestino, embora tenha encontrado alto valores de P total nesses solos dos estados da Paraíba e Pernambuco.

As taxas de recuperação de P pelos extratores foram correlacionadas com características dos solos relacionadas com a CTF (Tabela 6). Considerando os dez solos estudados, os valores de P-rem se correlacionaram positivamente com as taxas de recuperação de P pelos extratores Mehlich-1 ($r = 0,937$) e Olsen ($r = 0,743$), mas não se correlacionaram com as taxas de recuperação de P pela resina ($r = 0,577$). Isso indica que o Mehlich-1 foi o extrator mais sensível à CTF e a resina o menos sensível. Segundo Novais et al. (2007), não é necessário uma medida relacionada a CTF dos solos, como teor de argila ou P-rem para interpretar o P disponível extraído pela resina, como faz para os extratores sensíveis a CTF, como o Mehlich-1.

Tabela 6. Coeficientes de correlação linear simples entre as taxas de recuperação de P para o Mehlich-1, resina de troca iônica, Olsen e pela planta, e características dos solos que refletem a capacidade tampão de P

Característica	Taxa de recuperação de P			
	Mehlich-1	Resina	Olsen	Planta
CMSP ⁽¹⁾	-0,871	-0,615	-0,613	-0,772
a ⁽¹⁾	0,792	0,537	0,759	0,827
k ⁽²⁾	-0,798	-0,590	-0,585	-0,717
P-rem ⁽³⁾	0,937	0,577	0,743	0,878
Argila	-0,918	-0,616	-0,691	-0,852
Taxa de recuperação de P pela planta	0,967	0,760	0,949	-

⁽¹⁾Parâmetros da isoterma de Langmuir, sendo que CMSP é a capacidade máxima de sorção de fosfato e “a” é a constante relacionada à energia de adsorção. ⁽²⁾Constante da isoterma de Freundlich. ⁽³⁾Fósforo remanescente (ALVAREZ V. et al., 2000).

4.2 Correlações entre os teores de P disponível por cada extrator e o conteúdo de P na parte aérea das plantas de milho

Inicialmente foi feita a regressão linear entre o conteúdo de P na planta e o P disponível pelos três extratores em todos os solos. Nesse caso, os coeficientes de determinação (R^2) para os extratores Mehlich-1 e Olsen foram superiores a 70%, enquanto que o da resina mista foi de apenas 46% (Figura 8), mas a heterogeneidade dos solos e dos resultados mostraram a necessidade de comparar os métodos em grupo de solos com propriedades semelhantes, como a CTF, para obter resultados mais claros (Figura 9, 10 e 11).

Nos solos ácidos e de baixa CTF, os três extratores apresentaram os valores de R^2 variando de 86 a 89% (Figura 9), com uma leve superioridade da resina mista. A similaridade nos coeficientes de determinação entre os métodos indica habilidades quase idênticas para prever a disponibilidade de P nesses solos. As frações de P-Al e P-Fe foram as principais fontes do P disponível para as plantas de milho (Tabela 5) (Cabeza et al., 2017). Outros estudos (Amorim et al., 2008; Calheiros et al., 2012; Lima & Oliveira; 1998) realizados em solos arenosos e de baixa CTF do semiárido não evidenciaram diferenças entre os extratores testados.

No grupo de solos de pH neutro (6,5 a 7,5) e de média CTF, a correlação entre os extratores e a planta diminuiu em relação ao grupo de solos de baixo CTF, principalmente para a resina e o Olsen. Neste caso, os valores de R^2 ficaram abaixo de 70 % para a resina ($R^2 = 60$ %) e o Olsen ($R^2 = 67$ %), mas o R^2 para o Mehlich-1 foi igual 84 % (Figura 10).

No entanto, nesses solos de pH > 6,0, esperava-se um menor desempenho para o extrator Mehlich-1 por ter sido o mais sensível à CTF dos solos (Tabela 6) e pelo desgaste da acidez e maior desempenho para a resina e o Olsen, menos sensíveis. Assim, observou-se maior dispersão dos pontos em torno do solo RY, indicando que os baixos valores de R^2 para os extratores resina e Olsen foram ocasionados por esse solo.

Quando se ajustou o mesmo modelo de regressão desconsiderando os dados do solo RY, os valores de R^2 da resina mista e do Olsen aumentaram para 89 e 80%, respectivamente, e o do Mehlich-1 para 83%, praticamente não mudou (Figura 10). Portanto, a resina mista também teve o melhor desempenho nesses solos. E a análise de regressão não foi sensível a superestimação do Mehlich-1, uma vez que esse extrator ácido extraiu muito P e as plantas de milho não tem mecanismos agressivos para acidificar a rizosfera e conseqüentemente dissolver o P-Ca a curto prazo (Cabeza et al., 2017).

Estudo de fracionamento em solos da Paraíba, Souza Júnior et al. (2012), mostraram uma baixa correlação do P absorvido pelas plantas de milho com o P-Ca e alta correlação com o P- H_2O , P-Al e P-Fe.

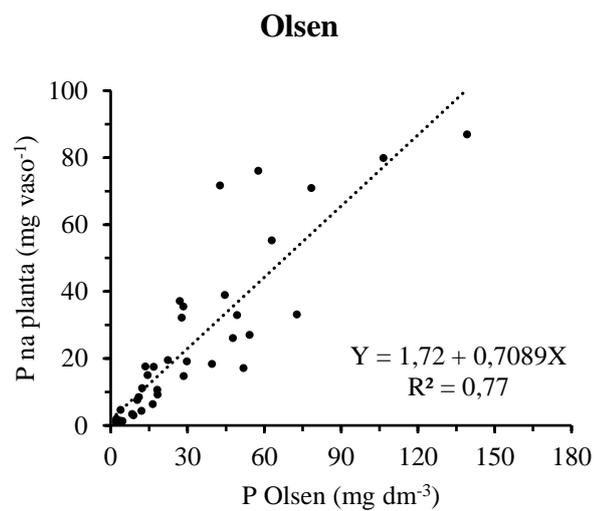
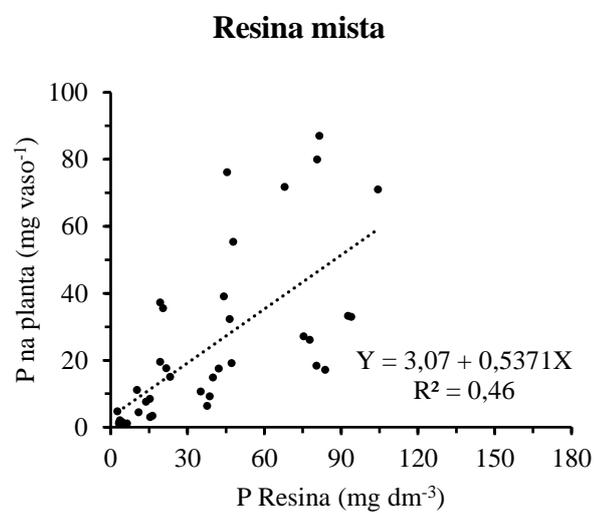
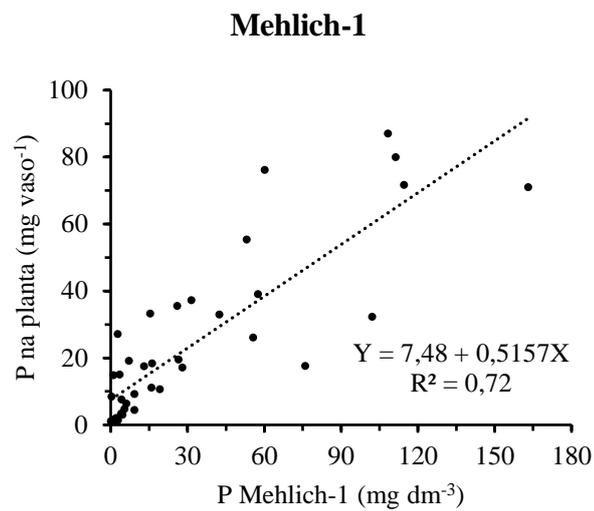


Figura 8. Equações de regressão para o conteúdo de P na parte aérea da planta como variável dependente do teor de P disponível no solo extraído pelos extratores Mehlich-1, resina trocadora de íons e Olsen, para os dez solos estudados.

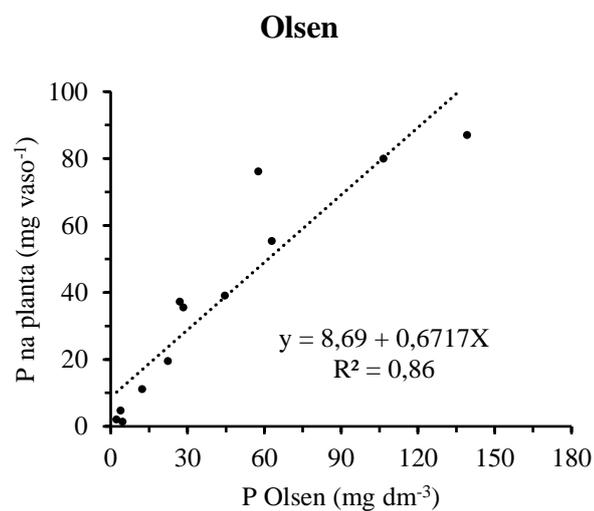
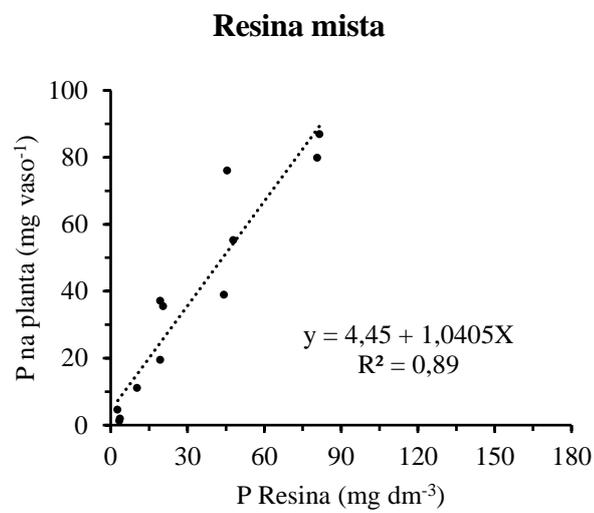
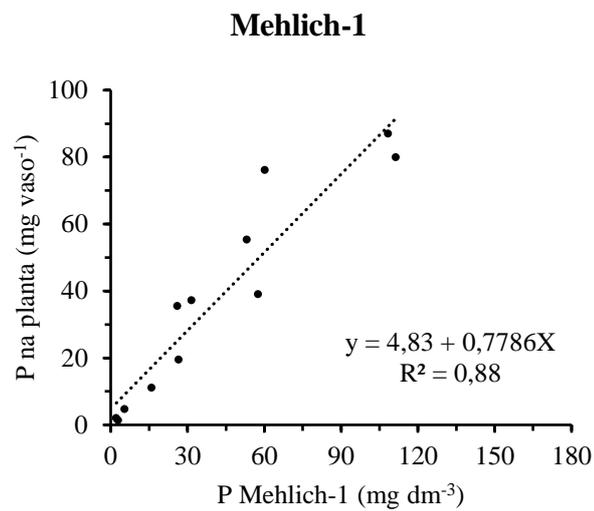
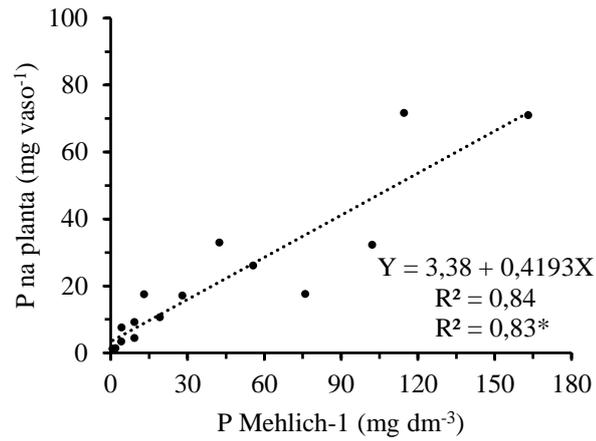
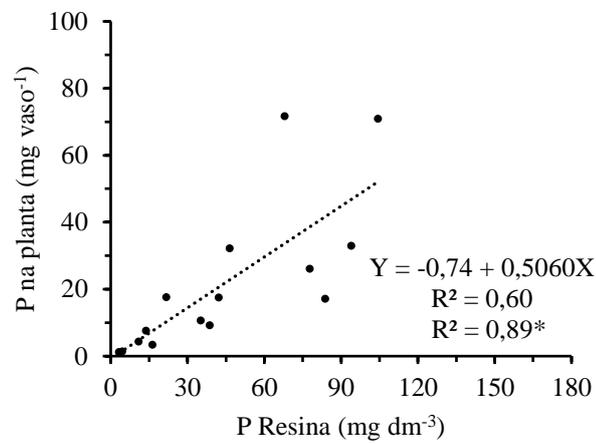


Figura 9. Equações de regressão para o conteúdo de P na parte aérea da planta como variável dependente do teor de P disponível no solo extraído pelos extratores Mehlich-1, resina trocadora de íons e Olsen, para os solos RQ, LVA e PVA1

Mehlich-1



Resina mista



Olsen

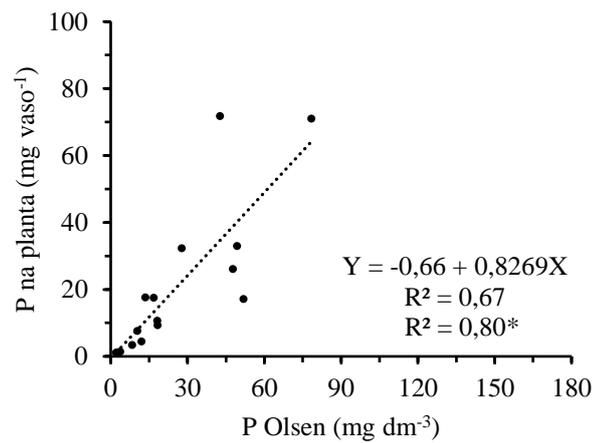
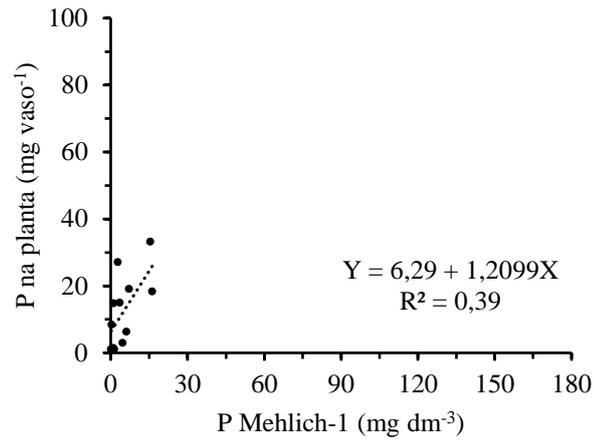
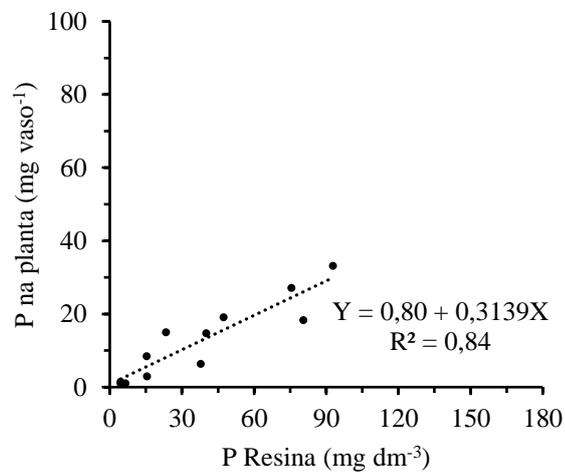


Figura 10. Equações de regressão para o conteúdo de P na parte aérea da planta como variável dependente do teor de P disponível no solo extraído pelos extratores Mehlich-1, resina trocadora de íons e Olsen, para os solos RY, CX1, CX2 e PVA2

Mehlich-1



Resina mista



Olsen

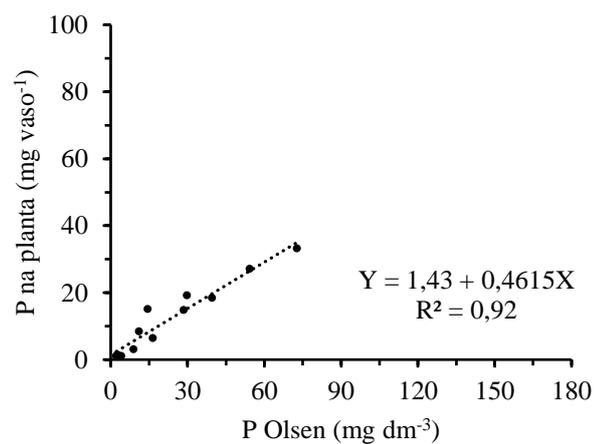


Figura 11. Equações de regressão para o conteúdo de P na parte aérea da planta como variável dependente do teor de P disponível no solo extraído pelos extratores Mehlich-1, resina trocadora de íons e Olsen, para os solos MD, CX3 e VX

Geralmente, o P está mais disponível no solo com pH em torno de 6,5 (Penn & Camberato, 2019). Outra hipótese a considerar é que o maior conteúdo de P na planta (Tabela 3) ocorreu devido a máxima disponibilidade do P em pH do solo a 6,5, provocando uma maior correlação com o extrator Mehlich-1.

Souza et al. (2017), ao comparar os extratores Mehlich-1, resina de troca iônica e Olsen em dois solos de origem calcária de Minas Gerais, também observaram uma maior extração de P pelo Mehlich-1 em um Neossolo Flúvico com pH 6,5 em relação aos outros extratores. No entanto, o P extraído pelos métodos foi correlacionado com o P absorvido pela planta de pinhão manso através de análise multivariada de agrupamento de dados. Com essa metodologia, foi confirmada a superestimação do Mehlich-1 em solos com ricos em P-Ca natural.

Para os solos alcalinos e de alta CTF (MD, CX3 e VX), o Mehlich-1 apresentou baixa correlação com o P extraído pela planta ($R^2 = 39\%$), ao contrário da resina mista ($R^2 = 84\%$) e do Olsen ($R^2 = 92\%$) que tiveram alta correlação (Figura 11). A concentração de P na parte aérea das plantas de milho diminui nesses solos (Tabela 5), indicando que a maior parte de P aplicado foi fixada aos solos. Provavelmente, os fosfatos mais solúveis e as espécies sorvidas foram as formas prontamente disponíveis para as plantas e não as precipitadas, pois a dissolução do P-Ca mineral a curto prazo, depende de forte acidificação, ou de processos biológicos a longo prazo (Andersson et al., 2019; Cabeza et al., 2017; Hartmann et al., 2019).

Os ânions do Olsen, principalmente o HCO_3^- na precipitação do Ca^{2+} , foram mais eficientes na extração do P na solução do que a resina mista nesses solos. Segundo Valadares et al. (2017) a extração de Ca^{2+} pela resina catiônica favorece a solubilização do P-Ca que não está prontamente disponível. O que não ocorre com o Olsen que é insensível as formas pouco solúveis, como fosfato tricálcio (Hartmann et al., 2019). Uma confirmação da sensibilidade da resina mista ao P-Ca foi mostrado no estudo de Souza et al. (2017), onde a resina aniônica pura foi superior ao Olsen em solos de origem calcária.

A baixa correlação do P extraído pelo Mehlich-1 com o P absorvido pela planta confirma a subestimação do P disponível em decorrência do desgaste desse extrator, principalmente no Vertissolo alcalino calcário. A inadequação do Mehlich-1 em solos calcários foi comprovada por Guo et al. (1996), o que não ocorre com o Olsen que é insensível aos carbonatos do solo. Segundo esses autores, 0,75% de carbonatos neutraliza 50% da acidez do extrator Mehlich-1.

Trabalho semelhante a este, foi desenvolvido por Farias et al. (2009) em 12 solos representativos do semiárido do estado da Paraíba, porém os resultados diferiram deste estudo, pois o Mehlich-1 foi superior a resina, inclusive nos solos alcalinos. Diferentemente do que foi feito neste trabalho, esses autores não avaliaram o desgaste da acidez do Mehlich-1 e nem quantificaram o teor equivalente de CaCO_3 nos solos estudados.

Poucos trabalhos foram encontrados sobre o desempenho do Mehlich-1 e da resina em solos alcalinos e calcários, como ocorre no semiárido nordestino. Isso pode indicar que o Mehlich-1 é pouco utilizado nessas condições. Por outro lado, um bom desempenho do Olsen também foi relatado em ampla variação de solos e em diversos locais do mundo (Manghabati et al., 2018; Nawara et al., 2017; Shahriaripour et al., 2018; Singh et al., 2020).

5. CONCLUSÕES

1. A resina e o Olsen apresentaram as melhores correlações com o P acumulado nas plantas, independentemente do pH e da CTF dos solos.
2. O desgaste da acidez nos extratos do Mehlich-1 foi expressivo nos solos alcalinos com alto teor de CaCO_3 equivalente.
3. O Mehlich-1 foi adequado nos solos ácidos e baixa CTF, porém nos solos de pH e teor de Ca^{2+} mais elevados esse extrator pode superestimar o P disponível em solos naturalmente ricos em P-Ca ou subestimar o P disponível em solos ricos em CaCO_3 .

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Alvarez V., V. H. Correlação e calibração de métodos de análise de solos. In: Alvarez V., V. H.; Fontes, L. E. F.; Fontes, M. P. F. O solo nos grandes domínios morfoclimáticos do Brasil e o desenvolvimento sustentado. Viçosa: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1996. p. 615–646.

Alvarez V., V. H.; Novais, R. F.; dias, L. E.; Oliveira, J. A. Determinação e uso do fósforo remanescente. Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, v. 25, p. 27–32, 2000.

Amer, F.; Bouldin, D. R.; Black, C. A.; Duke, F. R. Characterization of soil phosphorus by anion exchange resin adsorption and P 32-equilibration. Soil and Water, v. 6, n. 4, p. 391–408, 1955.

Amorim, L. B., Martins, C. M., Costa, W. P. L. B., dos Santos Freire, M. B. G., Souza, E. R. Disponibilidade de fósforo em neossolo quartzarênico cultivado com melão. v. 21, n. 3, p. 141–146, 2008.

Andersson, K. O.; Tighe, M. K.; Guppy, C. N.; Milham, P. J.; McLaren, T. I.; Scheffe, C. R.; Lombi, E.; Lisle, L. M.; Klysubun, W. Transformation of calcium phosphates in alkaline vertisols by acidified incubation. Environmental Science and Technology, v. 53, n. 17, p. 10131–10138, 2019.

Banderis, A.; Barter, D. H.; Henderson, K. The use of polyacrylamide to replace carbon in the determination of ‘Olsen’s’ extractable phosphate in soil. v. 27, p. 71–74, 1976.

Braga, J. M.; Defelipo, B. V. Determinação espectrofotométrica de fósforo em extratos de solo e material vegetal. Rev. Ceres, v. 21, n. 113, p. 73–85, 1974.

Cabeza, R. A.; Myint, K.; Steingrobe1, B.; Christos Stritsis, C.; Schulze, J.; Claassen, N. Phosphorus fractions depletion in the rhizosphere of young and adult maize and oilseed rape plants. Journal of Soil Science and Plant Nutrition, v. 17, n. 3, p. 824–838, 2017.

Calheiros, A. S.; Silva, J. P. da.; Oliveira, M. W. de.; Freire, M. B. D. S.; Freire, F. J. Nível crítico de fósforo por diferentes extratores químicos em Neossolo Flúvico alcalino cultivado com milho. Revista Brasileirade Ciencias Agrarias, v. 7, n. 4, p. 590–596, 2012.

Chowdhury, P.; Hoque, S.; Parvin, A.; Moniruzzaman, M. Speciation of inorganic phosphorus in some bench-merk soils of Bangladesh. Bangladesh Journal of Scientific and Industrial Research, v. 53, n. 1, p. 7–12, 2018.

Colwell, J. D. The estimation of the phosphorus fertilizer requirements of wheat in southern New South Wales by soil analysis. Australian Journal of Experimental Agriculture, v. 3, n. 10, p. 190–197, 1963.

Condon, L. M. et al. Chemistry and Dynamics of Soil Organic Phosphorus. In: Sims, J. T.; Sharpley, A. N. Phosphorus: Agriculture and the environment. Madison: American Society of Agronomy, 2005. p. 87–121.

- Dari, B., Rogers, C. W., Leytem, A. B. L.; Schroeder, K. L. Evaluation of soil test phosphorus extractants in Idaho soils. *Soil Science Society of America Journal*, v. 83, n. 3, p. 817–824, 2019.
- Eriksson, A. K.; Gustafsson, J. P.; Hesterberg, D. Phosphorus speciation of clay fractions from long-term fertility experiments in Sweden. *Geoderma*, v. 241–242, p. 68–74, 2015.
- Farias, D. R.; Oliveira, F. H. T.; Santos, D.; Arruda, J. A.; Hoffmann, R. B.; Novais, R. F. Fósforo em solos representativos do estado da Paraíba. II-Disponibilidade de fósforo para plantas de milho. *R. Bras. Ci. Solo*, v. 33, p. 633–646, 2009.
- Freitas, I. F.; Novais, R. F.; Villani, A. E. M.; Novais, S. V. Phosphorus extracted by ion exchange resins and mehlisch-1 from oxisols (latosols) treated with different phosphorus rates and sources for varied soil-source contact periods. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, v. 37, n. 3, p. 667–677, 2013.
- Guo, F.; Yost, R. S.; Jones, R. C. Evaluating iron-impregnated paper strips for assessing available soil phosphorus. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, v. 27, n. 11–12, p. 2561–2590, 1996.
- Hartmann, T. E.; Wollmann, I.; You, Y.; Müller, T. Sensitivity of three phosphate extraction methods to the application of phosphate species differing in immediate plant availability. *Agronomy*, v. 9, n. 29, p. 1–9, 2019.
- Hopkins, B.; Ellsworth, J. Phosphorus availability with alkaline/calcareous soil. *Western Nutrient Management Conference*, v. 6, p. 88–93, 2005.
- Iatrou, M.; Papadopoulos, A.; Papadopoulos, F.; Dichala, O.; Psoma, P.; Bountla, A. Determination of Soil Available Phosphorus using the Olsen and Mehlich 3 Methods for Greek Soils Having Variable Amounts of Calcium Carbonate. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, v. 45, n. 16, p. 2207–2214, 2014.
- Jones, J. B. *laboratory guide for conducting soil tests and plant analysis*. [s.l.] CRC, 2001.
- Kovar, B. J.; Cantarella, H. Measuring Crop-Available Phosphorus. v. 103, n. 1, p. 13–16, 2019.
- Kuo, S. Phosphorus. In: Sparks, D. *Methods of soil analysis*. Madison: SSSA, 1996. p. 869–919.
- Lima A. O.; Oliveira, M. Fósforo assimilável em solos representativos do estado do Rio Grande Do Norte. *Revista Caatinga*, v. 11, n. 1/2, p. 65–70, 1998.
- Manghabati, H.; Kohlpaintner, M.; Ettl, R.; Mellert, K.; Blum, U.; Göttlein, A. Correlating phosphorus extracted by simple soil extraction methods with foliar phosphorus concentrations of *Picea abies* (L.) H. Karst. and *Fagus sylvatica* (L.). *Journal of Plant Nutrition and Soil Science*, v. 181, n. 4, p. 547–556, 2018.
- Mehlich, A. Mehlich 3 soil test extractant: A modification of Mehlich 2 extractant. n. 731847469, p. 37–41, 1984.
- Murphy, J.; Riley, J. P. A modified determination single solution method for the of phosphate in natural waters. *Analytica Chimica Acta*, v. 27, p. 31–36, 1962.

Nafiu, A. Soil-phosphorus extraction methodologies: A review. *African Journal of Agricultural Research*, v. 1, n. 5, p. 159–161, 2006.

Nawara, S., Van Dael, T., Merckx, R., Amery, F., Elsen, A., Odeurs, H. Vandendriessche, W., Mcgrathe, S.; Roisinf, C.; Jouanyg, S.; Pellerinh, P.; Denoroyh, B.; Eichler-Löbermanni, G.; Börjessonj, P.; Goosk,l, W.; Akkermans; Smolders, E. A comparison of soil tests for available phosphorus in long-term field experiments in Europe. *European Journal of Soil Science*, v. 68, n. 6, p. 873–885, 2017.

Nelson, W. L.; Mehlich, A.; Winters, E. The development, evaluation, and use of soil tests for phosphorus availability. In: Pierre, W. H.; Norman, A. G. *Soil fertilizer phosphorus*. New York: Academic, 1953. p. 153–188.

Novais, F. N.; Smyth, T. J.; Nunes, F. N. Fósforo. In: Novais, R. N Alvarez V., V. H. Barros, N. F. Fontes, R. L.Cantarutti, R. B.Neves, J. C. L. *Fertilidade do Solo*. 1. ed. Viçosa: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 2007. p. 471–550.

Novais, S. V.; Mattiello, E. M.; Vergutz, L.; Melo, L. C. A.; Freitas, Í. F. de; Novais, R. F. Loss of extraction capacity of Mehlich-1 and monocalcium phosphate as a variable of remaining Pand its relationship to critical levels of soil phosphorus and sulfur. *R. Bras. Ci. Solo Brasileira de Ciencia do Solo*, v. 39, n. 4, p. 1079–1087, 2015.

Olsen, S. R.; Cole, C. V.; Watanabe, F. S.; Dean, L. A. Estimation of available phosphorus in soils by extraction with sodium bicarbonate. *US Department of Agriculture*, v. 939, p. 1–19, 1954.

Penn, C. J.; Camberato, J. J. A critical review on soil chemical processes that control how soil ph affects phosphorus availability to plants. *Agriculture (Switzerland)*, v. 9, n. 6, p. 1–18, 2019.

Raij, F. B. S.; Silva, F. C. da. Disponibilidade De Fósforo Em Solos. *Revista agropecuária Brasília*, v. 34, n. 2, p. 267–288, 1999.

Raij, B. V; Cantarella, H.; Quaggio, J. A.; Furlani, A. M. *Recomendações de adubação e calagem para o Estado de São Paulo*. 2. ed. Campinas: Instituto Agronômico de Campinas, 1997.

Raij, B. V.; Andrade, J. C. de; Cantarella, H; Quaggio, J. A. *Análise química para avaliação da fertilidade do solo de solos tropicais*. Campinas: Instituto Agronômico de Campinas, 2001. 285p.

Raij, B. V. Bioavailable tests: Alternatives to standard soil extractions. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, v. 29, n. 11–14, p. 1553–1570, 1998.

Recena, R.; Díaz, I.; del Campillo, M. C.; Torrent, J.; Delgado, A. Calculation of threshold Olsen P values for fertilizer response from soil properties. *Agronomy for Sustainable Development*, v. 36, n. 4, 2016.

Recena, R.; Díaz, I.; Delgado, A. Estimation of total plant available phosphorus in representative soils from Mediterranean areas. *Geoderma*, v. 297, p. 10–18, 2017.

Reid, J. B. et al. Reid, J. B.; Trolove, S. N.; Tan, Y.; Curtin, D. Does soil anion storage capacity

affect plant response to Olsen P status? *New Zealand Journal of Crop and Horticultural Science*, v. 0, n. 0, p. 1–10, 2020.

Ribeiro, A. C.; Guimarães, P. T. G.; Alvarez V., V. H. Recomendação para o uso de corretivos e fertilizantes em Minas Gerais. 5 Aproximação. Viçosa: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1999. 359p.

Rocha, A. T. da.; Duda, G. P.; Nascimento, C. W.; Ribeiro, M. R. Fracionamento do fósforo e avaliação de extratores do P-disponível em solos da Ilha de Fernando de Noronha. *Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental*, v. 9, n. 2, p. 178–184, 2005.

Rodriguez, J. B. Simple, Simultaneous Gravimetric Determination of Calcite and Dolomite in Calcareous Soils. *Soil Science Society of America Journal*, v. 81, n. 6, p. 1615–1620, 2017.

Rogeri, D. A.; Gianello C.; Bortolon L.; Amorim M. B. Rogeri, D. A. Substitution of clay content for P-remaining as an index of the phosphorus buffering capacity for soils of rio grande do sul. *Revista Brasileira de Ciencia do Solo*, v. 40, p. 1–14, 2016.

Sánchez-Alcalá, I.; Del Campillo, M. C.; Torrent, J. Critical Olsen P and CaCl₂-P levels as related to soil properties: Results from micropot experiments. *Soil Use and Management*, v. 31, n. 2, p. 233–240, 2015.

Santos, L. da S.; Silva, L. S. da; Filho, A. C., Griebeler, G. Quantidade de fósforo extraído pelas soluções de Mehlich-1 E Mehlich-3 em razão de diferentes velocidades de agitação, tempos de contato e temperaturas. *Revista Brasileira de Ciencia do Solo*, v. 39, n. 1, p. 109–119, 2015.

Schoenau, J. J.; Huang, W. Z. Anion-exchange membrane, water, and sodium bicarbonate extractions as soil tests for phosphorus. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, v. 22, n. 5–6, p. 465–492, 1991.

Schoenau, J. J.; O'Halloran, I. P. Sodium bicarbonate-extractable phosphorus. In: Carter, M. R.; Gregorich, E. G. *Soil sampling and methods of analysis*. 2. ed. Canadian Society of Soil Science, 2006. Cap. 8. p. 89–94.

Shahriaripour, R.;Tajabadipour, A. Esfandiarpour, I.; Mozafary, V. A comparison of 5 soil phosphorus extraction methods applied to different soils of South of Iran. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, v. 49, n. 18, p. 2284–2290, 2018.

Silva, F. C. *Manual de análises químicas de solos, plantas e fertilizantes*. 2. ed. Brasília: Embrapa Informação Tecnológica, 2009. 627p.

Silveira, M. M. L. da; Araújo, M. do S. B.; Sampaio, E. V. de S. B. Distribuição de fósforo em diferentes ordens de solo do semi-árido da Paraíba e de Pernambuco. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, v. 30, n. 2, p. 281–291, 2006.

Singh, V. K. et al Singh, V. K.; Gautam, P.; Singh, K.; Sen, S.; Kumar, V.; Meena, S. S.; Singh, D. Evaluation of soil test methods for available nitrogen, phosphorus and potassium in Direct-Seeded Rice–Wheat Cropping Sequence. *Journal of AgriSearch*, v. 6, n. 02, p. 74–81, 2020.

Souza Júnior, R. F. de; Oliveira, F. H. T. de; Santos, H. C.; Freire, F. J.; Arruda, J. A. de. Frações de fósforo inorgânico do solo e suas correlações com o fósforo quantificado por

extratores e pelo milho. *Revista Brasileira de Ciencia do Solo*, v. 36, n. 1, p. 159–169, 2012.

Souza, R. P.; Pegoraro, R. F.; Reis, S. T. Disponibilidade de fósforo e produção de biomassa de pinhão manso em solos com distintas texturas e doses de fósforo. *Revista Agro@Mambiente On-Line*, v. 11, n. 1, p. 1–10, 2017.

Teixeira, P. C.; Donagemma, G. K.; Fontana, A.; Teixeira, W. G. *Manual de Métodos de Análise de Solo*. 3. ed. Brasília: Embrapa, 2017.

Tiessen, H.; Moir, J. O. Characterization of Available P by Sequential Extraction. In: Carter, M. R.; Gregorich, E. G. *Soil Sampling and Methods of Analysis*. 2. ed. Canadian Society of Soil Science, 2006. Cap. 25. p.293–306.

Titshall, L. W.; Elephant, D. E.; Magagula, N. Evaluation of a reduced extraction time to improve the efficiency of routine analysis of resin extractable phosphorus and sulphur. v. 92, p. 82–85, 2019.

Valadares, S. V.; Alvarez V, V. H.; Santos, W. O.; Paes, J. L. de A., Lins, C. B.; Novais, R. F. Sensitivity of soil P availability tests to ca-P in oxisols. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, v. 48, n. 15, p. 1834–1842, 2017.

Watanabe, F. S.; Olsen, S. R. Test of an ascorbic acid method for determining phosphorus in water and NaHCO₃ extracts from soil. *Soil Science Society of America Journal*, v. 29, n. 6, p. 677–678, 1965.

Zhang, H.; Shi, C.; Lu, Y. Effect of temperature on the determination of available phosphorus in soil in northern China. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, v. 514, n. 2, 2020.

Zhu, J.; Li, M.; Whelan, M. Phosphorus activators contribute to legacy phosphorus availability in agricultural soils: A review. *Science of the Total Environment*, v. 612, p. 522–537, 2018.