

CALIBRAÇÃO DE UM MÉTODO PARA ESTIMAR PERDAS
POR VOLATILIZAÇÃO DE N-NH₃ DE FERTILIZANTES
NITROGENADOS APLICADOS NO SOLO

WALDO A.R. LARA CABEZAS

Engenheiro Agrônomo

Orientador Prof.Dr. REYNALDO L. VICTÓRIA

Dissertação apresentada à Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", da Universidade de São Paulo, para obtenção do título de *Mestre em Agronomia*. Área de Concentração: Energia Nuclear na Agricultura.

P I R A C I C A B A
Estado de São Paulo - Brasil
fevereiro - 1987

A mi familia con mucho "AMOR"

y

a todos los exiliados de mi

País que peregrinan por este

Mundo.

AGRADECIMENTOS

- . Ao Prof. Dr. Reynaldo Luiz Victória, pela oportunidade oferecida de continuar trabalhando no campo dos isótopos estáveis, assessoria e liberdade concedida para o desenvolvimento deste trabalho.
- . Ao Dr. Paulo C.O. Trivelin pela generosa colaboração intelectual fornecida e ao Dr. Takashi Muraoka pela sua desinteressada colaboração nesse mesmo aspecto.
- . Aos Srs. José A. Bonassi; Geraldo Arruda Jr.; Edwaldo A.R. Rosa, João J. Izaque e Bento M. Morais Neto, pela colaboração na montagem dos experimentos e análises químicas das amostras.
- . A Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP), Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) e Comissão Nacional de Energia Nuclear (CNEN) pelo auxílio financeiro recebido.
- . Ao GRUPO Petrofértil pelo suporte financeiro outorgado ao estudo desenvolvido.
- . Aos Profs. Maria Cristina S. Nogueira e Roberto S. Moraes, pela orientação estatística efetuada.
- . A Raffaella Rossetto, colega de Pós-Graduação pela abnegada colaboração na revisão do texto.
- . Ao Centro de Energia Nuclear na Agricultura (CENA/USP) pelas facilidades oferecidas.
- . Ao Curso de Pós-Graduação de Energia Nuclear na Agricultura (ESALQ/USP) pela oportunidade de realizar o CPG.

A todas as outras pessoas que, direta ou indiretamente contribuíram para a realização deste trabalho, oferecendo-me um "pingo" de otimismo nos momentos difíceis no desenvolvimento deste estudo.

MUITO OBRIGADO.

"EU VIAJO COM NOSSO TERRITÓRIO E
SEGUEM VIVENDO COMIGO, LÁ LONGE,
AS ESSENCIAS LONGITUDINAIS DE MINHA
PÁTRIA"

PABLO NERUDA

LISTA DE FIGURAS

FIGURA		Página
1	Esquema do aparelho coletor de NH_3 volatilizada usado por MILLS <u>et alii</u> (1974).....	7
2	Esquema do sistema coletor de amônia utilizado por FENN & KISSELL (1973).	8
3	Câmara de incubação utilizada por OVERREIN & MOE (1967).....	9
4	Câmara de solo e sistemas associados utilizados por WATKINS <u>et alii</u> (1974)	11
5	Sistema coletor de amônia volatili <u>z</u> ada fechado-estático utilizado por MARSHALL & DEBELL (1980).....	18

FIGURA		Página
6	Esquema do lisímetro - câmara de volatilação utilizado por OVERREIN (1968,1969).....	20
7	Esquema do sistema coletor de NH_3 volatilizada utilizado por KISSEL <u>et alii</u> (1977).....	22
8	Lisímetro com câmara gasosa para estudos de volatilação de NH_3 utilizado por VLEK & CRASSWELL (1979).....	23
9	Túnel de vento para coleta de NH_3 volatilizada, utilizado por BOUWMEESTER & VLEK (1981).....	25
10	Sistema coletor de NH_3 volatilizada semi-aberto estático, utilizado por NÔMMIK (1973b).....	26
11	Sistemas coletores de NH_3 volatilizada semi-abertos estáticos.....	47

FIGURA		Página
12	Volumes e peso de solo distribuídos no vaso de acordo com a amostragem efetuada (dimensões em cm).....	58
13	Esquema experimental.....	65
14	Esquema experimental da distribuição dos coletores (dimensões em cm)	68
15	Ajuste linear preliminar entre NVa.sol. e NVT do coletor de lã de vidro.....	96
16	Registro diário de temperatura.....	101
17	Volatilização de amônia no solo LVe e LRe estimada pelo método de balanço de massa com o uso de traçador ^{15}N	115
18	Efeito da dose e tipo de fertilizante aplicados no processo de volatilização de N-NH_3 no solo LVe e LRe.....	118

FIGURA

Página

19	Efeito da dose e tipo de fertilizante aplicados no N-NH ₃ absorvido pelo coletor de lã de vidro no solo LVe e LRe.....	123
20	Curva de correlação entre N volatilizado absorvido proveniente do fertilizante (NVaPF) e N volatilizado total (NVPF) do coletor de lã de vidro.....	126
21	Correlação N-NH ₃ absorvido em relação ao peso de espuma analisado para o tratamento com uréia.....	133
22	Correlação N-NH ₃ absorvido em relação ao peso de espuma analisado.....	134
23	Curva de correlação entre N volatilizado absorvido proveniente do fertilizante (NVaPF) e N volatilizado total (NVPF) do coletor de espuma	144

FIGURA

Página

24	Comparação de N-NH ₃ volatilizado entre os dois sistemas coletores (acima do sulco de adubação) em condições de campo.....	149
----	---	-----

LISTA DE TABELAS

TABELA		Página
1	Classificação de métodos para estimativa da amônia volatilizada.....	5
2	Perdas gasosas de NH_3 comparativas pelo método direto e indireto (% do N aplicado).....	40
3	Características físico-químicas dos solos utilizados.....	54
4	Doses de uréia 2,711 átomos % ^{15}N incorporada no experimento preliminar em condições de casa-de-vegetação.....	55
5	Doses de uréia 1,757 át. % ^{15}N e amônia 2,238 % ^{15}N aplicadas aos solos LVe e LRe para calibração do coletor de espuma.....	60

TABELA

Página

6	Análise química da vinhaça (kg/m^3).....	66
7	Balanço de N-NH_3 no aparelho coletor de lã de vidro em condições de sistema iso- lado.....	89
8	Teor de umidade das amostras da camada superficial do solo (0-10 cm) no teste sob condições de sistema semi-aberto....	93
9	Balanço de N-NH_3 no coletor de lã de vi- dro em condições de sistema semi-aberto.	94
10	Matéria seca, conteúdo de N total da erva Tiririca (<i>Cyperus rotundus</i> , L.) e de N mineral total (N-NH_4^+ + NO_3^-) da cama- da superficial do solo (0-10 cm) no lo- cal experimental.....	98
11	Nitrogênio do solo proveniente do ferti- lizante (NSPF) e nitrogênio volatilizado proveniente do fertilizante (NVPF) para os cinco tratamentos de uréia com 2,711	

TABELA

Página

	átomos % ^{15}N , obtido pelo método do balanço de massa.....	103
12	Nitrogênio no solo proveniente do fertilizante (NSPF) e nitrogênio mineral total proveniente do fertilizante (NmSPF) determinado na camada 16,0-25,5 cm de profundidade.....	106
13	Nitrogênio mineral total e concentração isotópica de ^{15}N das amostras secas ao ar (A.S.) e guardadas em geladeira (A.U.) da profundidade 16,0-25,5 cm....	108
14	Nitrogênio total (N), concentração de ^{15}N , nitrogênio do solo proveniente do fertilizante (NSPF) e nitrogênio volatilizado proveniente do fertilizante (NVPF) do solo LVe e LRe calculado pelo método de balanço de massa, após aplicação de uréia 1,757 átomos.% e aquamônia at. % ^{15}N	114

TABELA

Página

15	Nitrogênio volatilizado absorvido (NVa), nitrogênio volatilizado proveniente do fertilizante (NVaPF) e nitrogênio volatilizado proveniente do solo (NVaPS) pelo coletor de lã de vidro nos dois solos (LVe e LRe), e para as duas fontes uréia e aquamônia.....	120
16	Balanco de massa do coletor de lã de vidro para as duas fontes nitrogenadas utilizadas (uréia e aquamônia) nos dois solos (LVe e LRe).....	125
17	Eficiência calculada e experimental do coletor de N-NH ₃ volatilizado de lã de vidro.....	128
18	Nitrogênio total (N), concentração de ¹⁵ N, nitrogênio do solo proveniente do fertilizante (NSPF) e nitrogênio volatilizado total proveniente do fertilizante (NVPF) no solo LVe	130

TABELA

Página

19	N-NH ₃ volatilizado absorvido (NVa) calculado pela correlação e estimado pela ponderação do peso total do absorvedor.....	135
20	Nitrogênio volatilizado absorvido (NVa), proveniente do fertilizante (NVaPF), proveniente do solo (NVaPS) e nitrogênio absorvido proveniente da atmosfera (NaPA).....	136
21	Balanço de massa do coletor de espuma para as fontes de uréia e aquamônia.....	139
22	Eficiência calculada e experimental do coletor de espuma para o N-NH ₃ volatilizado.....	145
23	N-NH ₃ volatilizado acima do sulco de adubação, estimado pelo coletor de espuma e de lâ de vidro na cultura de cana -de-açúcar de 2º corte.....	148

TABELA

Página

- | | | |
|----|---|-----|
| 24 | Comparação de $N-NH_3$ volatilizado entre os dois sistemas coletores (lã de vidro e espuma) acima do sulco de adubação após trinta dias da aplicação das fontes nitrogenadas (uréia e aquamônia) na cana-de-açúcar de 2º corte.. | 156 |
| 25 | Estimativa de $N-NH_3$ volatilizado para a unidade de superfície de um hectare baseado na localização dos coletores de lã de vidro em condições de campo.. | 158 |
| 26 | Comparação analítica do $N-NH_3$ coletado pelo absorvedor de espuma correspondente a linha 11 do tratamento de aquamônia..... | 161 |

Apêndice

Página

- 1 Calibração do macrodestilador Kjeldahl para análise de N mineral total ($\text{N-NH}_4^+ + \text{NO}_3^-$) em amostras enriquecidas com ^{15}N ... 181
- 2.1. Nitrogênio total (N), concentração de ^{15}N (at.% ab. ^{15}N) e nitrogênio do solo proveniente do fertilizante (NSPF) de cada profundidade e do resto do vaso (R.v) para os cinco tratamentos com doses diferentes de uréia 2,711 at.% ab. ^{15}N 189
- 2.2. Nitrogênio total (N), concentração de ^{15}N , nitrogênio do solo proveniente do fertilizante (NSPF) e nitrogênio volatilizado proveniente do fertilizante (NVPF) no solo LVe..... 190
- 2.3. Nitrogênio total (N), concentração de ^{15}N , nitrogênio do solo proveniente do fertilizante (NSPF) e nitrogênio volatilizado proveniente do fertilizante (NVPF) no solo LRe..... 191

Apêndice

Página

- 2.4. Nitrogênio volatilizado absorvido (NVa), nitrogênio volatilizado proveniente do fertilizante (NVaPF) e nitrogênio volatilizado absorvido proveniente do solo (NVaPS) pelo coletor de lã de vidro no solo LVe..... 192
- 2.5. Nitrogênio volatilizado absorvido (NVa), nitrogênio volatilizado proveniente do fertilizante (NVaPF) e nitrogênio volatilizado absorvido proveniente do solo (NVaPS) pelo coletor de lã de vidro no solo LRe..... 193
- 2.6. Nitrogênio total (N), concentração de ^{15}N , nitrogênio do solo proveniente do fertilizante (NSPF) e nitrogênio volatilizado total proveniente do fertilizante (NVPF) no solo LVe..... 194

Apêndice

Página

- 2.7. Nitrogênio volatilizado absorvido (NVa), proveniente do fertilizante (NVaPF), proveniente do solo (NVaPS) e nitrogênio absorvido proveniente da atmosfera (NaPA). 195
- 2.8. Nitrogênio volatilizado absorvido (NVa), concentração de ^{15}N (at.%) , nitrogênio volatilizado absorvido proveniente do fertilizante (NVaPF) e nitrogênio volatilizado proveniente do solo (NVaPS) , após aplicação de uréia 5,450 at.% e aquamônia 4,575 at.% ^{15}N , à cana-de-açúcar de 2º corte em condições de campo, pelo absorvedor de lâ de vidro, colocado acima do sulco de adubação..... 196
- 2.9. N-NH_3 volatilizado acima do sulco de adubação, estimada pelo coletor de lâ de vidro na cultura de cana de 2º corte. 197

- 2.10. Nitrogênio volatilizado absorvido (NVa), concentração de ^{15}N (at. % ab.), nitrogênio volatilizado absorvido proveniente do fertilizante (NVaPF) e nitrogênio volatilizado absorvido proveniente do solo (NVaPS) após aplicação de uréia 5,450 at. % ab. e aquamônia 4,575 at. % ab. ^{15}N , a cana de 2º corte em condições de campo pelo absorvedor de espuma, colocado acima do sulco de adubação 198
- 2.11. N-NH₃ volatilizado acima do sulco de adubação, estimada pelo coletor de espuma na cultura de cana de 2º corte... 199
- 2.12. Estimativa de N-NH₃ volatilizado para a unidade de superfície de um hectare, baseada na localização dos coletores de lâ de vidro acima do sulco de adubação. 200

Apêndice

Página

- 2.13. Nitrogênio volatilizado absorvido (NVa),
concentração de ^{15}N (at. % ab.), nitrogê
nio volatilizado absorvido proveniente
do fertilizante (NVaPF) e proveniente
do solo (NVaPS) pelo coletor de lâ de vi
dro colocado entre sulcos de adubação... 201
- 2.14. Estimativa de N-NH_3 volatilizado para
a unidade de superfície de um hectare ba
seada na localização dos coletores de lâ
de vidro entre sulcos de adubação..... 202

Í N D I C E

	Página
RESUMO.....	xxiv.
SUMMARY.....	xxix.
1. INTRODUÇÃO.....	1
2. REVISÃO DE LITERATURA.....	4
2.1. MÉTODOS DE LABORATÓRIO.....	6
2.1.1. DIRETOS.....	6
2.1.1.1. FECHADO-ESTÁTICO.....	6
2.1.1.2. FECHADO-DINÂMICO.....	6
2.1.2. INDIRETOS.....	15
2.2. MÉTODOS DE CASA-DE-VEGETAÇÃO E CAMPO.....	16
2.2.1. DIRETOS.....	16
2.2.1.1. FECHADO-ESTÁTICO.....	16
2.2.1.2. FECHADO-DINÂMICO.....	18
2.2.1.3. SEMI-ABERTOS.....	25
2.2.1.4. ABERTOS.....	27
2.2.2. INDIRETOS.....	34
2.2.2.1. BALANÇO DE MASSA E ISOTÓPICO COM ¹⁵ N.....	35
2.2.2.2. RECUPERAÇÃO PELA CULTURA TESTE.....	36
2.3. COMPARAÇÃO DE DIFERENTES MÉTODOS NA ESTIMA- TIVA DO PROCESSO DE VOLATILIZAÇÃO DE NH ₃ ...	38

2.3.1. PERDAS GASOSAS DE NH ₃ ESTIMADAS POR DIFERENTES METODOLOGIAS.....	38
2.3.2. COMPARAÇÃO DE ESTIMATIVAS EFETUADAS EM CONDIÇÕES DE LABORATÓRIO E CAMPO USANDO UMA METODOLOGIA EQUIVALENTE.....	42
3. MATERIAL E MÉTODOS.....	46
3.1. SISTEMAS COLETORES DE N-NH ₃ VOLATILIZADO...	46
3.2. EXPERIMENTOS PRELIMINARES.....	49
3.2.1. EM CONDIÇÕES DE SISTEMA ISOLADO.....	50
3.2.2. EM CONDIÇÕES DE SISTEMA SEMI-ABERTO.....	51
3.2.3. EM CONDIÇÕES DE CASA-DE-VEGETAÇÃO.....	52
3.2.3.1. DETERMINAÇÃO DE CAPACIDADE DE VASO...	56
3.2.3.2. REGISTRO DE TEMPERATURA.....	57
3.3. EXPERIMENTOS DE CASA-DE-VEGETAÇÃO.....	57
3.3.1. CALIBRAÇÃO DO COLETOR DE LÃ DE VIDRO....	59
3.3.2. CALIBRAÇÃO DO COLETOR DE ESPUMA	62
3.4. EXPERIMENTO EM CONDIÇÕES DE CAMPO.....	63
3.5. PROCEDIMENTO ANALÍTICO.....	67
3.5.1. ANÁLISES DOS ABSORVEDORES DE LÃ DE VIDRO	69
3.5.2. ANÁLISES DOS ABSORVEDORES DE ESPUMA....	70
3.5.3. ANÁLISE DE SOLO.....	72
3.5.3.1. ANÁLISE DE N TOTAL DE SOLO.....	72

3.5.3.2. ANÁLISE DE N MINERAL DE SOLO	
-N-(NH ₄ ⁺ + NO ₃ ⁻).....	72
3.5.4. ANÁLISES DE CONCENTRAÇÃO ISOTÓPICA DE	
¹⁵ N.....	73
3.6. PARÂMETROS AVALIADOS.....	73
3.6.1. NITROGÊNIO NO SOLO PROVENIENTE DO FERTI-	
LIZANTE (NSPF) E NITROGÊNIO TOTAL VOLA-	
TILIZADO PROVENIENTE DO FERTILIZANTE	
(NVPF).....	74
3.6.2. NITROGÊNIO VOLATILIZADO ABSORVIDO (NVa),	
NITROGÊNIO VOLATILIZADO ABSORVIDO PROVE-	
NIENTE DO FERTILIZANTE (NVaPF) e PROVE-	
NIENTE DO SOLO (NVaPS).....	77
3.6.3. EFICIÊNCIA DO SISTEMA COLETOR (E).....	80
3.6.4. COMPARAÇÃO DA VOLATILIZAÇÃO DE AMÔNIA EN-	
TRE OS SISTEMAS COLETORES EM CONDIÇÕES	
DE CAMPO.....	80
3.6.5. VOLATILIZAÇÃO DE N-NH ₃ ESTIMADA PARA 1ha	
UTILIZANDO O COLETOR DE LÃ DE VIDRO.....	84
3.6.5.1. ÁREA DE INFLUÊNCIA DO COLETOR DE LÃ	
DE VIDRO ACIMA E ENTRE SULCOS DE ADU-	
BAÇÃO.....	84
3.7. ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS.....	86

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	88
4.1. EXPERIMENTOS PRELIMINARES.....	88
4.1.1. CONDIÇÕES DE SISTEMA ISOLADO.....	88
4.1.2. CONDIÇÕES DE SISTEMA SEMI-ABERTO.....	91
4.1.3. CONDIÇÕES DE CASA-DE-VEGETAÇÃO.....	100
4.2. EXPERIMENTOS DE CASA-DE-VEGETAÇÃO.....	112
4.2.1. CALIBRAÇÃO DO COLETOR DE LÃ DE VIDRO.....	112
4.2.2. CALIBRAÇÃO DO COLETOR DE ESPUMA.....	129
4.3. EXPERIMENTO EM CONDIÇÕES DE CAMPO.....	147
4.3.1. COMPARAÇÃO DE VOLATILIZAÇÃO DE AMÔNIA EN TRE OS SISTEMAS COLETORES.....	147
4.3.2. VOLATILIZAÇÃO DE N-NH ₃ ESTIMADA PARA 1ha UTILIZANDO O COLETOR DE LÃ DE VIDRO.....	155
4.3.3. VOLATILIZAÇÃO DE N-ORGÂNICO: ESTIMATIVA INDICADORA DO PROCESSO DE PERDA.....	160
5. CONCLUSÕES.....	163
5.1. DOS SISTEMAS COLETORES SEMI-ABERTOS ESTÁTI COS DE LÃ DE VIDRO E DE ESPUMA.....	163
5.2. DO PROCESSO DE VOLATILIZAÇÃO DE AMÔNIA.....	164
5.3. DE CARATER METODOLÓGICO.....	166
6. BIBLIOGRAFIA.....	167
7. APENDICE.....	189

CALIBRAÇÃO DE UM MÉTODO PARA ESTIMAR PERDAS
POR VOLATILIZAÇÃO DE $N-NH_3$ DE FERTILIZANTES
NITROGENADOS APLICADOS NO SOLO

Autor : WALDO A. R. LARA CABEZAS

Orientador: PROF. DR. REYNALDO L. VICTÓRIA

RESUMO

O presente trabalho, desenvolvido no Centro de Energia Nuclear na Agricultura (CENA/USP), entre Março 1985 a Agosto 1986, visou calibrar dois instrumentos absorvedores de amônia volatilizada, do tipo semi-aberto estático, baseados no princípio de difusão gasosa: *coletor de lâ de vidro* adaptado por CHITOLINA & BOARETTO (1979) e *coletor de esponja* modificado de NÖMMIK (1973b) em condições controladas de casa-de-vegetação. Posteriormente, em condições de campo, os instrumentos calibrados foram testados estimando comparativamente as perdas gasosas de amônia proveniente da aplicação de uréia e aquamônia em sulco, na cultura de cana-de-açúcar de 2º corte na Usina Barra Grande, S.P.

Na calibração do coletor de lâ de vidro fo

ram utilizados dois solos: Latossol Vermelho escuro (LVe) e Latossol Roxo eutrófico (LRe), representativos da área plantada com cana-de-açúcar no Estado de São Paulo, e duas fontes nitrogenadas marcadas com ^{15}N : uréia e aquamônia, aplicadas em doses equivalentes de 100, 150 e 200 kg N/ha.

Limitações experimentais permitiram somente calibrar o coletor de espuma usando o solo LRe para as duas fontes antes indicadas, ao nível de dose equivalente a 100 kg N/ha (7,4 g N/m.l. de sulco de adubação).

Correlacionando o nitrogênio volatilizado absorvido proveniente do fertilizante (NVaPF) estimado pelo sistema coletor e o nitrogênio volatilizado total proveniente do fertilizante (NVPF) estimado pelo método de balanço com ^{15}N como referência, foi determinada empiricamente a eficiência de coleta de N-NH_3 de cada sistema coletor.

O modelo linear de correlação (mais representativo) foi significativo para ambos sistemas, sendo o valor $r=0,831^{**}$ e $r=0,966^{**}$ para o coletor de lâ de vidro e de espuma respectivamente.

Baseado nesse modelo, os valores de eficiência de cada sistema foram 4,6% e 53,6% para o coletor de lâ de vidro e espuma respectivamente.

Em condições de campo, a comparação da estimativa de $N-NH_3$ volatilizado, acima do sulco de adubação para a uréia foi de 0,84% e 2,05% em relação ao N aplicado, registrados pelos coletores de lã de vidro e de espuma respectivamente. Em condições similares para o tratamento de aquamônia, as estimativas foram 0,38% e 0,27% do N aplicado, registradas pelos coletores de lã de vidro e de espuma, respectivamente. Estes valores médios registrados após trinta dias da aplicação do adubo, embora tenham uma validade de caráter relativo, estão mostrando que o processo de perda gasosa de $N-NH_3$ não seria relevante, nas condições rotineiras de aplicação do adubo. Os resultados deste estudo mostraram que não houve diferença significativa para ambos os coletores nos dois tratamentos estudados, o que estaria confirmando a importância do estudo preliminar de calibração dos coletores.

Usando coletores de lã de vidro, instalados, acima do sulco e entre sulcos de adubação foi possível efetuar a estimativa de $N-NH_3$ volatilizado para a superfície de 1 ha, resultando em perdas totais de 3,24 e 7,41 kg N/ha do N aplicado (NVPF) e proveniente do solo (NVPS) respectivamente para o tratamento de uréia. Numa forma similar as perdas provenientes do tratamento de aquamônia fo

ram de 1,75 e 8,10 kg N/ha proveniente das mesmas fontes ,
respectivamente. Não houve diferença significativa entre
as fontes estudadas.

CALIBRATION OF A METHOD TO ESTIMATE VOLATILIZATION LOSSES
OF N-NH₃ FROM NITROGENOUS FERTILIZERS APPLIED TO THE SOIL

Author : WALDO A.R. LARA CABEZAS

Adviser : PROF.DR. REYNALDO L. VICTÓRIA

SUMMARY

To calibrate two volatilized ammonia absorbing instruments of the semi-open static type, based on the gaseous diffusion principle: a glasswool collector adapted by Chitolina and Boaretto (1979) and a foam collector modified by Nõmmik (1973b), under greenhouse controlled conditions, a research work was carried out at Centro de Energia Nuclear na Agricultura (CENA)/USP between March 1985 and August 1986. The calibrated instruments were later tested under field conditions to compare loss of ammonia from urea and aquammonia applied in furrows, in a second cut sugar cane crop at Usina Barra Grande, SP.

Two representative soils of the sugar cane planted area were used in the calibration of the glasswool collector, "Latossol Vermelho Escuro" (LVE) and "Latossol

Roxo eutrófico" (LRe), and also two nitrogen sources labelled with ^{15}N , urea and aquammonia applied at rates equivalent 100, 150 and 200 kg N/ha.

Due to experimental limitations, only soil LRe at 100 kg N/ha was used to calibrate the foam collector for the two sources.

N-NH_3 collection efficiency for each system was empirically determined by correlation of the absorbed volatilized fertilizer nitrogen (NVaPF) estimated by the collecting system and the total volatilized nitrogen estimated by the balance method, with ^{15}N as reference.

The linear correlation method (more representative) was significant for both systems, the values being $r = 0.831^{**}$ and $r = 0.966^{**}$ for grasswool and foam collectors, respectively.

Under field conditions, comparison of the estimated volatilized N-NH_3 , above the fertilization furrow for the 100 kg N/ha urea treatment, was 0.84% and 2.05% applied nitrogen, recorded by the grasswool and foam collectors respectively. Estimated values for the aquammonia treatment under similar conditions were 0.38% and 0.27% applied N recorded by the grasswool and foam collectors, respectively. Although of relative validity, these mean

values, recorded 30 days after fertilizer application, show that the $N-NH_3$ gaseous loss are negligible under routine fertilizer application conditions. The results of the present study have indicated that there is no significant difference for both collectors in the two treatments, which confirms the importance of preliminary calibration of the collectors.

Using glasswool collectors installed above and between the fertilization furrows it was possible to estimate volatilized $N-NH_3$ for 1 ha, which resulted in total losses of 3.24 and 7.41 kg N/ha applied N (NVPF) and soil-N (NVPS), respectively, for the urea treatment. Similarly, aquammonia treatment losses were, respectively, 1.75 and 8.10 kg N/ha. There was no significant difference between the two sources.

1. INTRODUÇÃO

Os fertilizantes nitrogenados são insumos muito utilizados na agricultura moderna, devido aos grandes requerimentos das culturas para a manutenção de produtividades adequadas.

As pesquisas científicas atuais estão voltadas para o estudo da utilização econômica de fertilizantes, sendo de máxima importância a avaliação de fatores que interferem nos processos do Ciclo do Nitrogênio assim como os fatores associados a tecnologia de uso das fontes nitrogenadas, para minimizar as perdas do sistema Solo-Planta.

A falta de metodologia adequada para estimar as perdas de nitrogênio pelo processo de volatilização, seja por via mineral ($N-NH_3$) ou orgânica (aminas, por ex.) , tem impedido, de certa forma, que se avalie a dimensão real do problema.

A uréia e fertilizantes amoniacais são muito utilizados no Brasil e, especificamente na cana-de-açúcar

car no Estado de São Paulo, justificando-se ativar estudos nesta área. Para atingir esses objetivos, é necessário que "a priori", se disponha de um método econômico e prático, que permita estabelecer a dimensão relativa do problema em condições de campo. Métodos mais sofisticados atualmente em uso em outros países, e que levam em consideração vários fatores micrometeorológicos, são ainda de difícil aplicação em nosso país, pelas dificuldades de caracter econômico envolvidas na sua implementação. Podem, entretanto ser utilizados numa etapa posterior, com validade de caracter mais absoluto nos resultados.

Dificuldades de ordem econômica geralmente determinam que os experimentos sejam efetuados em condições de laboratório sendo os resultados extrapolados para condições de campo; resultando muitas vezes em subestimações ou superestimações de volatilização de amônia.

Portanto, para poder avaliar as perdas gasosas de amônia em condições de campo, os objetivos do presente trabalho são de caracter metodológico, sendo a seguir detalhados:

1. *Determinação da eficiência de dois aparelhos semi-abertos estáticos na coleta de amônia volatilizada, proveniente da aplicação de fertilizantes nitrogenados de uso ro*

tineiro na cultura de cana-de-açúcar em condições de ca
sa-de-vegetação (Uréia e Aquamônia).

2. Efetuar um estudo comparativo de volatilização usando as fontes indicadas anteriormente em condições de campo, na cultura de cana-de-açúcar do Estado de São Paulo, utili
zando os sistemas coletores previamente calibrados.

2. REVISÃO DE LITERATURA

Nos últimos quarenta e cinco anos, a literatura registra uma grande diversidade de métodos utilizados para estimar perdas gasosas de amônia pelo processo de volatilização provenientes da aplicação de fertilizantes ao solo.

A maioria dos trabalhos tem sido desenvolvida em condições de laboratório, controlando os vários fatores que determinam o processo e contornando as dificuldades metodológicas das determinações em condições de campo, onde todos os fatores estão interagindo livremente.

Na tentativa de caracterizar os diferentes métodos desenvolvidos e discutir suas vantagens e limitações foi elaborada uma classificação baseada em elementos abordados por *TERMAN (1979)* e *MARSHALL & DEBELL (1980)* - (Ver Tabela 1).

TABELA 1. Classificação de métodos para estimativa da amônia volatilizada.

Método	Tipo de Sistema	
LABORATÓRIO	DIRETO	- Fechado-Estático
		- Fechado-Dinâmico
LABORATÓRIO ou CAMPO	INDIRETO	- Balanço de massa e Isotópico com ^{15}N (Método da Diferença)
	DIRETO	- Fechado-Estático
		- Fechado-Dinâmico
		- Semi-Aberto-Estático
		- Aberto-Dinâmico
CASA-DE-VEGETAÇÃO ou CAMPO	INDIRETO	- Balanço de Massa e Isotópico com ^{15}N (Método da Diferença)
		- Recuperação por Cultura-Teste

2.1. MÉTODOS DE LABORATÓRIO

2.1.1. DIRETOS

Nessas condições, tem sido utilizados métodos de caracter fechado-estático e fechado-dinâmico, sendo este último o de maior difusão apresentando diversas variações.

2.1.1.1. FECHADO-ESTÁTICO

Este método está baseado no processo de difusão gasosa de NH_3 da amostra de solo submetida a tratamento até um coletor com ácido num sistema fechado. (BREMNER & DOUGLAS, 1971; PRASAD, 1976 e RAO & BATRA, 1983).

Utilizam-se sistemas controles e compara-se por diferença, as quantidades de N-NH_3 volatilizado entre os tratamentos e o controle.

Em condição de ambiente fechado, criam-se evidentemente condições artificiais, aumentando-se a resistência à difusão da amônia, a qual pode ser reabsorvida pelo solo. Porém, este tipo de método apresenta uma resposta rápida e a baixo custo.

2.1.1.2. FECHADO-DINÂMICO

Este método tem sido o mais utilizado. Numa câmara fechada, contendo solo e o tratamento nitrogenado, faz-se passar uma corrente de ar, amostrando a NH_3 liberada para fora da câmara, onde é coletada em ácido.

Alguns sistemas mais característicos e suas modificações são discutidas em seguida.

MILLS *et alii* (1974) usaram frascos erlenmeyer de 1 litro, contendo solo peneirado, sob fluxo de ar comprimido previamente borbulhado numa solução de H_2SO_4 0.5 M e água, para evitar contaminação de NH_3 do ar e manter condições de umidade constante (Figura 1).

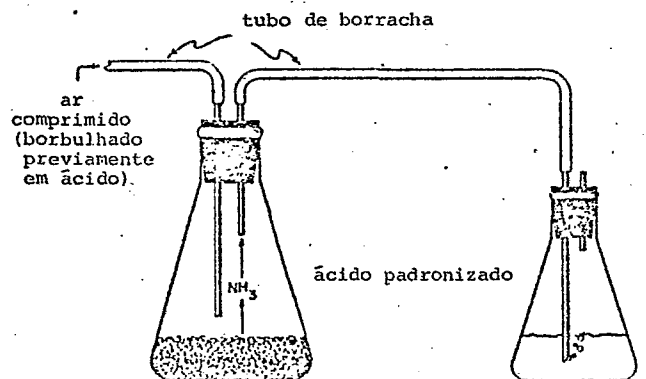


FIGURA 1. Esquema do aparelho coletor de NH_3 volatilizada usado por MILLS *et alii* (1974).

O gás na saída do erlenmeyer é retido em ácido e posteriormente titulado com NaOH devidamente padronizado.

FENN & KISSEL (1973) utilizaram uma câmara de acrílico de 9,8 cm de diâmetro por 30,5 cm de comprimento, que permitia adicionar 1.600 g de solo, deixando um volume de ar de 572 cm³ para intercâmbio. O ar comprimido foi aplicado numa taxa de 8 a 9 litros/minuto borbulhado previamente em água. Na saída da câmara a NH₃ foi coletada em ácido bórico (H₃BO₃ 2%) e posteriormente titulado com ácido clorídrico (HCl 0,1N) para a determinação da NH₃ (Figura 2).

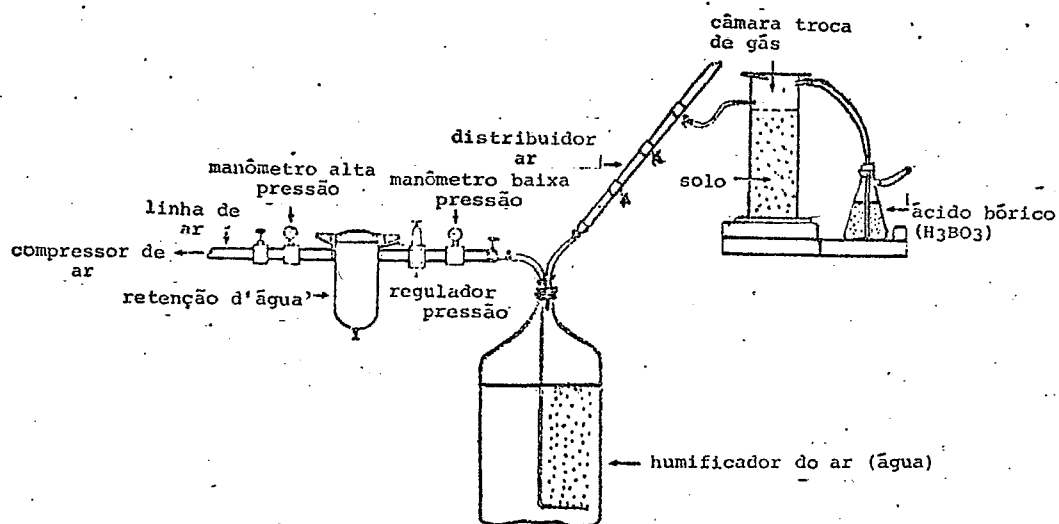


FIGURA 2. Esquema do sistema coletor de amônia utilizado por FENN & KISSEL (1973).

OVERREIN & MOE (1967) usaram uma câmara de incubação com capacidade para conter alguns quilos de solo e, estudaram os fatores que afetam a hidrólise da uréia. A taxa de fluxo empregada foi de 0,01 litros/minuto.

A NH_3 coletada em H_3BO_3 foi determinada após coletas contínuas durante vinte horas, numa forma similar ao sistema anterior. Este sistema permite obter informações adicionais de outros processos tais como lixiviação (Figura 3).

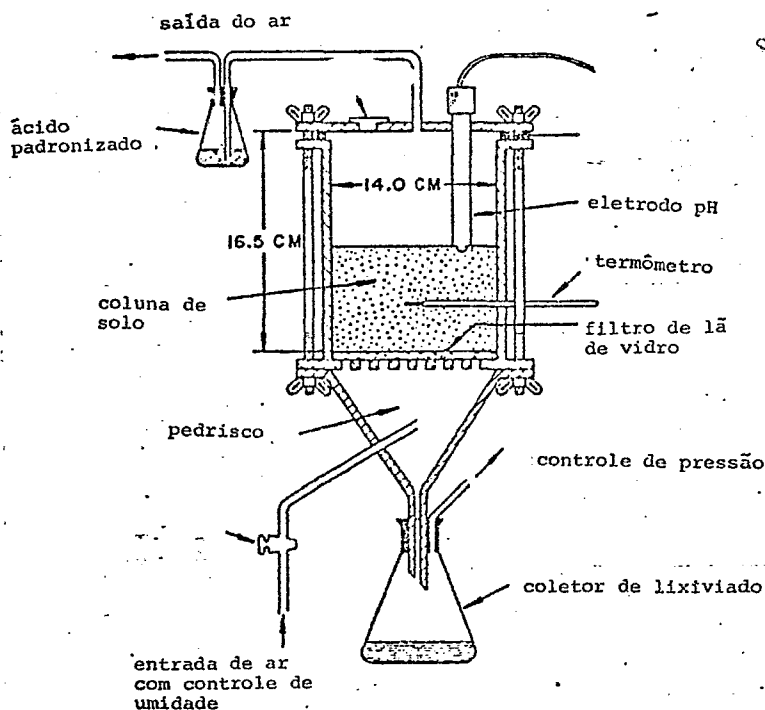


FIGURA 3. Câmara de incubação utilizada por OVERREIN & MOE (1967).

WATKINS *et alii* (1972) utilizando amostras de solo indeformadas até profundidade de 30 cm, colocaram-nas num sistema que permitia controlar temperatura, velocidade do vento, umidade relativa do ar e pluviometria. De forma similar ao sistema descrito anteriormente, a câmara permitia coletar N lixiviado. A temperatura do sistema foi controlado por banho-maria. A chuva foi simulada por um aspersor conectado a um reservatório de água pressurizada aplicada a intervalos de tempo e a diferentes taxas com um controlador de tempo (timer). O fluxo de ar foi controlado por válvulas de agulha conectadas na linha de vácuo. Quando aplicados fluxos maiores à saída da câmara, este fluxo era dividido em dois, sendo o menor coletado em HCl para posterior determinação de NH_3 , evitando problemas com o excessivo borbulhamento. Os coletores de ácido eram trocados a intervalos de 5 a 7 dias (Figura 4).

Nesses sistemas, o parâmetro mais discutível tem sido o fluxo de ar utilizado, pela sua influência na volatilização de NH_3 . Nesse sentido, vários trabalhos simplesmente não fazem menção aos fluxos de ar utilizados (JEWITT, 1942; WILLIS & STURGIS, 1944; MARTIN & CHAPMAN, 1951; MEYER *et alii*, 1961; LARSEN & GUNARY, 1962; CHAO & KROONTJE, 1964; MILLS *et alii*, 1974; CONNELL *et alii*, 1979 e RODRIGUES, 1983).

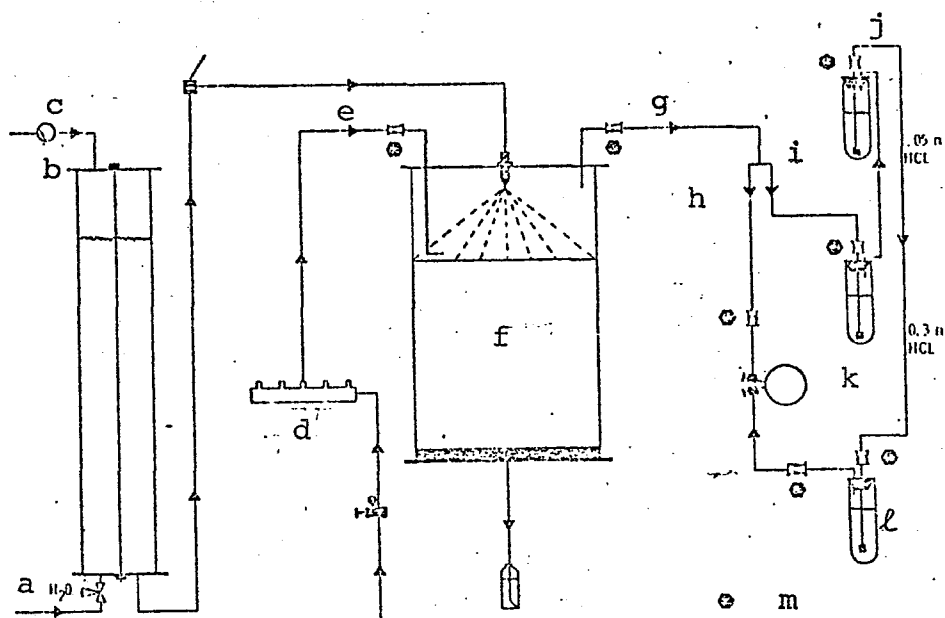


FIGURA 4. Câmara de solo e sistemas associados utilizados por WATKINS *et alii* (1974).

a=entrada de água; b=entrada de ar; c=câmara simuladora de chuva; d=distribuidor de ar; e=entrada de ar; f=câmara de solo; g=saída de ar; h=fluxo de ar rápido; i=fluxo de ar lento; j=coletores de amônia; k=saída de vácuo; l=água; m=pontos de controle.

Pode-se apreciar que este detalhe metodológico tem sido esquecido em trabalhos mais recentes.

Outro grupo de trabalhos apresentam uma grande diversidade nos fluxos de ar usado. Os valores oscilam desde 0,01 l/min. (OVERREIN & MOE, 1967), até 8 a 9 litros/minuto. (FENN & KISSEL, 1973; FENN & KISSEL, 1974 e STUMPE *et alii*, 1984).

Valores intermediários tem sido utilizados por diversos autores (ERNST & MASSEY, 1960; CHIN & KROONTJE, 1963 e du PLESSIS & KROONTJE, 1964).

WATKINS *et alii* (1972) estudando o efeito de diferentes fluxos de ar na volatilização de NH_3 , entre 0,1 litro/minuto até 3,4 litros/minuto aplicados à superfície do solo dentro da câmara, encontraram que as perdas gasosas foram proporcionais ao logarítmo do fluxo na faixa de 0,1 a 3 litros/minuto. Fluxos maiores até 7 litros/minuto provocaram perdas gasosas adicionais desprezíveis.

Dois critérios foram aplicados na definição do fluxo recomendado (3 litros/minuto):

1. Esta taxa permitia condições de máximas perdas gasosas de NH_3 para poder avaliar outras variáveis, no estudo do processo de volatilização.
2. Simulava a velocidade média do vento correspondente a 0,01 km/h, registrada perto da superfície do solo sob cobertura florestal.

FENN & KISSEL (1973) concordando com o fluxo definido anteriormente, aplicaram um fator de segurança para garantir uma variabilidade menor que 10% nos dados, utilizando fluxos de 8 a 9 litros/minuto, correspondentes a

uma taxa de 14 a 16 volumes/minuto de remoção de ar, pelas dimensões da câmara de ar (572 cm³).

KISSEL et alii (1977) testaram taxas de fluxo entre 1.9 a 19 volumes/minuto em condições de campo, encontrando perdas sensíveis de NH₃ até 14 volumes/minuto, sendo que para aumentos subsequentes na taxa de fluxo, incrementos nas perdas de 1% foram registradas. Estes resultados estão concordando com resultados obtidos dos testes em laboratório, discutidos anteriormente.

É importante, portanto, em trabalhos de laboratório utilizando esse método, que os critérios que justifiquem o fluxo a empregar, sejam claramente explicitados.

O controle da umidade do ar dentro da câmara, é outro aspecto importante que deve ser considerado, dependendo dos objetivos da pesquisa.

HARGROVE et alii (1977) demonstraram a existência de uma correspondência entre perdas gasosas e variações na umidade relativa do ar. O uso de reservatórios de água para umedecer o ar que entra na câmara, associado a uso de agente desecante tem sido utilizados para contornar esse problema.

Aumentos nas perdas de amônia em relação a

aumentos na umidade relativa do ar foram interpretadas por esses autores devido as seguintes causas:

1. *Dissolução facilitada do fertilizante associada a alta umidade relativa do ar.*
2. *Perdas de amônia sorvida no solo pelo deslocamento através do vapor d'água.*
3. *No caso de solos alcalinos a presença de água requerida, para facilitar a reação do fertilizante e o carbonato de cálcio presente no solo.*

Exceto em trabalhos de laboratório onde a variação da umidade no ar constitui uma variável em estudo (WATKINS *et alii*, 1972; MARSHALL & DEBELL, 1980), esta normalmente é mantida constante, acarretando perdas acentuadas de NH_3 , logo após a aplicação da fonte nitrogenada, diminuindo rapidamente num período subsequente (HARGROVE *et alii*, 1977).

A coleta de outros gases tais como CO_2 em $\text{Ba}(\text{OH})_2$ (FENN & KISSEL, 1973) e de NO_2 e NO em NaOH 0,1 N e H_2O_2 3% (MARSHALL & DEBELL, 1980) tem sido possível efetuar nesses sistemas, adicionalmente a coleta de NH_3 volatilizada.

Diferentes soluções ácidas tais como HCl

(LARSEN & GUNARY, 1962; WATKINS *et alii*, 1972 e CONNELL *et alii*, 1979), ácido sulfúrico diluído (HARGROVE & KISSEL, 1979; MARSHALL & DEBELL, 1980 e STUMPE *et alii*, 1984), ácido bórico 2% (WILLIS & STURGIS, 1944 e FENN & KISSEL, 1973) e ácido fosfórico (DENMEAD *et alii*, 1974) tem sido utilizadas para reter a amônia volatilizada.

2.1.2. INDIRETOS

Estes métodos estão baseados no princípio de conservação de massa, sendo possível calcular as perdas de $N-NH_3$ volatilizado, pela diferença do que foi inicialmente aplicado como tratamento em relação a um controle ao final do experimento (WAGNER & SMITH, 1957; HILTBOLD & ADAMS, 1960 e WATHHAB *et alii*, 1960).

Posteriormente, com a maior difusão do uso de ^{15}N foi possível acompanhar este tipo de estudos, baseado no princípio da diluição isotópica, associado ao princípio de conservação de massa, sendo dispensável o uso de controle. Mais adiante será descrito o método do balanço isotópico com ^{15}N em condições de campo, sendo apresentadas as limitações e vantagens desse método.

2.2. MÉTODOS DE CASA-DE-VEGETAÇÃO E CAMPO

2.2.1. DIRETOS

Uma série de métodos têm sido utilizados em condições de campo para estimar as perdas gasosas de NH_3 . Sistemas do tipo fechado-estático, fechado-dinâmico, semi-aberto e abertos são encontrados na literatura.

2.2.1.1. FECHADO-ESTÁTICO

Baseado no mesmo princípio indicado para os sistemas utilizados em laboratório, alguns autores tem utilizado este método em condições de campo, acima de microparcelas isoladas do meio (VOLK, 1959, 1970; ANJOS & TEDESCO, 1973, 1976 e MARSHALL & DEBELL, 1980).

Nesse sistema, uma estrutura de dimensões variáveis é colocada na superfície do solo, contendo no seu interior um absorvedor embebido numa solução ácida para reter o NH_3 volatilizado.

VOLK (1959, 1970) utilizou lâ de vidro aderida na base de uma bandeja, adicionando H_2SO_4 10% até máxima capacidade de retenção evitando drenagem da solução, logo após ser montado o coletor. Quando instalado acima de solo

não vegetado, as paredes da bandeja foram protegidas internamente com papel de alumínio para evitar contaminação com solo. Termômetros instalados abaixo dos coletores mostraram temperaturas similares as condições ambientais.

No Brasil, *ANJOS & TEDESCO (1973, 1976)* utilizaram um recipiente de polietileno com dimensões de 14 x 20 x 8 cm, com uma camada de lã de vidro no seu interior, embebida em H_2SO_4 10%. O sistema foi recoberto com folha de papelão para evitar a incidência direta dos raios solares.

MARSHALL & DEBELL (1980) modificando os sistemas empregados anteriormente, utilizaram absorvedores de esponja de 2,6 cm de espessura e 14 cm de diâmetro. As esponjas foram lavadas várias vezes preliminarmente com água destilada e posteriormente colocadas num funil Büchner e saturadas com H_3PO_4 2,2 N e glicerina, sendo o excesso de ácido retirado através de vácuo. (Figura 5).

KISSEL et alii (1977) criticaram esse tipo de coletores pelas condições artificiais de atmosfera gerada. O teor de umidade na superfície do solo, a temperatura e a circulação de ar encontram-se alteradas prejudicando as estimativas de volatilização da NH_3 nesses sistemas (*HARGROVE & KISSEL, 1979*).

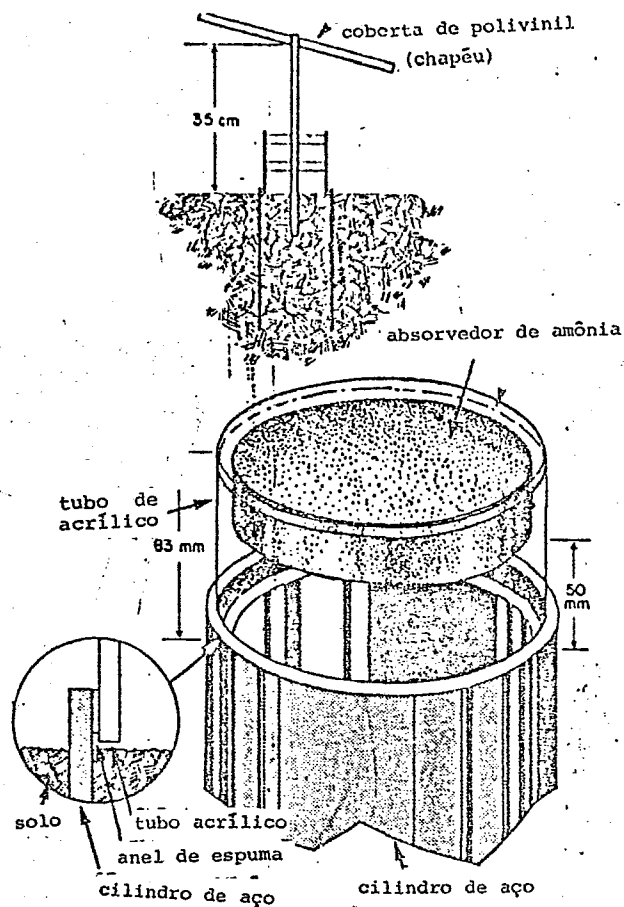


FIGURA 5. Sistema coletor de amônia volatilizada, fechado-estático utilizado por MARSHALL & DEBELL (1980).

VLEK & CRASWELL (1979) relatam que nessas condições subestimam as perdas reais de NH_3 , podendo gerar situações de reabsorção da amônia volatilizada, por saturação da atmosfera acima da superfície do solo.

2.2.1.2. FECHADO-DINÂMICO

Estes métodos são uma adaptação dos sistemas

utilizados em laboratório.

Diversos autores tem utilizado esse sistema em condições de casa-de-vegetação e campo (*OVERREIN*, 1968, 1969; *KISSEL et alii*, 1977; *HARGROVE et alii*, 1977; *HARGROVE & KISSEL*, 1979; *VLEK & CRASSWELL*, 1979; *HOFF et alii*, 1981 e *STUMPE et alii*, 1984).

OVERREIN (1968, 1969) usou um lisímetro conectado a uma câmara de volatilização. O lisímetro de fibra de vidro, foi cuidadosamente enterrado no solo até uma profundidade de 40 cm, afim de alterar ao mínimo o perfil do solo. Retirado o solo, foi adicionado pedrisco na base para efetuar coletas de lixiviado.

Acima do lisímetro foi instalada uma capela de acrílico após incorporação da fonte nitrogenada. Foi aplicado ar comprimido numa taxa de 0,4 litros/minuto, durante um período de 60 minutos, a intervalos de duas horas. O NH_3 foi coletada e determinada de forma similar a descrita nos sistemas utilizados em laboratório. As capelas foram lavadas com ácido no momento da coleta, para retirar a amônia retida nas paredes e adicionada à NH_3 retirada pelo fluxo de ar. Este procedimento não têm sido salientado em outros trabalhos. (Figura 6).

KISSEL et alii (1977) desenvolveram um siste

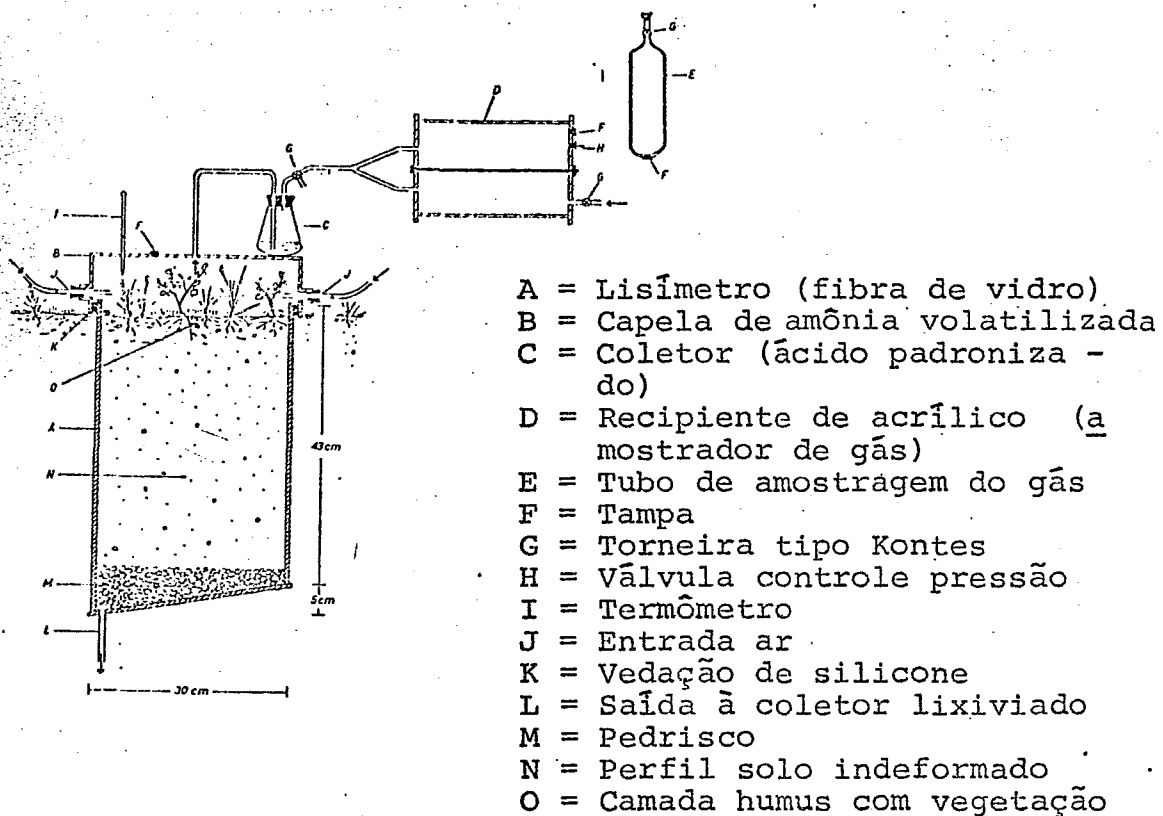


FIGURA 6. Esquema do lisímetro - Câmara de volatilização utilizado por *OVERREIN* (1968, 1969).

ma de coleta automático de NH_3 volatilizada sem criar condições ambientais artificiais na câmara de volatilização. O esquema simplificado do sistema pode ser visto na Figura 7. Consiste basicamente de uma câmara de volatilização, coletores químicos associados e uma bomba de vácuo, devidamente conectados.

Em operação, um sistema elétrico usando válvulas de solenóide, permite fechar a câmara acima da superfície do solo, ativando o sistema de vácuo, fazendo passar a corrente de ar através da câmara. Ao final da coleta, os controles elétricos abrem a câmara deixando o sistema submetido às condições naturais do ambiente. Este sistema permite conectar várias câmaras associados a coletores de ácido em diferentes locais, ao mesmo tempo.

Estes autores não recomendam o uso de soluções indicadores para a coleta de NH_3 , dado que a solução deteriora-se, devido provavelmente às altas temperaturas. Eles recomendam o uso do método de destilação Kjeldahl como alternativa.

Como vantagem principal do sistema, *KISSEL et alii* (1977) indicam a possibilidade de efetuar medições de volatilização de NH_3 em condições de campo, com o mínimo de alterações. Como o sistema é automático, ele permite efetuar medidas contínuas em diferentes condições ambientais e com diferentes tratamentos. Também, pelo uso de outros agentes químicos a emissão de outros gases podem ser coletados.

Porém, resultados obtidos com esta metodologia devem ser interpretados cautelosamente, quando as medidas são efetuadas com cobertura vegetal acima do solo, que

reduz a velocidade do vento. Nesses casos poderia acontecer superestimacões do processo de volatilizacão levando a erros sérios na apreciacão dos resultados.

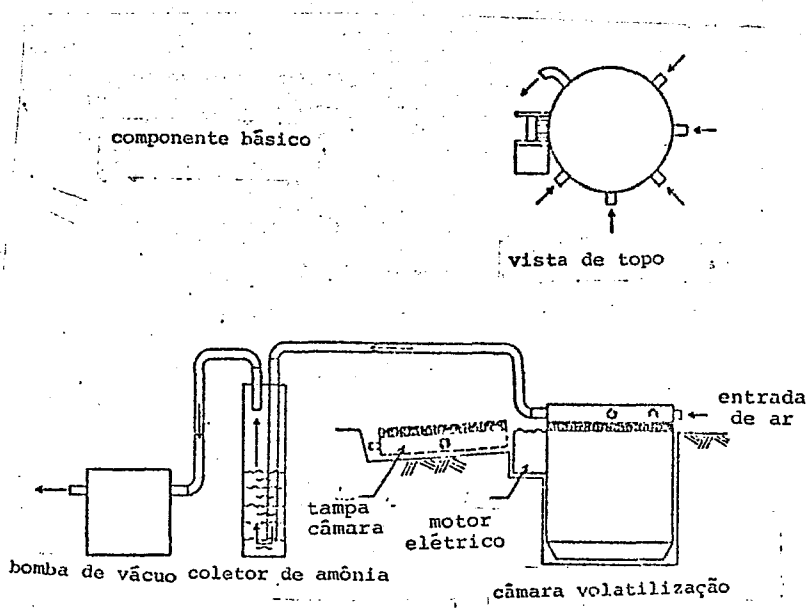


FIGURA 7. Esquema do sistema coletor de NH_3 volatilizada utilizado por *KISSEL et alii* (1977)

A estimativa de perdas de NH_3 volatilizada em condições de solo alagado, não é possível com os sistemas descritos anteriormente. Baseado no mesmo princípio, mas possibilitando estudos nessas condições, *VLEK & CRASWELL* (1979) adaptaram o uso de vasos para estudo em casa-de-vegetação em presença ou ausência de sistema vegetal.

Estes autores utilizaram lisímetros para gases, de acrílico de 1,20 x 3,40 x 3,60 m permitindo acomodar vasos com plantas de arroz (Figura 8).

Na base do lisímetro e a nível do sistema foliar, são colocados ventiladores que vão promover circulação de ar suficiente para coletar NH_3 num recipiente com H_2SO_4 diluído, situado sob o vaso suspenso. A serpentina de aço inoxidável de 3 m permite controlar umidade e temperatura do ar. A água de condensação da atmosfera é dirigida ao vaso para manter o nível de água de alagamento mediante um flutuador, ou devolvida à recipiente de ácido, logo após passar através de um funil contendo resina Dowex 50 que retém a amônia dissolvida.

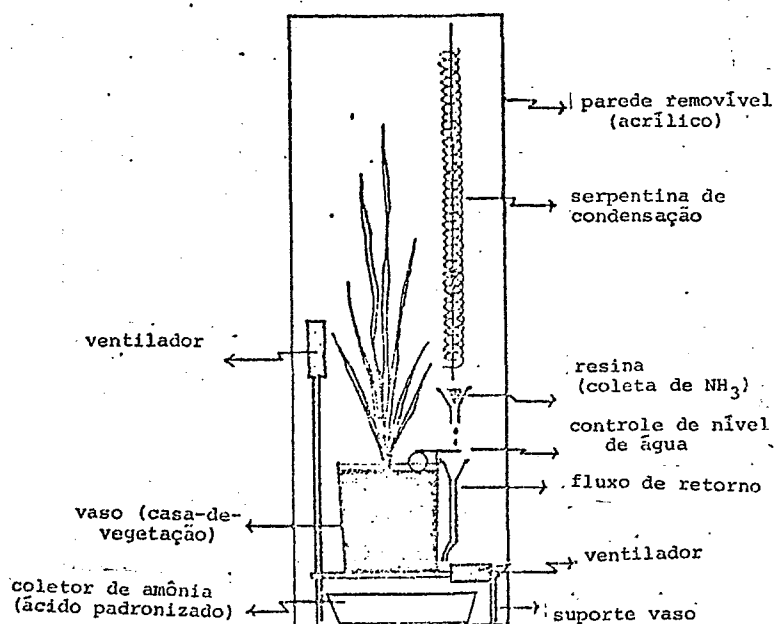


FIGURA 8. Lisímetro com câmara gasosa para estudos de volatilização de NH_3 utilizado por VLEK & CRASSWELL (1979).

Em outros sistemas usados por esses autores e por *STUMPE et alii* (1984) se faz circular uma corrente de ar acima da superfície do solo contido em vasos e cobertos com acrílico devidamente vedados, permitindo o crescimento natural da planta.

O uso de túnel de vento aplicado em condições de solo alagado como na cultura de arroz e de solo não saturado, para estimar perdas de NH_3 volatilizada, tem sido utilizadas e comparadas com técnicas micrometeorológicas (*BOUWMEESTER & VLEK, 1981 e BOUWMEESTER et alii, 1985*).

Num túnel de acrílico de 15m, de comprimento e 1m de altura, contendo o substrato nitrogenado adicionado ao solo ou superfície da água, é determinada a volatilização de NH_3 . Para tal, existe na saída do túnel uma haste como sistema coletor constituído de tubos de adsorção a diferentes alturas. Estes tubos de vidro, contêm material absorvido em ácido cítrico, através dos quais passa uma corrente de ar determinada. Os cálculos da NH_3 volatilizada são similares aos efetuados nos métodos micrometeorológicos, descritos mais adiante.

Nesses sistemas, temperatura, velocidade do vento e umidade relativa podem ser controladas, permitindo efetuar estudos sistemáticos dos diversos fatores que estão afetando o processo de volatilização, assim como simular situações de áreas mais restritas que as necessárias para a aplicação de métodos micrometeorológicos (Figura 9).

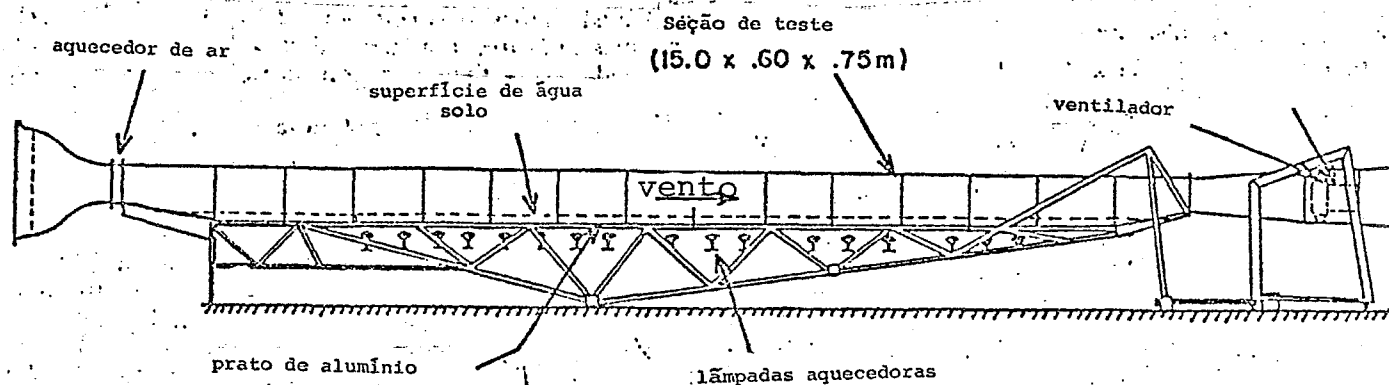


FIGURA 9. Túnel de vento para coleta de NH_3 volatilizada, utilizado por *BOUWMEESTER & VLEK (1981)*.

2.2.1.3. SEMI-ABERTOS

Sistemas desse tipo, são mais simples que o descrito anteriormente (*NÔMMIK, 1973b e MARSHALL & DEBELL, 1980 e CHITOLINA & BOARETTO, 1979*).

Em condições de campo, *NÔMMIK (1973b)* utilizou microparcelas isoladas lateralmente, por cilindros de metal, de 24,5 cm de diâmetro e 15 cm de altura. Essas estruturas são enterradas no solo, sem perturbar a estratificação natural do mesmo ou suas condições de drenagem. Dois discos de poliuretano (densidade $0,030 \text{ g/cm}^3$) de 24,5 cm

de diâmetro e 3 cm de espessura foram usadas como absorvedores de NH_3 , colocados dentro de uma estrutura de acrílico, como indica a Figura 10.

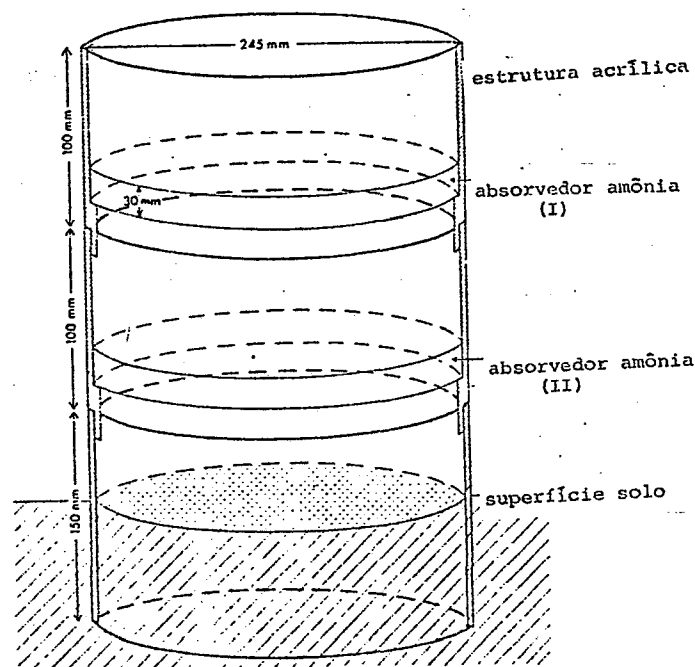


FIGURA 10. Sistema coletor de NH_3 volatilizada semi-aberto estático, utilizado por NÖMMIK (1973b)

Após lavar os discos com H_3PO_4 1 M, KOH 1 M e água destilada sucessivamente, os discos foram submersos, em solução de H_3PO_4 e glicerol. Posteriormente os discos foram espremidos até reter um volume aproximado de 70 ml.

O absorvedor superior serve para evitar contaminação do absorvedor inferior pela N-NH_3 proveniente da atmosfera. Além deste, o absorvedor inferior coleta o NH_3 proveniente do solo.

Após períodos definidos, troca-se apenas o absorvedor inferior.

Testes preliminares de laboratório efetuados por esse autor, vedando o sistema coletor na base e usando carbonato de amônia como fonte de N volatilizável, mostraram uma eficiência de 96% de recuperação pelo absorvedor.

Em relação aos sistemas fechados, *NÖMMIK (1973b)* indica que este sistema permite uma difusão mais facilitada da NH_3 acima da superfície do solo, ao admitir um intercâmbio de ar relativamente livre entre o solo e a atmosfera. Porém, interferências da temperatura e umidade relativa nas microparcels são inevitáveis.

2.2.1.4. ABERTOS

Estes métodos desenvolvidos nos últimos anos são sem dúvida, até o momento, os que melhor conseguem efetuar estimações de NH_3 volatilizável de caráter absoluto em condições naturais, dado que não estão alterando as condições microambientais, onde densidades de fluxo vertical e/ou horizontal da NH_3 é estimada ao ar livre acima da superfície do solo (*DENMEAD, 1983*).

Esse autor classifica os métodos micrometeorológicos segundo o cálculo efetuado do transporte de NH_3 .

Métodos baseados no movimento turbulento da atmosfera (BRAMAN *et alii*, 1982), difusão do gás através de gradiente de concentração (DENMEAD *et alii*, 1974, 1976, 1978) e baseado no balanço de massa (DENMEAD *et alii*, 1977; BEAUCHAMP *et alii*, 1978; DENMEAD *et alii*, 1982a, 1982b e FILLERY & de DATTA, 1986), tem sido utilizados nas estimativas de fluxo livre de NH_3 a partir da superfície do solo.

BRAMAN *et alii* (1982) baseado no movimento turbulento da atmosfera que desloca parcelas de ar num sentido vertical num dado momento, medem o fluxo instantâneo, correlacionando a velocidade de vento vertical instantânea num determinado ponto no espaço, com a concentração de NH_3 encontrada nesse mesmo ponto, usando a técnica de quimioluminescência.

Assim, fazem reagir o NH_3 que penetra num tubo fechado a vácuo, em condições de fluxo laminar com ácido tungstico contido nele e que posteriormente é desorvido termicamente e detectado por quimioluminescência.

DENMEAD (1983) salienta a necessidade de se usar um detector gasoso de rápida resposta dado que em condições normais, as turbulências acontecem com frequências

tão alto como de 5 a 10 Hz.

Na disponibilidade desse instrumento, poucas suposições são requeridas em relação à natureza do transporte e portanto, são necessárias estimativas apenas a um nível determinado acima da superfície do solo (DENMEAD, 1983).

A densidade de fluxo médio vertical (F) da NH_3 é simplesmente determinada, pelo produto da velocidade do vento vertical (W) e a densidade do gás (ρ_g) num tempo instantâneo; de acordo a equação (1):

$$F = W (\rho_g) \quad (1)$$

O método de difusão do gás através do gradiente de concentração, requer medidas da concentração do gás (c) a determinadas alturas (z), acima da superfície do solo e o conhecimento do apropriado coeficiente de difusão de turbulência do ar (K). Assim, a densidade de fluxo vertical de NH_3 (F) fica definido pela equação (2).

$$F = K \frac{\Delta c}{\Delta z} \quad (2)$$

O valor de K pode ser determinado sob considerações de balanço de energia, o qual é função da velocidade do vento, altura, relêvo superficial e estratificação térmica (DENMEAD *et alii*, 1974; 1976).

Esse método, como o anterior, está limitado a situações nas quais o ar flui acima de uma superfície de intercâmbio homogênea, a uma grande distância, pela qual , perfis de concentração de NH_3 no ar, estão em equilíbrio com a taxa local de intercâmbio, e gradientes de concentração horizontal de NH_3 são desprezíveis. Em tais circunstâncias, a densidade de fluxo vertical de NH_3 será constante com a altura, nas camadas de ar perto da superfície do solo e pode-se aplicar uma análise unidimensional (vertical) dos dados. Essa técnica requer portanto, que se determine uma sequência vertical de amostragem de concentração de NH_3 , em relação à distância que o vento percorre acima da área experimental, o que complica a estimativa DENMEAD (1983).

Para áreas relativamente pequenas (0,1 a 0,5 ha) tem sido utilizada a técnica de balanço de massa.

A NH_3 que sai do solo após a incorporação de uma fonte nitrogenada, é despreendido verticalmente por di fusão turbulenta e deslocada horizontalmente por corrente de convecção (DENMEAD *et alii*, 1977).

Para uma direção de vento definida, o fluxo líquido de NH_3 proveniente da área tratada, pode ser calculado por medidas das concentrações de NH_3 e velocidades do vento na saída da área experimental. Como a reabsorção de NH_3 liberada do solo é desprezível, o fluxo de NH_3 emergente do solo, fora da área experimental pode ser igualado com a perda da superfície do solo (DENMEAD *et alii*, 1977).

Considerando um plano perpendicular normal ao vento na saída da área, a taxa do transporte de NH_3 através da unidade de área do plano na altura (z), devida a emissão desde o solo, será o produto $\bar{u}(z) \bar{c}(z)$, onde \bar{u} é a velocidade do vento horizontal e \bar{c} é a concentração de NH_3 em excesso, acima do basal, sendo portanto, a densidade de fluxo de NH_3 (F) calculada pela equação (3).

$$F = \frac{1}{x} \int_0^z \bar{u} \bar{c} dz \quad (3)$$

onde x é a distância percorrida pelo vento acima da área tratada (DENMEAD *et alii*, 1977 e DENMEAD, 1983).

Essa técnica requer que os perfis experimentais estejam bem definidos. Na presença de cobertura vegetal um maior número de pontos devem ser registrados onde

os perfis verticais apresentam maior irregularidade (DENMEAD *et alii*, 1982b) em relação a áreas de escassa cobertura, (DENMEAD *et alii*, 1977).

Como as medições são efetuadas em excesso do nível basal de NH_3 , dependendo das quantidades existentes, deverá estudar-se o perfil basal de NH_3 nos casos que corresponda, aumentando ainda mais o número de estimações (DENMEAD, 1983).

Outro aspecto limitante é que o valor de \underline{x} seja conhecido com precisão, dado que em experimentação agrônômica as parcelas são normalmente retangulares e portanto, \underline{x} pode variar com a direção do vento, sendo preciso nesses casos, efetuar essa medida (DENMEAD *et alii*, 1977, 1982b). O uso de parcelas circulares pode contornar esse problema como a utilizada por BEAUCHAMP *et alii* (1978).

FILLERY & de DATTA (1986), indicam que as determinações do fluxo ficam restritas pela falta de repetições nos experimentos.

Wilson *et alii**, citados por FILLERY & de DATTA (1986) tem proposto uma simplificação dessa técnica

* WILSON, J.D.; THURTHELL, G.W.; KIDD, G.E.; BEAUCHAMP, E.G. Estimation of the rate of gaseous mass transfer from a surface source plot to the atmosphere. *Environ*, 16: 1-7. 1982.

pela estimação de fluxos (F), determinando μ e c numa pre determinada altura denominada ZINST, excluindo a necessidade de elaborar um perfil de estimativas. Esses autores definem ZINST como a altura na qual fluxos normalizados ($\mu c/F$) apresentam o mesmo valor independente da situação do regime atmosférico, seja em culturas de pastagens (DENMEAD, 1983), arroz alagado (FILLERY & de DATTA, 1986) e de diferentes condições de velocidade do vento, diurnas ou noturnas (DENMEAD, 1983).

DENMEAD (1983), salienta dois aspectos a serem considerados na aplicação desse método:

1. A área experimental, embora seja pequena, requer que seja localizada em áreas grandes e uniformes nas quais os perfis de vento sejam estáveis.
2. A cobertura vegetal da área experimental deve ser pequena, de modo a ter um perfil de fluxo horizontal previamente conhecido, o qual está determinado pelo relevo superficial, geometria da parcela e estabilidade atmosférica.

FILLERY & de DATTA (1986), testando esta metodologia simplificada em relação ao método de balanço isotópico com ^{15}N em arroz alagado, encontraram diferenças não

significativas nas perdas gasosas de NH_3 que foram de 38 a 40% respectivamente.

Coletores situados a diferentes alturas contendo H_3PO_4 a 2% ou outros tipos de ácidos tem sido utilizados na determinação da concentração de NH_3 volatilizada (DENMEAD *et alii*, 1974, 1976, 1977; BEAUCHAMP *et alii*, 1978)

DENMEAD (1983) indica que o coletor pode ser modificado, permitindo que os fluxos de ar que passam através do coletor sejam proporcionais a velocidade do vento, estimando a densidade de fluxo horizontal ($\overline{\mu c}$) em vez de (μc).

2.2.2. INDIRETOS

Estimativas de NH_3 volatilizada proveniente da aplicação de fertilizantes ao solo, tem sido efetuadas utilizando ^{15}N (CARTER *et alii*, 1967; OVERREIN, 1968; 1969; NÖMMIK, 1973a e MARSHALL & DEBELL, 1980) e o método de recuperação pela cultura-teste (TERMAN & HUNT, 1964; HARGROVE *et alii*, 1977 e HARGROVE & KISSEL, 1979), tanto em casa-de-vegetação como em campo. Da mesma forma que os métodos abertos de estimativa direta, estes métodos não estão alterando as condições micro-ambientais.

2.2.2.1. BALANÇO DE MASSA E ISOTÓPICO COM ^{15}N

NÖMMIK (1973a) usando microparcelas isoladas verticalmente, aplicou essa técnica, em solo com vegetação de floresta. A estimativa da amônia volatilizada foi obtida pela diferença entre a quantidade de uréia marcada adicionada a microparcêla e a quantidade de N proveniente do fertilizante encontrado no perfil do solo, a intervalos de tempo definidos.

As perdas são estimadas em condições naturais de aeração, temperatura e umidade do solo.

Este autor indica, porém, uma série de considerações que devem ser observadas:

1. Durante o período experimental não deve ocorrer lixiviação, sendo excluída esta técnica em períodos de intensa chuva. O problema pode ser contornado, colocando um protetor acima da parcela experimental ou efetuando estimativas associadas ao uso de lisímetro do tipo de OVERREIN (1968), para simular as condições naturais, incluindo lixiviação.
2. É uma técnica cara pelo uso de traçador, requerendo muito cuidado no procedimento de amostragem em campo e um

procedimento elaborado do ponto de vista analítico.

- 3. Por ser uma técnica destrutiva, as amostragens diários são dificultados, pela grande quantidade de repetições necessárias.*
- 4. Grande erro experimental na estimativa da volatilização é provocado pelo cálculo indireto da medida.*
- 5. Em experimento de longa duração, erros adicionais podem acontecer por processos de desnitrificação química e/ou biológica. Em condições de campo, este fato pode provocar uma superestimativa do processo de volatilização.*

2.2.2.2. RECUPERAÇÃO PELA CULTURA-TESTE

Este método está baseado na resposta que a apresenta uma cultura, quando são aplicadas doses crescentes de N. Nessas condições normalmente a cultura aumenta proporcionalmente em matéria verde e assimilação de N. Normalmente a fonte nitrogenada utilizada é de forma nítrica (ex. $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$) que não está sujeita a volatilização e a cultura deve apresentar uma clara resposta a absorção do N. Dessa

maneira, é possível construir uma curva padrão de resposta, a qual será usada para a interpolação de outras fontes nitrogenadas. Assim, as perdas gasosas de NH_3 das outras fontes em estudo serão calculadas usando essa correlação é a equação (4).

$$\% \text{ Perdas } \text{NH}_3 = \frac{A - B}{A} \times 100 \quad (4)$$

sendo A, a quantidade de N aplicada e B, a quantidade remanescente no solo após cessar o processo de volatilização. Este último valor é calculado por interpolação na curva padrão.

Como é indicado por autores que tem utilizado este método, assume-se que o único efeito provocado no solo pelas diferentes fontes nitrogenadas, seria a quantidade de N remanescente, logo que o processo de volatilização cesse. Isto não é estritamente verdadeiro, devido a que algumas etapas do Ciclo do N, como imobilização biológica, afetam de maneira diferente as formas de N-NH_4^+ e N-NO_3^- .

Normalmente este fenômeno e o processo de desnitrificação é considerado desprezível na superfície do solo (MEYER *et alii*, 1961; TERMAN & HUNT, 1964; HARGROVE *et*

alii, 1977; HARGROVE & KISSELL, 1979 e RODRIGUES, 1983).

2.3. COMPARAÇÃO DE DIFERENTES MÉTODOS NA ESTIMATIVA DO PROCESSO DE VOLATILIZAÇÃO DE NH₃

Pouca ênfase tem sido dada na literatura a trabalhos dessa natureza.

Dois aspectos que serão discutidos a seguir, mostram as dificuldades surgidas na estimativa do processo de volatilização de NH₃, e a importância de desenvolver mais pesquisas nesse campo.

2.3.1. PERDAS GASOSAS DE NH₃ ESTIMADAS POR DIFERENTES METODOLOGIAS

Alguns trabalhos da literatura revisada podem exemplificar esse aspecto.

Quatro métodos diferentes, foram testados por MARSHALL & DEBELL (1980) na estimativa do processo de volatilização em solo sob floresta de Douglas Fir (Pseudot

suga menziesii (Mirb.) Franco) de 50 anos de idade.

Quarenta dias após a aplicação de 220kg N/ha na forma de uréia, foram efetuadas amostragens a intervalos sucessivos.

As estimativas de NH_3 volatilizada usando o método fechado-estático (VOLK, 1970), semi-aberto estático (NÖMMIK, 1973b), balanço de massa com ^{15}N (NÖMMIK, 1973a) em condições de campo e o método fechado-dinâmico, (FENN & KISSELL, 1973), em condições de laboratório, foram de 13, 17, 35 a 42 e de 22 a 26% do N aplicado, respectivamente.

Dada as características do solo usado no estudo, os autores acreditam que o método de balanço de massa com ^{15}N esteja incluindo perdas gasosas por desnitrificação.

Correções efetuadas nesse método, para estimar a fração gasosa perdida por volatilização levam a considerar que o método fechado-dinâmico, é o que melhor reflete as perdas, sendo mais representativo em relação as estimativas efetuadas pelos outros métodos.

Resultados similares foram obtidos, no Brasil, por ANJOS & TEDESCO (1976) em condições de campo; comparando o método indireto de balanço de massa em relação ao

método direto fechado-estático usado por VOLK (1959,1970).

Após 7 dias de aplicação de 200 kg N/ha de uréia superficial, os resultados obtidos por esses autores estão condensados na Tabela 2.

TABELA 2. Perdas gasosas de NH_3 comparativas pelo método direto e indireto (% do N aplicado), após sete dias da aplicação de 200 kg N/ha.

Solo	pH	CTC (meq/100g.)	Método	
			Direto	Indireto
Bom Retiro	5,2	2,6	15,2	23,8
São Jerônimo	5,7	6,4	24,7	34,2
Vacaria	6,3	17,4	12,0	22,1

Adaptado de ANJOS & TEDESCO (1976)

Embora ambos métodos apresentem uma correlação significativa ($r=0,861$), as diferenças observadas tem sido discutidas anteriormente, demonstrando a relatividade, das estimativas efetuadas.

No início da última década, a calibração de métodos micrometeorológicos tem recebido mais atenção, pela grande vantagem de se efetuar estimativas em condições naturais e em solos alagados onde o processo de volatilização tem-se mostrado mais significativo que o que se pensava.

O túnel de vento desenvolvido por BOUWMEESE & VLEK (1981) foi calibrado para as condições de solo alagado, em relação à técnica micrometeorológica desenvolvida por DENMEAD et alii (1977), de balanço de massa.

Efetuando estimativas de velocidade de vento e de concentrações de NH_3 a diferentes alturas, acima do nível de água, foram utilizados cálculos de densidade de fluxo de NH_3 diferentes, concluindo-se que independentemente do procedimento utilizado, as taxas de fluxo calculadas são similares, sendo portanto, mais fácil aplicar o método de balanço de massa (fluxo longitudinal), tanto pela facilidade de coleta de dados como pelo procedimento de cálculo.

Ultimamente FILLERY & De DATTA (1986) comparando a técnica de balanço de massa micrometeorológica simplificada proposta por Wilson et alii, em relação ao método de balanço de ^{de} ^{15}N , encontraram valores de 36% e 33% do N aplicado, respectivamente, quando aplicada uréia ^{15}N a solo alagado após um período de oito dias. Entretanto,

essa técnica simplificada tem mostrado excelente correlação com as outras técnicas micrometeorológicas desenvolvidas anteriormente (DENMEAD *et alii*, 1977 e BEAUCHAMP *et alii*, 1978).

2.3.2. COMPARAÇÃO DE ESTIMATIVAS EFETUADAS EM CONDIÇÕES DE LABORATÓRIO E CAMPO USANDO UMA METODOLOGIA EQUIVALENTE

Os trabalhos que visam a calibração de um mesmo método em condições de laboratório e campo não tem sido frequentes.

Usando o método fechado-dinâmico, desenvolvido por FENN & KISSELL (1977) em condições de campo, após 12 dias de período experimental, com aplicação de 336 kg N/ha na forma de uréia, estimaram perdas da ordem de 3,9 a 6,9% do N aplicado.

Essas perdas são muito baixas, em relação às estimadas em condições de laboratório, usando o mesmo solo, sendo 30% acima das estimadas em condições de campo.

Esses autores salientam a necessidade de efetuar estudos diretos em condições de campo, onde provavel

mente estaria acontecendo uma alta taxa de imobilização do N aplicado.

Tendências similares, tem sido apresentadas, por HARGROVE & KISSELL (1979) usando o método fechado-dinâmico do tipo usado por FENN & KISSELL (1973), em relação ao método desenvolvido por FENN & KISSELL (1977) para condições de campo. Após aplicação de 224 kg N/ha na forma de uréia, as perdas estimadas em condições de campo (0-9% do N aplicado), foram muito pequenas, comparadas às estimadas em laboratório (13 a 31% do N aplicado). Evidências dessa natureza, estão indicando que as perdas nitrogenadas sofridas por esse processo podem não ser tão severas como pensava-se anteriormente, segundo apreciam HARGROVE & KISSELL (1979).

Quando esses autores usaram o método indireto de recuperação por cultura-teste no primeiro ano, estimaram perdas entre 0 a 39% do N aplicado. No segundo ano, o N absorvido na cultura proveniente da uréia foi superior ao tratamento com $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ usado como fonte não volatilizável. Ao combinar os resultados dos dois anos o N absorvido pela cultura foi similar para ambas as fontes.

Duas explicações são mencionadas por esses autores para interpretar os fatos observados:

1. Estimulação da atividade de urease do solo tem sido ob

servada em laboratório, quando aplicada uréia ao solo.

- 2. É muito provável que grande parte do NH_4^+ proveniente da hidrólise da uréia possa ficar imobilizada no solo devido a um aumento da atividade microbiana.*

Essas explicações sugerem que grande parte da uréia hidrolisada no primeiro ano, tenha sido afetada pelo processo de imobilização, explicando aparentemente o pequeno aproveitamento do N-uréia, e que erroneamente pode ser estimado como volatilizado. Os dados do segundo ano mostram que esse N imobilizado é aproveitado nesse ciclo pela cultura, indicando também que as perdas por volatilização, não são tão significativas como as estimativas de laboratório pretendem mostrar.

Pode-se apreciar na revisão das diferentes metodologias empregadas para estimar as perdas gasosas de NH_3 , que todas elas apresentam vantagens e desvantagens.

CRASWELL e VLEK (1983) indicam que devido ao caráter estocástico dos fatores ambientais, que determinam as perdas, tais medidas não são facilmente extrapoladas a diferentes condições ambientais.

Tudo parece indicar, como observam estes au

tores que o tipo de metodologia utilizada está de certa forma relacionada aos objetivos do estudo efetuado. Técnicas micrometeorológicas resultam mais aconselháveis para estimativas de perdas reais de NH_3 no campo. No estudo de efeitos ambientais e de manejo do N no potencial de volatilização de NH_3 , as técnicas com túnel de vento e sistemas estáticos ou dinâmicos com atmosfera artificial, tem sido utilizados com preferência.

Até que um método simples não seja aperfeiçoado, após uma calibração adequada em relação a uma técnica micrometeorológica, que possa ser usada numa forma extensiva sob diferentes condições edafo-climáticas, efetuando-se medidas diretas desse processo e do processo de desnitrificação, o enigma de qual mecanismo apresenta maior importância relativa no processo geral de perdas gasosas proveniente do fertilizante, permanecerá sem solução (CRAS SWELL & VLEK, 1983).

3. MATERIAL E MÉTODOS

3.1. SISTEMAS COLETORES DE N-NH₃ VOLATILIZADO

No presente trabalho foram utilizados dois sistemas coletores de amônia volatilizada do tipo semi-aberto estático: coletor adaptado por *CHITOLINA e BOARETTO (1979)* e outro sistema modificado de *NÖMMIK (1973b)*, baseados no princípio de difusão gasosa de amônia (Figura 11).

O sistema apresentado na Figura 11a, referido neste trabalho, como coletor de lã de vidro, constituiu-se de um funil de vidro provido de uma rolha de borracha em sua haste e que é acoplada a um frasco kitasato de 500 ml, sendo colocada em seu fundo, lã de vidro embebida em H₂SO₄ padronizado, como absorvedor. Este material deve ser colocado da maneira mais uniforme possível com o auxílio de um bastão de vidro. A seguir, adiciona-se à lã de vidro uma quantidade determinada de ácido, acoplando-se posteriormente o frasco kitasato à haste do funil, permitindo que esta fique levemente submersa na lã.

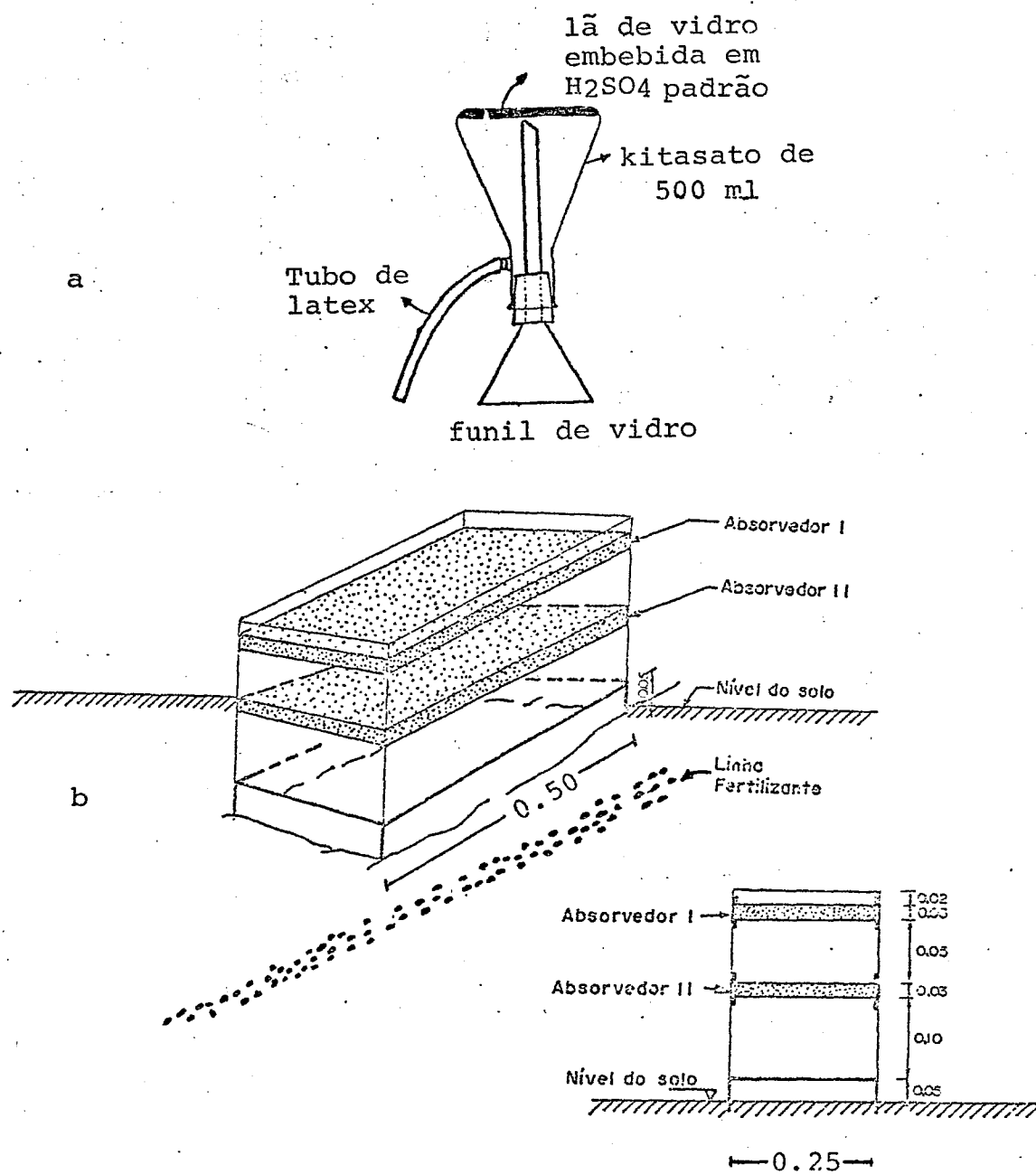


FIGURA 11. Sistemas coletores de NH_3 volatilizada semi-abertos estático. a) coletor adaptado por *CHITOLINA & BOARETTO (1979)*. b) coletor modificado de *NÕMMIK (1973b)*.

Como o orifício de sucção do frasco kitasato fica em posição inferior à altura da haste do funil, supõe-se que a amônia volatilizada não escapa do sistema. Para evitar possíveis interferências do vento, que pode provocar movimentação de ar no interior do frasco kitasato, com conseqüente arraste de amônia volatilizada, é conectado nesse orifício um tubo de látex de aproximadamente 20cm.

A amônia volatilizada deve passar pela haste do funil e reagir com o ácido sulfúrico adicionado à lâ de vidro, pelo princípio de difusão passiva da amônia.

O aparelho semi-aberto estático modificado apresentado na Figura 11b, referido neste trabalho, como coletor de espuma, consiste numa estrutura retangular de acrílico de 4 mm de espessura contendo em seu interior dois absorvedores de espuma de 3 cm de espessura (densidade de $0,020 \text{ g/cm}^3$). O absorvedor I permite a coleta da NH_3 proveniente do ar, evitando contaminar o absorvedor II que é o coletor da NH_3 volatilizada proveniente da superfície do solo. Esta estrutura aberta em ambos os lados é montada acima de um suporte de chapa galvanizada que é colocado no solo a aproximadamente 5 cm de profundidade. Na união da chapa com a estrutura de acrílico, utiliza-se massa para calafetar, com o propósito de vedar, mas não de fixar ambas as superfícies, facilitando a separação das mesmas por

ocasião do transporte do sistema coletor.

Inicialmente o absorvedor (espuma) é saturado uniformemente com H_2SO_4 padronizado. A seguir, a espuma é comprimida levemente para retirar o excesso de ácido, ficando retido um volume aproximado de 200 ml no momento de instalação. Os absorvedores são acondicionados em saço plástico e levados ao local de instalação do sistema coletor.

De forma geral o procedimento operacional dos aparelhos foi similar em todos os experimentos realizados. Em determinadas ocasiões foram efetuadas certas modificações que serão descritas posteriormente.

Numa primeira etapa foram desenvolvidos experimentos preliminares com o coletor apresentado na Figura 11a. Experimentos efetuados em casa-de-vegetação foram desenvolvidos numa segunda etapa, para efetuar finalmente o experimento em condições de campo.

3.2. EXPERIMENTOS PRELIMINARES

Foram efetuados três testes preliminares com o aparelho coletor de lã de vidro em diferentes condi

ções experimentais.

3.2.1. EM CONDIÇÕES DE SISTEMA ISOLADO

Essa condição foi assim definida, porque nesse experimento interrompeu-se a continuidade atmosférica através do sistema coletor situando-o acima de uma superfície impermeável vedando-se a boca do funil.

Para determinar a eficiência do coletor nessas condições, foram preparados dois níveis diferentes de soluções de NH_4OH contendo 20,3 g N/l e 39,6 g n/l. Foi escolhido NH_4OH como fonte de N volatilizável dado que em condições normais de temperatura e pressão, é susceptível de rápida volatilização.

Alíquotas contendo 10 ml de cada solução foram colocadas em pequenos frascos sob o aparelho. Cada tratamento constou de seis repetições. Os sistemas foram colocados sobre uma superfície impermeável para evitar interferência de outros processos que normalmente ocorrem num meio poroso como o solo e, vedados com massa Apiezon ao redor das bocas dos funis, e nas rolhas de borracha para evitar perdas eventuais de NH_3 .

Aos kitsatos com lâ de vidro adicionou-se 15 ml de H_2SO_4 2,4 N para o tratamento de menor concentração e com 4,9 N para o tratamento de maior concentração. Em ambos os casos adicionou-se 3% de glicerina e como indicador, vermelho de metila.

Após um período de 14 dias, efetuou-se as determinações das quantidades de $N-NH_3$ residual e $N-NH_3$ volatilizado na lâ de vidro.

3.2.2. EM CONDIÇÕES DE SISTEMA SEMI-ABERTO

A condição de sistema semi-aberto foi assim definida, porque o aparelho encontrava-se sobre um meio poroso (solo) permitindo uma continuidade atmosférica com o meio externo. Nesta condição, caberia esperar um comportamento diferente do aparelho, sendo mais representativa de uma situação real de campo.

Neste teste, foram utilizadas soluções de NH_4OH contendo 3,13; 20,30 e 39,60 g N/l, e depositando 10 ml de cada solução em pequenos frascos abaixo do aparelho, com três repetições por tratamento. No tratamento que se utilizou 3,13 g N/l, estudou-se também a resposta do aparelho em contato com solo previamente umedecido. Em cada local, foi instalado um tratamento controle, sem solução de

NH_4OH .

Após um período de 15 dias, foram efetuadas determinações de N-NH_3 residual nos frascos, N-NH_3 absorvido na lã de vidro e coletou-se também amostras compostas de solo e material vegetal sob influência do sistema coletor e do meio externo, para determinações de N mineral e N total respectivamente. Ambos tipos de amostras foram coletadas do meio, de acordo com a área de influência da boca do funil do coletor.

Volumes iguais das diferentes soluções de NH_4OH foram expostas ao ar livre, para comparar as perdas gasosas de NH_3 em relação as do sistema coletor.

3.2.3. EM CONDIÇÕES DE CASA-DE-VEGETAÇÃO

Num primeiro intento de calibração do coletor de lã de vidro foi instalado um experimento em vasos, estudando diferentes doses de aplicação do fertilizante para obter uma correlação de amônia volatilizada absorvida (NVaPF) em relação à amônia total volatilizada (NVPF) provenientes do fertilizante, visando determinar a eficiência do sistema coletor.

O experimento foi instalado no Centro de

Energia Nuclear na Agricultura - Universidade de São Paulo nos dias 27 e 28 de Outubro, sendo feita a amostragem nos dias 16 e 17 de Novembro de 1985.

Neste experimento foi utilizado solo Latos solo Vermelho escuro (LVe), distrófico, de textura arenosa, correspondente a profundidade de 0-30 cm, fornecido pela Usina São José de Macatuba, S.P. As características físico-químicas do perfil são apresentadas na Tabela 3.

Cinco tratamentos de doses equivalentes a 40-60-80-100 e 120 kg N/ha na forma de uréia com 2,711 átomos % de ^{15}N com quatro repetições, foram utilizadas neste experimento (Tabela 4).

O produto usado como fertilizante foi diluído previamente, fazendo uma solução a partir de uréia enriquecida com 5 átomos % ^{15}N e uréia p.a. com abundância natural de ^{15}N , sendo posteriormente concentrada a 45°C , de forma a cristalizar o composto para obter uma concentração isotópica uniforme.

Em vasos de 12 litros de volume efetivo foram colocados aproximadamente 17 kg/vaso de solo LVe, seco ao ar e peneirado com malha de 2 mm, simulando uma densidade de condição de campo de $1,4 \text{ g/cm}^3$ para a profundidade de 0-30 cm.

TABELA 3. Características físico-químicas dos solos utilizados

Solo Horiz.	Prof. (cm)	pH (H ₂ O)	CTC (meq/100g)	MO (%)	pg (g/cm ³)	Comp. granulométrica (%)			U (%) ³	NT ³ (%)	N-(NH ₄ ⁺ +NO ₃ ⁻) ³ (ppm)	
						Areia	Limo	Argila				
Lve ¹	Ap	0-25	5,28	1,67	1,40	80,5	5,9	13,6	0,91	26,10	0,044	5,81
LRe ¹	Ap	0-20	10,72	3,28	1,59	33,8	25,5	40,7	2,36	32,08	0,093	7,79
LVa ²	Ap	0-25	3,30	1,72		85,2	1,8	13,0				

¹Fonte: Usina São José de Macatuba, S.P.

²Fonte: Usina Barra Grande, S.P.

³Unidade de base massa (U g/g), sendo S= unidade solo seco ao ar e CV= Unidade solo a capacidade de vaso. Dados determinados no Centro de Energia Nuclear na Agricultura (CENA/USP)

TABELA 4. Doses de uréia 2,711 at.% ab.¹⁵N incorporada no experimento preliminar em condições de casa-de-vegetação.

Trata <u>men</u> to	Dose ¹ equivalente (kg N/ha)	Dose aplicada (mg N/vaso)	Dose de uréia (g/vaso)
T ₁	40,0	566	1,21
T ₂	60,0	847	1,81
T ₃	80,0	1133	2,42
T ₄	100,0	1449	3,02
T ₅	120,0	1736	3,62

¹ Dose equivalente calculada em relação a superfície.

O adubo foi incorporado a 25 cm de profundidade no centro do vaso, equidistante das paredes, sobre uma pequena camada inicial de solo e posteriormente coberto com cuidado para evitar espalhar o adubo fora da área de influência dos coletores de lã de vidro. Continuando, foi aplicado um único volume inicial de água de 2500 cm³ por vaso, correspondente a 60% aproximadamente de capacidade de vaso. O procedimento utilizado para obter esta condição será detalhado a seguir. Infiltrada a água, foi instalado um coletor por vaso, ficando dois vasos com controles sem adubo nitrogenado.

A instalação dos coletores foi feita numa forma similar a descrita anteriormente, exceto que foi embebido, 20 ml de H₂SO₄ aproximadamente 5 N nos absorvedores de lã de vidro.

3.2.3.1. DETERMINAÇÃO DE CAPACIDADE DE VASO

Devido a alteração da estrutura do solo em experimentos de vaso, fêz-se um estudo prévio de retenção de umidade pelo solo peneirado, segundo MORAES (1984). Em três vasos de cinco litros, solo LVe foi saturado com água e o excesso drenado por uma saída na parte inferior dos vasos durante três dias.

A parte superior dos vasos foi fechada para evitar perdas de água por evaporação. Posteriormente, foram tomadas sub-amostras compostas de solo de cada vaso, de terminando-se a umidade pelo método gravimétrico.

3.2.3.2. REGISTRO DE TEMPERATURA

Fêz-se um acompanhamento diário de temperatura ambiental e do interior da câmara. Este último registro foi efetuado em três termômetros, um por coletor, através da parede do funil, sendo vedada a região com borracha silicone.

De cada vaso foram tomadas quatro amostras usando um tubo de PVC de diâmetro similar ao funil do coletor, separando três profundidades, e tomando uma quarta amostra do restante do solo no vaso (RV) (Figura 12).

3.3. EXPERIMENTOS DE CASA-DE-VEGETAÇÃO

Baseado nos resultados e experiência dos testes preliminares efetuados com o coletor de lã de vi

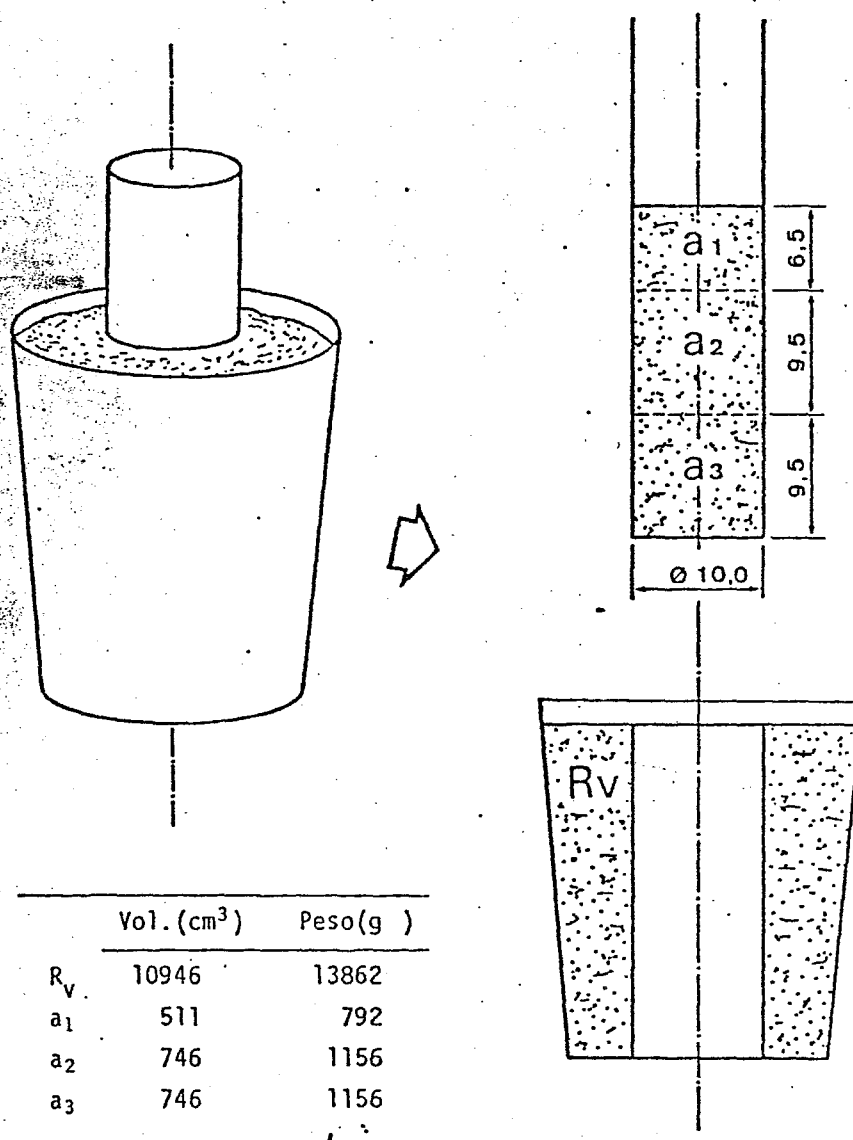


FIGURA 12. Volumes e peso de solo distribuídos no vaso de acordo com a amostragem efetuada (dimensões em cm).

dro, foi montado o experimento definitivo para a calibração do aparelho coletor. Outro experimento similar foi montado para calibrar o coletor de espuma.

3.3. CALIBRAÇÃO DO COLETOR DE LÃ DE VIDRO

O experimento foi instalado no CENA-USP, Piracicaba, nos dias 13 e 14 de Março de 1986, efetuando-se a coleta trinta dias após (10 e 11 de abril).

Solo LVe, textura arenosa e Latossol Roxo eutrófico (LRe), textura argilosa, foram utilizados nesta fase experimental (Tabela 3).

Dois tratamentos com doses equivalentes a 100, 150 e 200 kg N/ha na forma de uréia 1,757 átomos % e Aquamônia 2,238 átomos % ^{15}N foram aplicados aos solos, com três repetições para cada tratamento (Tabela 5).

Na montagem do experimento foram tomadas três providências, baseadas nos resultados obtidos dos experimentos preliminares.

1. Aplicação do fertilizante na profundidade de 4 a 5 cm;

TABELA 5 . Doses de uréia 1,757 at.% ^{15}N e aquamônia 2,238 at.% ^{15}N aplicadas aos solos LVe e LRe para calibração do coletor de lâ de vidro¹

Tratamento	Dose ² equivalente (kg N/ha)	Dose aplicada (mgN/vaso)	Dose fertilizante (ml/vaso)
URÉIA	100	1409± 9	6,99 ± 0,02
	150	2020± 9	10,02 ± 0,02
	200	2818±10	13,98 ± 0,03

AQUAMÔNIA	100	1442± 6	8,97 ± 0,02
	150	2089± 5	12,99 ± 0,03
	200	2894±10	18,00 ± 0,03

¹ Características das fontes:

URÉIA : 44,8 % N (w/v), $\rho = 1,1276 \text{ g/cm}^3$,
concentração da solução: 45% (w/v).

AQUAMÔNIA : 16,08 % N (w/v), $\rho = 0,91 \text{ g/cm}^3$

² Dose equivalente calculada em relação a superfície.

2. *Aplicação da uréia em forma de solução, para facilitar o processo de hidrólise e uma distribuição mais homogênea do adubo;*
3. *Aplicação de doses maiores de nitrogênio, que por outra parte são normalmente utilizadas na cultura de cana-de-açúcar.*

Em vasos de dois litros de capacidade efetiva, foram colocadas 2825 g de solo LVe, para simular uma densidade de $1,4 \text{ g/cm}^3$, 3070 gramas de solo LRe para simular uma densidade de $1,5 \text{ g/cm}^3$. Os solos foram previamente secos ao ar e peneirados em malha de 2 mm.

Previamente à aplicação das soluções nitrogenadas, o solo foi umedecido a aproximadamente 60% da capacidade de vaso adicionando um volume de água de 400 ml e 550 ml ao solo LVe e LRe, respectivamente. Os valores característicos de capacidade de vaso, de cada solo estão indicados na Tabela 3.

Ambas as soluções fertilizantes foram incorporadas no centro do vaso usando pipetas automáticas calibradas de 5 a 1 ml. Em alguns vasos, onde procurou-se adicionar aquamônia numa forma similar ao procedimento utilizado com uréia (fazendo um buraco pequeno no solo e logo coberto) foi necessário efetuar uma modificação na aplica

ção, por demora na infiltração, o que poderia provocar perdas não contabilizadas. Fêz-se necessário, portanto, retirar uma camada superficial do solo, que foi recolocada imediatamente após a aplicação.

As pipetas automáticas foram devidamente calibradas, pesando repetidos volumes de água.

Para cada solo foram deixados dois vasos sem aplicação das soluções fertilizantes, como controle experimental. Em cada coletor, foi adicionado 20 ml de H_2SO_4 2,08 N na lâ de vidro.

3.3.2. CALIBRAÇÃO DO COLETOR DE ESPONJA

O experimento foi instalado no Centro de Energia Nuclear na Agricultura (CENA/USP), nos dias 26 e 27 de Março de 1986, efetuando-se a coleta de dados nos dias 7 e 8 de Maio do mesmo ano.

Neste experimento foi utilizado o solo LVe somente, não sendo possível efetuar outro experimento similar com o solo LRe por falta de aparelhos, devido ao alto custo dos materiais, especialmente o acrílico.

Foi utilizada uma dose equivalente a 100

kg N/ha (7,4 g N/m.l. de sulco de adubação), de uréia e a amônia, das soluções indicadas anteriormente, com três repetições para cada tratamento.

Como um indicador do efeito de cobertura, pelo uso do aparelho sobre a superfície de solo foi montado um controle aberto por tratamento, sem aparelho, mas com aplicação do adubo marcado.

Pipetas automáticas calibradas foram usadas neste experimento para a aplicação das soluções nitrogenadas.

Em caixas de chapa galvanizada, com um volume de 20 litros, foi adicionada uma massa de 28,25 kg de solo seco ao ar e peneirado a 2 mm, simulando uma densidade de 1,4 g/cm³. A seguir, foram aplicados 4300 cm³ de água, correspondendo a uma capacidade de vaso aproximada de 60% (w/w).

3.4. EXPERIMENTO EM CONDIÇÕES DE CAMPO

Este experimento foi instalado na Usina Barra Grande, cooperada da Instituição Copersucar, localizada próxima a Lençóis Paulista, S.P., no dia 26 de Junho

de 1986.

Por motivos de disponibilidade de local experimental da Usina, foi utilizado o solo Latossol Vermelho amarelo (LVa), apresentando uma caracterização físico-química similar ao solo LVe, para fins deste estudo (Tabela 3).

A área experimental foi subdividida em dois tratamentos com aplicação de uréia 5,450 at.% e aquamônia 4,575 at.% ab. ^{15}N em dose equivalente a 100 kg N/ha. Cada tratamento consistiu em dezessete linhas de soqueira de primeiro corte, de 10 m por 22,4 m.

As quatro repetições de cada tratamento constaram de aplicação do adubo marcado nos 2 m centrais das linhas 3, 7, 11 e 15, dividindo a dose em partes iguais aplicadas equidistantes a 0,25 m da linha de cana, à profundidade de 10 a 15 cm (Figura 13).

Previamente, foi aplicado o equivalente a 100m³/ha de vinhaça de mosto misto. A seguir, o solo foi gradeado e sulcado. A caracterização química da vinhaça foi efetuada e fornecida pela Usina, e, está indicada na Tabela 6.

Sistemas coletores de espuma e lâ de vi

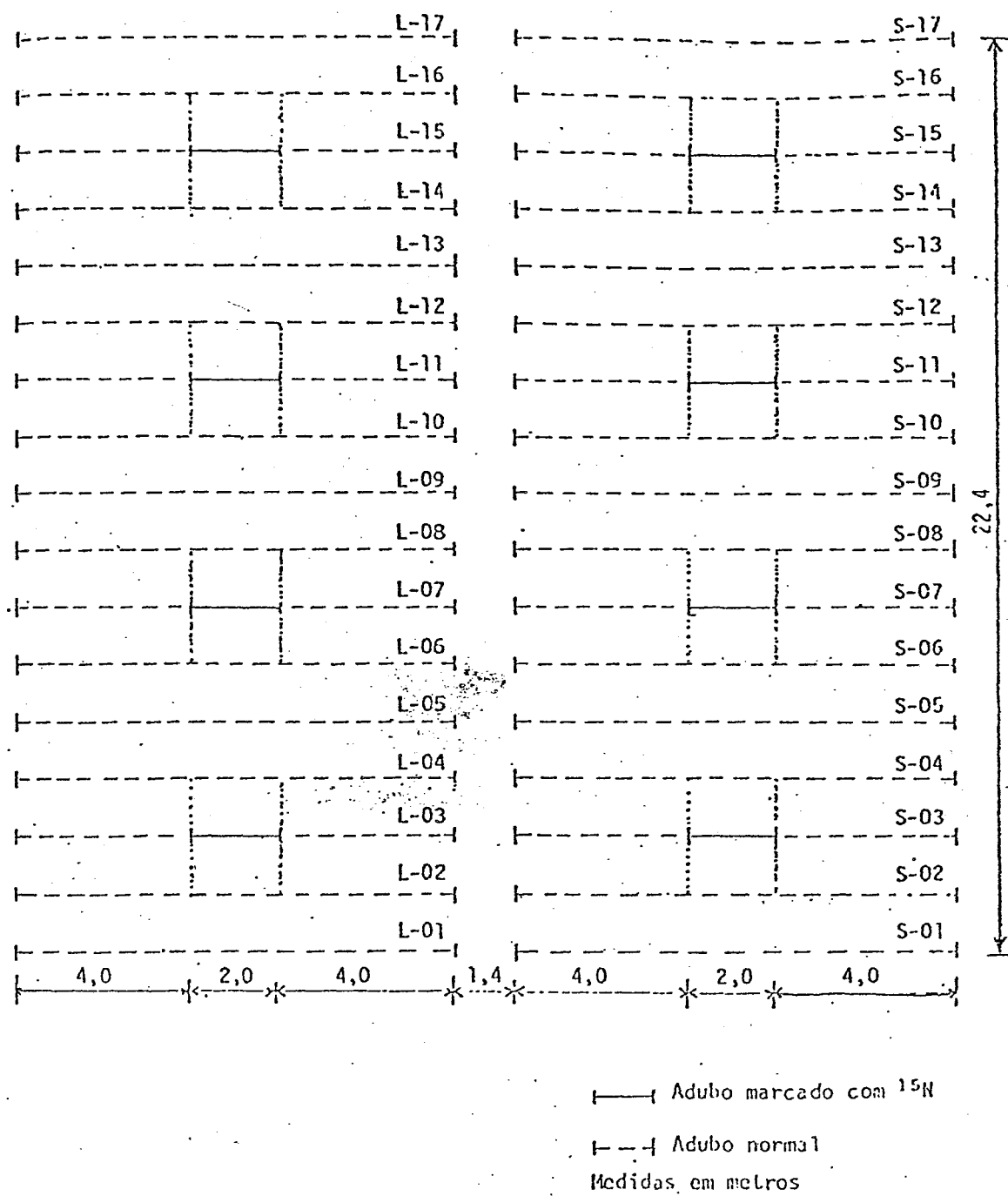


FIGURA 13. Esquema experimental.

TABELA 6 . Análise química da vinhaça (kg/m³)Data: 26/06/86¹

Determinações	Mosto Misto ²
Nitrogênio (N)	0,81±0,03
Fósforo Total (P ₂ O ₅)	0,08±0,01
Potássio (K ₂ O)	3,36±0,06
Cálcio (CaO)	0,88±0,02
Magnésio (MgO)	0,38±0,02
Matéria Orgânica (M.O.)	14,06±1,76
Acidez (pH)	4,4

¹Dados fornecidos pelo Laboratório Central da Copersucar, S.P.²Valor médio de três repetições.

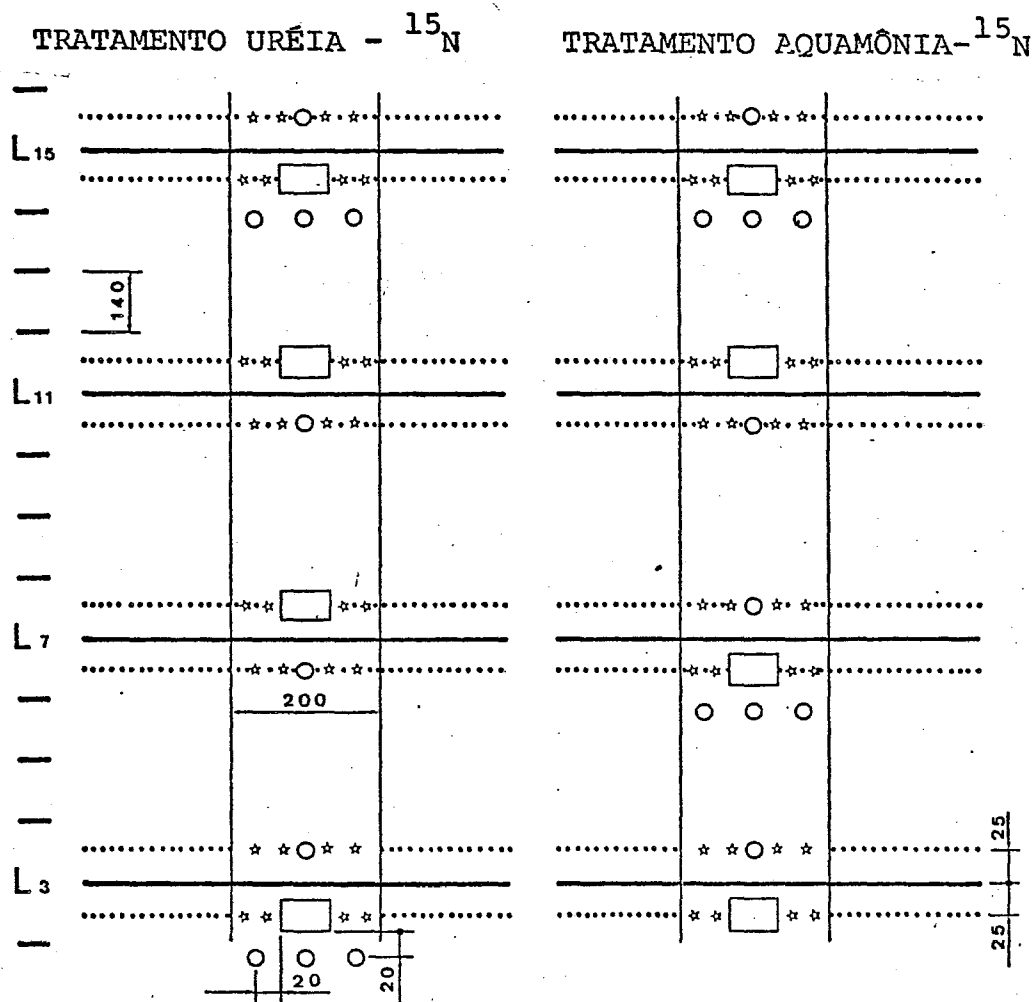
dro instalados acima do sulco e entre os sulcos de adubação foram distribuídos ao acaso mediante sorteio na área experimental (Figura 14). Os coletores de lâ de vidro situados entre os sulcos visaram estimar o efeito lateral de amônia volatilizada proveniente do fertilizante.

A coleta do experimento foi efetuada na data 25/07/86, trinta dias após a instalação.

3.5. PROCEDIMENTO ANALÍTICO

A seguir, é detalhado o procedimento de extração e destilação dos absorvedores de lâ de vidro e de espuma para a determinação da fração amoniacal retida neles e as análises de nitrogênio total e de nitrogênio mineral total ($N-NH_4^+ + NO_3^-$) dos solos utilizados. Mudanças efetuadas no procedimento analítico em alguns dos experimentos efetuados serão devidamente salientadas.

As análises isotópicas de ^{15}N das amostras será descrito a seguir.



LEGENDA

- Coletor de lã de vidro (diâmetro 0,10m)
- Coletor espuma (diâmetro 0,25 x 0,50 m)
- * Fertilizante com ^{15}N

FIGURA 14. Esquema experimental da distribuição dos coletores (dimensões em cm).

3.5.1. ANÁLISE DO N-NH₃ ABSORVIDO NOS COLETORES DE LÃ DE VIDRO.

A lã de vidro do coletor foi extraída do kitasato usando pinças e bastão de vidro, colocada num funil de Büchner montado acima do mesmo kitasato e lavada sucessivas vezes com água deionizada, efetuando vácuo no sistema até atingir um volume de 500 ml aproximadamente para retirar o N-NH₃ retido no absorvedor. Testes foram efetuados com lavagens posteriores da lã de vidro para verificar possíveis perdas de NH₃ na lavagem.

Nos casos que o filtrado apresentava um pH muito ácido (abaixo de 1,0), foi elevado o pH em torno de 3,0, adicionando NaOH 1,0N, para facilitar a posterior neutralização do filtrado quando efetuada a destilação.

No experimento preliminar de casa-de-vegetação os filtrados foram concentrados a um volume de 10 ml por evaporação em estufa com ar forçado a 50°C, destilados, e posteriormente efetuadas as análises isotópicas. Nos experimentos posteriores, os filtrados foram diretamente destilados num macrodestilador previamente submetido a calibração. (Apêndice I). Para evitar perda de precisão na determinação isotópica das amostras com conteúdos de N-NH₃ abaixo de 1 mg foi adicionado um padrão interno, na forma

de sulfato de amônio com abundância natural de ^{15}N (1 mg N/ml) após efetuado o processo de destilação.

O N-NH_3 foi destilado com MgO , coletando a NH_3 liberada em solução indicadora de H_3BO_3 2% e determinada por titulação com HCl padronizado (BREMNER, 1965).

3.5.2. ANÁLISE DO N-NH_3 ABSORVIDO NOS COLETORES DE ESPUMA

Os absorvedores foram guardados individualmente em sacos plásticos e mantidos a temperatura de 5°C até a extração do N-NH_3 .

Como método alternativo à lavagem do absorvedor com água, que apresentava desvantagens quanto à grandes volumes a serem concentrados além de eventuais perdas antes das análises, foi definido um procedimento baseado nas seguintes premissas:

1. A probabilidade de N-NH_3 ser absorvido na espuma é aproximadamente igual para toda sua superfície, embora tenha sido efetuada a aplicação localizada do fertilizante.
2. A umidade do absorvedor no momento da coleta é uniforme em toda sua extensão;

3. A amônia volatilizada nativa do solo absorvida no coletor é, considerada distribuir-se uniformemente na superfície do absorvedor, não produzindo problemas de diluição isotópica pontuais.

Dessa maneira foram efetuados alguns testes para correlacionar os pesos do absorvedor com as quantidades de $N-NH_3$ retido, e determinar o tamanho da subamostra mais indicada para se proceder as análises, e com provar as hipóteses anteriormente citadas.

Portanto, o absorvedor foi cortado em pequenos pedaços, devidamente misturados e tomada uma subamostra de 10 g para extrair diretamente o $N-NH_3$ retido.

Previamente à destilação, a subamostra foi submersa em água deionizada para facilitar a extração do $N-NH_3$. Posteriormente foi adicionado ao macrodestilador, juntamente 30 ml de NaOH 20 N, sendo o procedimento de destilação realizado de forma similar a descrita anteriormente.

A seguir o teor de $N-NH_3$ determinado foi calculado para o peso total do absorvedor.

3.5.3. ANÁLISE DE SOLO

3.5.3.1. ANÁLISE DE N TOTAL DE SOLO

No experimento preliminar de casa-de-vegetação, as amostras de solo foram secas ao ar durante uma semana e posteriormente foram digeridas e destiladas usando duas gramas de solo de acordo com o método semi-micro-Kjeldahl descrito por BREMNER (1965a).

Modificações no tratamento das amostras foram introduzidas, nos experimentos subsequentes para evitar perdas por volatilização de $N-NH_3$. Foram tomadas amostras frescas de solo (aproximadamente 2 gramas) e guardadas a temperatura de gelo seco ($-56.6^{\circ}C$) até o momento de análise.

Todos os resultados de N total das amostras foram referidos a peso de solo seco em estufa a $105^{\circ}C$ durante 48 horas.

3.5.3.2. ANÁLISE DE N MINERAL DE SOLO $-N-(NH_4^+ + NO_3^-)$

A determinação de N mineral somente foi efetuada no experimento preliminar de casa-de-vegetação.

Amostras frescas foram conservadas em "freezer" a -5°C até o momento de análise de acordo com o procedimento indicado por *NELSON e BREMNER (1972)*.

Posteriormente, 100 a 150 g foram submetidas a extração de N mineral agitando durante 1,5 h com 250 ml de KCl 4N e subsequente macrodestilação do filtrado com MgO e liga Devarda de acordo ao método indicado por *BREMNER (1965b)*.

3.5.4. ANÁLISES DE CONCENTRAÇÃO ISOTÓPICA DE ^{15}N

O preparo das amostras para análise de concentração isotópica das amostras de solo e absorvedores de lâ de vidro e espuma, foram efetuadas mediante o método de Rittenberg (via úmida), descrito por *BREMNER & EDWARDS (1965)* e adaptado por *TRIVELIN et alii (1973)*, sendo a análise de ^{15}N realizada no espectrômetro de massa Mat. Mod. 230.

3.6. PARÂMETROS AVALIADOS

Para efetuar a calibração dos coletores de

amônia volatilizada, isto é, determinar a eficiência de coleta, foi utilizado como método de referência padrão, o balanço de massa e isotópico com ^{15}N (NÖMMIK, 1973a).

Este estudo pressupõe que a eficiência do sistema coletor, é uma característica intrínseca do mesmo, determinada por peculiaridades de geometria do sistema e do princípio físico de coleta de amônia (difusão gasosa). Portanto, solos, fontes nitrogenadas, doses, métodos de aplicação e condições ambientais variáveis não estarão afetando a eficiência do sistema coletor.

A seguir, são descritas as relações matemáticas utilizadas na avaliação dos parâmetros estudados, com o uso do traçador ^{15}N .

3.6.1. NITROGÊNIO NO SOLO PROVENIENTE DO FERTILIZANTE (NSPF) E NITROGÊNIO TOTAL VOLATILIZADO PROVENIENTE DO FERTILIZANTE (NVPF).

Estes parâmetros foram calculados a partir das equações de balanço de massa e de balanço isotópico:

$$\text{NS} + \text{NSPF} = \text{N} = 100 \dots (\text{eq.5})$$

sendo:

NS = Nitrogênio do solo ao final do experimento

NSPF = Nitrogênio no solo proveniente do fertilizante re
sidual ao final do experimento

N = Nitrogênio total do solo

$$NS (A) + NSPF (B) = 100 (C) \dots (eq.6)$$

sendo:

A = átomos % ¹⁵N natural do sistema solo

B = átomos % ¹⁵N da fonte fertilizante aplicada

C = átomos % ¹⁵N da mistura de solo e fertilizante de
terminada ao final do experimento.

Explicitando NS da eq.5 :

$$NS = N - NSPF = 100 - NSPF \dots (eq 7)$$

e substituindo na eq. 6

$$(100-NSPF)A + NSPF(B) = 100 (C) \dots (eq 8)$$

temos finalmente,

$$\text{NSPF} = \frac{C-A}{B-A} \times 100 \dots\dots\dots (\text{eq.9})$$

(%) B-A

de onde é possível estimar a quantidade de nitrogênio proveniente do fertilizante em termos absolutos, dado que o N é conhecido pela análise química:

$$\text{NSPF (mg)} = \frac{\text{NSPF (\%)} \times \text{N (mg)}}{100} \dots\dots (\text{eq.10})$$

Portanto, o nitrogênio volatilizado proveniente do fertilizante (NVPF) pode ser calculado pela diferença do total aplicado (NF):

$$\text{NVPF (mg)} = \text{NF (mg)} - \text{NSPF (mg)} \dots (\text{eq.11})$$

Esse parâmetro calculado permite estimar o N total volatilizado que serve como base de referência na procura da eficiência do coletor.

A eq. 9. pode ser especificada para os diferentes experimentos efetuados neste estudo:

a) No experimento preliminar de casa-de-vegetação utilizando do solo LVe e uréia marcada com ^{15}N , o valor de A foi

de $0,371 \pm 0,005$ at.% ^{15}N e de $2,711 \pm 0,007$ at. % ^{15}N para a variável B.

b) Nos experimentos de calibração de ambos coletores em condições de casa-de-vegetação:

Utilizando o solo LVe, na estimativa de NSPF foi utilizado o mesmo valor para a variável A, sendo o valor de $B = 1,757 \pm 0,005$ at.% ^{15}N , correspondente a uréia marcada e de $B = 2,238 \pm 0,005$ at.% ^{15}N , correspondente a aquamônia marcada.

Quando utilizado o solo LRe com ambas soluções nitrogenadas o valor de A foi $0,374 \pm 0,004$ at.% ^{15}N .

Nesses experimentos o cálculo de NVPF foi estimado de acordo a eq. 11, anteriormente indicada.

Na estimativa de N mineral do solo proveniente do fertilizante (NmSPF) um tratamento similar dos dados foi efetuado.

3.6.2. NITROGÊNIO VOLATILIZADO ABSORVIDO (NVa), NITROGÊNIO VOLATILIZADO ABSORVIDO PROVENIENTE DO FERTILIZANTE (NVaPF) E PROVENIENTE DO SOLO (NVaPS)

A partir das equações de balanço de massa e isotópico, esses parâmetros foram calculados, de maneira similar ao anteriormente indicado:

$$\text{NVaPS} + \text{NVaPF} = \text{Nva} = 100 \dots\dots\dots (\text{eq. 12})$$

e

$$\text{NVaPS}(X) + \text{NVaPF}(Y) = 100 (Z) \dots\dots (\text{eq. 13})$$

temos

$$\text{NVaPF} (\%) = \frac{Z - X}{Y - X} \times 100 \dots\dots (\text{eq. 14})$$

sendo

X = Átomos ^{15}N natural proveniente do sistema solo

Y = Átomos ^{15}N da fonte fertilizante aplicada

Z = Átomos ^{15}N do Nva total, diluído a partir do vola
tilizado da fonte solo e fertilizante.

Numa forma similar ao descrito anteriormen
te para cada experimento em particular as variáveis X, Y e
Z vão depender do tipo de solo e fonte nitrogenada enrique
cida utilizada.

Como o Nva é determinado diretamente pela
análise química do absorvedor de lâ de vidro ou do absor

vedor de espuma o NVaPS será estimado indiretamente, pela diferença da fração do fertilizante volatilizado:

$$\text{NVaPS (mg)} = \text{NVa (mg)} - \text{NVaPF (mg)} \dots (\text{eq. 15})$$

No caso do coletor de esponja, onde o N-NH_3 proveniente da atmosfera (NVaPA) foi também coletada, esse parâmetro foi avaliado pela diferença:

$$\text{NVaPA} = \text{NVa} - (\text{NVaPF} + \text{NVaPS}) \dots \dots \dots (\text{eq. 16})$$

Para o caso específico do experimento efetuado em condições de campo, usando o solo LVa e fontes nitrogenadas com enriquecimentos diferentes, o equacionamento anteriormente detalhado foi adotado com os correspondentes ajustes nas variáveis.

Para esse solo foi considerado o valor 0,366 átomos % ^{15}N , assumindo que qualquer variação em relação a esse valor encontra-se no intervalo de precisão da análise, sendo portanto, desprezível o possível erro da estimativa, dado que não foi efetuado análise de abundância natural de ^{15}N .

Para todos os efeitos, não foi considerado o fracionamento isotópico durante o processo de

volatilização, pelo uso de fonte enriquecida.

3.6.3. EFICIÊNCIA DO SISTEMA COLETOR (E)

A resposta dos sistemas coletores utiliza dos foi avaliada quanto à sua eficiência, procurando encontrar, previamente uma correlação entre os dois parâmetros anteriormente indicados: *NVPF* e *NVaPF*.

Assim portanto, a eficiência do sistema co letor foi estabelecida como:

$$E (\%) = \frac{NVaPF}{NVPF} \times 100 \dots\dots\dots (eq:17)$$

3.6.4. COMPARAÇÃO DA VOLATILIZAÇÃO DE AMÔNIA ENTRE OS SISTEMAS COLETORES EM CONDIÇÕES DE CAMPO

A extrapolação direta da estimativa de amô^o nia volatilizada para uma determinada área (1 ha, por exem^o plo), quando a aplicação do fertilizante é localizada (em sulcos), próxima à linha da cultura e o coletor é colocado

sobre o sulco de adubação; pode levar a uma superestimativa do processo, uma vez que se considerariam as perdas ocorridas nas áreas sem influência direta do fertilizante (entre linhas), como idênticas às perdas ocorridas nas regiões próximas do sulco de adubação. Levando em consideração este fato, calculou-se previamente a área ocupada por um coletor e estimou-se o número de coletores que caberiam em 1 ha.

Como 1 ha contém 7.143 m de linhas de cana quando considerado o espaçamento de 1,4 m entre linhas, e como o adubo é aplicado a ambos os lados da linha de cana, o total de sulcos de adubação para essa área é de 14.286 m.l.

Dessa maneira, para o caso do coletor de esponja, levando em consideração suas dimensões (0,5 m x 0,25 m) e colocados lado a lado acima do sulco de adubação o número de coletores na área total seria de aproximadamente 28.572. Como cada coletor ocupa uma superfície de 0,125 m², a superfície total ocupada por eles seria de 3571,5 m² (28572 x 0,125 m), o que representa em torno de 36% da área total.

Portanto, os dados extrapolados para 1 ha, dos resultados apresentados com esse coletor serão repre

sentativos dessa superfície (3571,5 m²), não sendo possível a rigor fazer uma ponderação para toda a área.

No caso do coletor de lã de vidro, considerando o diâmetro de 0,10 m do funil e colocados lado a lado acima do sulco de adubação, o número de coletores na área total seria aproximadamente 142860 aparelhos. Se cada coletor ocupa uma superfície de 0,007854 m², a superfície total ocupada por eles seria equivalente a 1122 m², (142860 x 0,007854 m²) representando em torno de 11% da área total.

A estimativa da superfície acima calculada permite avaliar a volatilização proveniente diretamente do sulco de adubação e, como é proporcional para os dois coletores, permitiria efetuar a comparação da resposta entre eles.

Portanto, a ponderação para 1 ha para a amônia volatilizada acima do sulco de adubação seria:

$$NVt = \frac{NVa \times F.E. \times S}{s \cdot 10^6} \text{ [kg N/ha] } \dots \text{ (eq. 18)}$$

sendo

$NVt = N-NH_3$ total volatilizado

F.E.= fator de eficiência do sistema coletor (100/E), onde E é definido na equação 17.

S = Superfície abrangida pelo sistema coletor acima do sulco de adubação equivalente para 1 ha (m²).

s = superfície abrangida pelo coletor individual (m²).

Como o NVa é expresso em mg utiliza-se a constante 10⁶ para expressar o N-NH₃ volatilizada em kg/ha.

Dessa forma para o coletor de espuma

$$\text{NVt} = \frac{\text{NVa} \times \text{F.E.} \times 3571,5}{0,125 \times 10^6} \dots\dots\dots (\text{eq. 19})$$

(kg N/ha)

e para o coletor de lã de vidro:

$$\text{NVt} = \frac{\text{NVa} \times \text{F.E.} \times 1122}{0,007854 \times 10^6} \dots\dots\dots (\text{eq. 20})$$

(kg N/ha)

Para o cálculo de NVPF e NVPS estimados para um ha. somente foi substituída a variável NVa das equações anteriores por NVaPF e NVaPS, respectivamente.

3.6.5. VOLATILIZAÇÃO DE N-NH₃ ESTIMADO PARA 1 ha UTILIZANDO O COLETOR DE LÃ DE VIDRO

Neste estudo, o uso de coletores de lâ de vidro entre sulcos de adubação permitiu efetuar a estimativa da volatilização de N-NH₃ para um ha, dado que também se dispunha de informações com este tipo de coletor acima do sulco de adubação.

Primeiramente, fêz-se necessário definir a área de influência dos coletores situados acima do sulco e entre os sulcos de adubação.

3.6.5.1. ÁREA DE INFLUÊNCIA DO COLETOR DE LÃ DE VIDRO ACIMA E ENTRE SULCOS DE ADUBAÇÃO

A faixa delimitada pelos sulcos de adubação (0,25 m equidistantes da linha de cana) encontra-se, muito mais influenciada pela fertilização efetuada nos sulcos, correspondendo a unidades de superfície de 50 m² (0,5 m x 100 m), e que equivale a fração de superfície de 3571,5 m² aproximadamente para 1 ha. No cálculo foi desprezada a superfície ocupada pelas toceiras de cana

(3 a 4 toceiras/m.l.).

Portanto, a superfície total acima indicada, será utilizada como base de ponderação de $N-NH_3$ volatilizado pelo coletor situado acima do sulco de adubação. Embora ele se encontre aproximadamente no meio do sulco, a influência da superfície entre sulcos de adubação, pode-se considerar desprezível em relação a superfície de influência selecionada.

Por diferença da área total (1 ha), resultam faixas de 0.90 m entre sulcos de adubação correspondendo a $6428,5m^2$. Essa superfície será utilizada como base de ponderação de $N-NH_3$ volatilizado pelo coletor situado entre os sulcos de adubação.

Dessa forma, as seguintes equações serão utilizadas no cálculo de perdas por volatilização de $N-NH_3$ por hectare.

Para o coletor acima do sulco de adubação:

$$NVt = \frac{NVa \times F.E. \times 3571,5}{0,007854 \times 10^6} \dots\dots (eq. 21)$$

(kg N/ha)

e para o coletor entre sulcos de adubação:

$$NVt = \frac{NVA \times F.E. \times 6428,5}{0,007854 \times 10^6} \dots\dots (eq. 22)$$

(kg N/ha)

O NVPF e NVPS extrapolado para 1 ha, pode ser calculado a partir das equações anteriores, mudando a variável NVA por NVaPF e NVaPS, respectivamente.

3.7. ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS

Nos experimentos preliminares foi aplicado o delineamento inteiramente casualizado utilizando o teste Tukey a 95% de confiança para o contraste entre os valores médios. Teste de students (teste t) foi usado na comparação de médias de pequenas amostras com variâncias iguais.

Nos experimentos de casa-de-vegetação foi efetuada a análise de variância na interação de tratamentos pela aplicação de contrastes ortogonais usando o teste de Fisher (Teste F) de comparação para os valores médios.

Teste de t para a comparação de valores médios de eficiência calculada e experimental dos coletores

foi utilizado para amostras obtidas de dados pareados (SNEDECOR & COCHRAN, 1973).

Comparação de variâncias desiguais foi utilizado para comparar médias dos tratamentos para o coletor de esponja em condições de casa-de-vegetação e campo utilizando o teste t.

Ajuste de regressão linear foi aplicado com teste t de significância para o coeficiente de correlação e determinação do intervalo a 95% de confiança para a reta da população, representada pelas hipérboles indicadas (SNEDECOR & COCHRAN, 1973).

4, RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. EXPERIMENTOS PRELIMINARES

A seguir são apresentados os resultados dos experimentos preliminares efetuados com o coletor de lã de vidro, em condições de sistema isolado e de sistema semi-aberto.

4.1.1. CONDIÇÕES DE SISTEMA ISOLADO

Os resultados obtidos são apresentados na Tabela 7, onde se expressam os valores de $N-NH_3$ residual e de $N-NH_3$ absorvido pelo coletor de lã de vidro. Tendências similares foram observadas em termos relativos para as duas frações. Em média, 58,4% do N ficou nos frascos com resíduo, sendo que 31,7% do $N-NH_3$ foi volatilizado e posteriormente absorvido pelo sistema coletor.

Levando em consideração essas duas frações

TABELA 7. Balanço de N-NH₃ no aparelho coletor de lã de vidro em condições de sistema isolado¹

TRATAMENTO (mg N-NH ₃) 10 ml sol.	Número repetição	N-NH ₃ residual (mg)	NVA ³ (mg)	Total recuperado (mg/10 ml)
199,8 ± 6,0	1	113,3	46,2	159,5
	2	108,3	41,8	150,6
	3	110,9	88,3	199,2
	4	119,3	47,8	167,1
	5	111,7	69,8	181,5
	6	122,0	43,7	165,7
$\bar{m} \pm s/\bar{n}$		114,3±2,1	57,2 ²	170,6±7,1
389,2 ± 5,0	1	187,7	170,2	357,9
	2	232,5	131,5	364,0
	3	256,1	123,3	379,4
	4	240,8	131,8	372,6
	5	240,1	126,4	366,5
	6	235,4	135,2	370,6
$\bar{m} \pm s/\bar{n}$		232,1±9,5	59,6	368,5±3,0
D.M.S. (Tukey 0,05)				9,4

¹Valores médios de duas repetições²Valor relativo à ao total aplicado³Média seguida de mesma letra não difere significativamente

90% em média do N foi recuperado pelo balanço de massa. Diversos fatores atuando conjuntamente poderiam explicar os 10% não registrados para fechar o balanço; perdas por volatilização das soluções durante a montagem dos aparelhos ou por falhas na vedação dos sistemas, absorção de $N-NH_3$ pelas rolhas de borracha, perdas de NH_3 ao retirar os coletores e durante o processo de extração de NH_3 de lâ de vidro.

Ao comparar os valores relativos de $N-NH_3$ volatilizado absorvido (NVA) pode-se apreciar que não existe diferença significativa entre os tratamentos. Esse fato poderia ser de grande importância neste estudo, para tentar viabilizar o uso desse coletor como um indicador do processo de volatilização, dado que as quantidades relativas retidas no coletor, parecem ser proporcionais as quantidades sujeitas a volatilização.

Nas condições que foi desenvolvido esse teste experimental o $N-NH_3$ volatilizado que foi absorvido (NVA) em relação à $N-NH_3$ total volatilizado, representou em média 76%, considerando ambos os tratamentos.

Este primeiro teste deixa em evidência a limitação do sistema coletor de lâ de vidro.

Em condições de 1 atm. de pressão a 25°C de temperatura ambiente e sem restrições de circulação de ar como a provocada pelo sistema coletor, o N-NH₃ em solução apresenta um elevado potencial de volatilização.

Os resultados evidenciados nestas condições permitem portanto deduzir, que o deslocamento da amônia através da haste do funil do sistema coletor sofreu determinado impedimento. Diminuição na difusão de amônia através da interfase líquido-ar ao reagir com o vapor de água condensada nas paredes da câmara e da haste do funil poderiam explicar a limitação no deslocamento da amônia.

Parece pouco provável que a circulação de ar no sentido inverso, através do tubo de látex possa ter contribuído para que ainda houvesse amônia residual nos frascos após o período experimental, dada a resistência que o ar deveria vencer para penetrar a câmara (tubo de látex e haste do funil), além de que o orifício de entrada do tubo, não se localiza na direção do fluxo de ar preponderante.

4.1.2. CONDIÇÕES DE SISTEMA SEMI-ABERTO

O teor de umidade do solo da camada 0-10cm de profundidade na montagem do experimento e ao momento da

coleta das amostras, é apresentado na Tabela 8 . Pode-se apreciar que a umidade ao final do teste sob o sistema coletor foi significativamente superior em relação ao meio, sendo mais expressiva essa diferença quando o solo foi umedido inicialmente. Pode-se observar também que sob o sistema coletor, entre os tratamentos de umidade inicial , houve diferença significativa ao final do experimento, o mesmo não aconteceu em relação ao meio. As condições restritas de evaporação de água do solo e das soluções sob o sistema coletor, são sem dúvida alguma, causas determinantes desses resultados observados, em relação ao meio, provocando alterações micrometeorológicas do processo natural de volatilização de NH_3 .

Os valores de NH_3 volatilizada e de balanço de massa estão apresentados na Tabela 9 . Embora tenha-se encontrado água nos frascos ao final do experimento não foi detectada a presença de NH_3 residual, ao contrário do sistema anteriormente estudado.

Por outra parte, as soluções expostas ao ar livre foram completamente evaporadas.

Pode-se verificar que existe, uma resposta significativa do coletor em relação aos diferentes níveis de amônia volatilizada absorvida (N_{Va}). Porém, o tratamento de $31,3 \text{ mg N-NH}_3/10\text{cm}^3$ nas duas condições de umidade

TABELA 8. Teor de umidade das amostras da camada superficial do solo (0-10 cm) no teste sob condições de sistema semi-aberto.¹

Condições de Umidade do Solo	Umidade em base de massa (%)				Valor t Calc.
	Montagem	Coleta			
		sob coletor	fora coletor		
NATURAL	10,6	13,7	12,1		3,2*
UMEDECIDO	25,1	15,9	10,9		8,9**
Valor t calculado 2,9*			2,5 (n.s)		

¹ Valor médio de três repetições

TABELA 9. Balanço de N-NH₃ no coletor de lã de vidro em condições de sistema semi-aberto.

Tratamento (mg N-NH ₄ OH) 10ml sol.	N-NH ₄ ⁺ residual (mg)	Nva ¹ (mg)	NVaP sol. ²		N-NH ₃ volatilizada não coletada	
			(mg)	(%)	(mg)	(%)
31,3	0,0	6,1 ^C	0,5	1,6	29,7	98,4
203,1	0,0	15,4 ^b	9,8	4,8	193,3	95,2
395,5	0,0	25,0 ^a	19,4	4,9	376,1	95,1
Controle		5,6 ^C	-	-	-	-
Umedecido	0,0	6,4 ^C	1,8	5,8	29,5	94,2
Controle		4,6 ^C	-	-	-	-
D.M.S. (Tukey 0,05)		8,3				

¹ Valores médios de três repetições

² N-NH₃ volatilizada proveniente da solução (NVaP sol.) = Nva-NVa controle

de solo, não foi observada diferença significativa, assim como em relação aos controles.

Em relação ao balanço de massa, pode-se apreciar que em média, 96% do N volatilizado, não foi retido pelo sistema coletor. Ao contrário da situação anterior, a continuidade atmosférica através do sistema permitiu a difusão completa da amônia, deixando em evidência, novamente que a passagem do gás através da haste do funil constitui uma barreira a absorção da amônia volatilizada.

Sendo assim, pode-se observar na mesma Tabela que a amônia volatilizada absorvida proveniente da solução (NVa.sol.) em relação ao total volatilizado (NVT) representa uma eficiência em torno de 4,0%.

A tendência aparentemente homogênea desse valor levou a procurar uma correlação entre o NVaP sol. e o total volatilizado (NVT). (Figura 15).

Embora represente uma calibração preliminar, houve boa correlação entre os fatores ($r=0,933^{**}$). Essa evidência mais direta da resposta do coletor sugere a possibilidade de sua utilização como indicador do processo de volatilização, embora sua resposta apresente baixa sensibilidade.

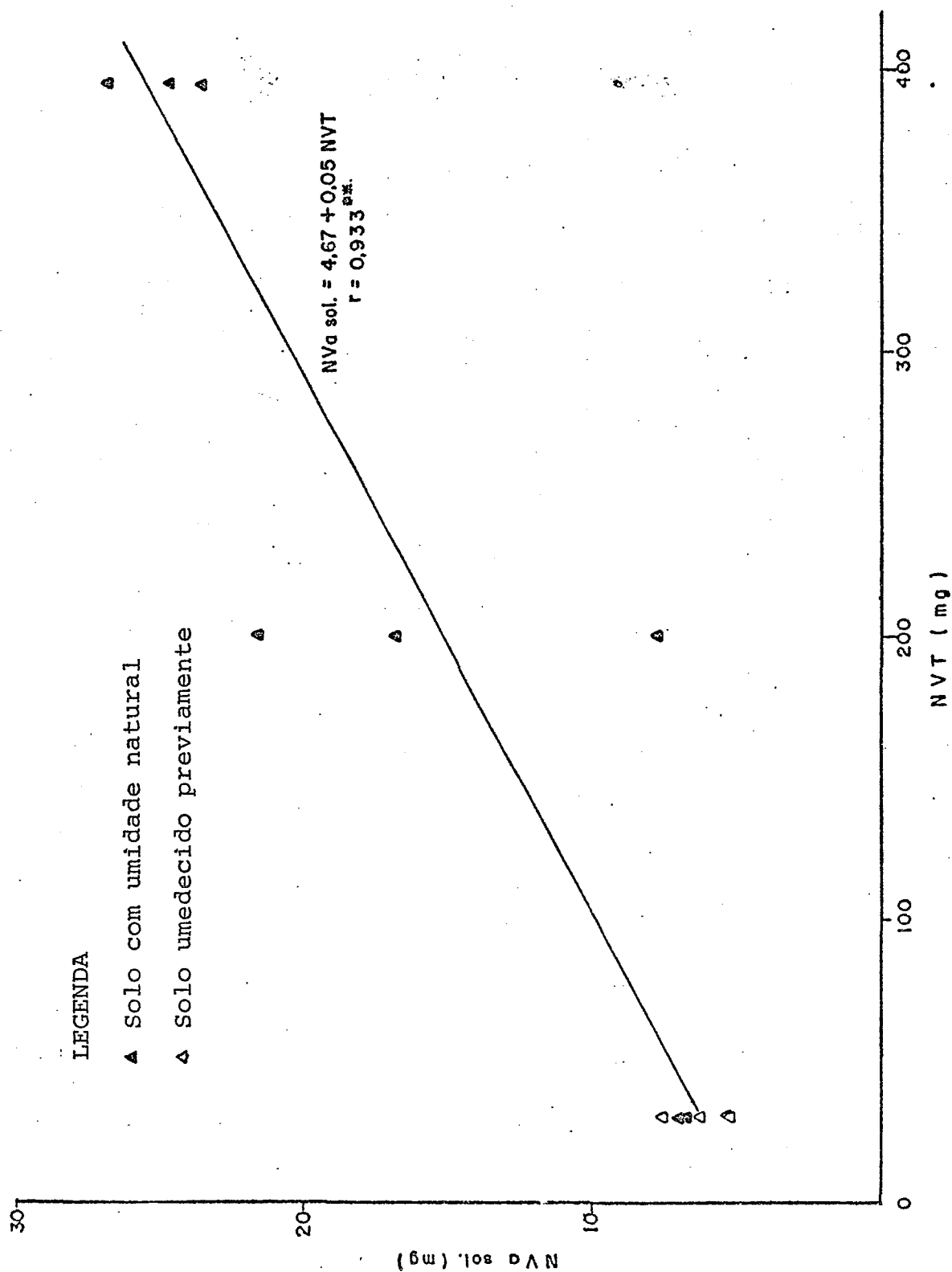


FIGURA 15. Ajuste linear preliminar entre Nva. sol. e NVT do coletor de lã de vidro.

Durante o período experimental observou-se um crescimento vegetativo diferenciado de plantas *Cyperus rotundus* L. (Tiririca) sob o sistema coletor em relação ao meio. Procurando explicar o destino do N volatilizado, foram efetuadas amostragens de solo e material vegetal fora e sob o sistema coletor, sendo que ambas foram coletadas numa área idêntica à boca do funil.

Pode-se observar claramente que grande parte do N volatilizado das soluções, ficou retido na vegetação e no solo, em relação aos teores encontrados no meio (Tabela 10).

A pequena quantidade de material vegetal não possibilitou efetuar amostragens independentes por tratamento, sendo possível somente para o tratamento no solo umedecido efetuar uma tentativa de quantificar o destino do N volatilizado e não absorvido pelo coletor. A equação de balanço pode ser definida da seguinte forma:

$$T = A + B + C + D \dots\dots\dots (eq. 22)$$

sendo

T = N-NH₃ solução

A = NVa sol.

TABELA 10. Matéria seca, conteúdo de N total da erva Tiri-rica (*Cyperus rotundus*, L.) e de N mineral total ($N-NH_4^+ + NO_3^-$) da camada superficial do solo (0-10 cm) no local experimental.¹

Condições de solo.	M.S. ² (mg)	N total (mg)	NT (%)	N- ($NH_4^+ + NO_3^-$) ³ (ppm)	
Natural	sob coletor	1134	53,6 ^a	4,7	473 ^a
	fora coletor	753	14,6 ^{bc}	1,9	39 ^c
Umedecido	sob coletor	601	16,1 ^b	2,7	74 ^b
	fora coletor	563	13,2 ^c	2,4	39 ^c
D.M.S. (Tukey 0,05)			2,7		19,9

¹ Valores médios de duas repetições

² Matéria Seca.

³ Médias seguidas da mesma letra não diferem significativamente.

- B = N-NH₃ volatilizado não absorvido
 C = N-NH₄⁺ no solo proveniente da solução
 D = N-NH₄⁺ na planta proveniente da solução

Para o efeito de cálculo das variáveis C e D, o nitrogênio mineral do solo e o N total do material vegetal analisado abaixo do coletor é determinado pela diferença do meio externo respectivamente.

Portanto, conhecido o valor de A a partir do valor de NVaP sol. mostrado na Tabela 9, o valor de C pode ser estimado pelos dados apresentados na Tabela 10.

Assim:

$$C = 74,0 - 39 = 35,0 \text{ ppm N-NH}_4^+$$

Considerando a densidade global do solo como 1,2g/cm³, para essa profundidade e um volume abaixo do funil de 785 cm³, dado que o diâmetro do funil é de 10 cm, os 35 ppm corresponderiam a 33 mg de N-NH₄⁺.

Da mesma maneira o valor de D pode ser calculado pelos dados da Tabela 10.

$$D = 16,1 - 13,2 = 2,9 \text{ mg N-NH}_4^+$$

Logo, se inicialmente foram aplicados 31,3 mg N-NH₄⁺ (T) por diferença, poderia obter-se o valor de B' :

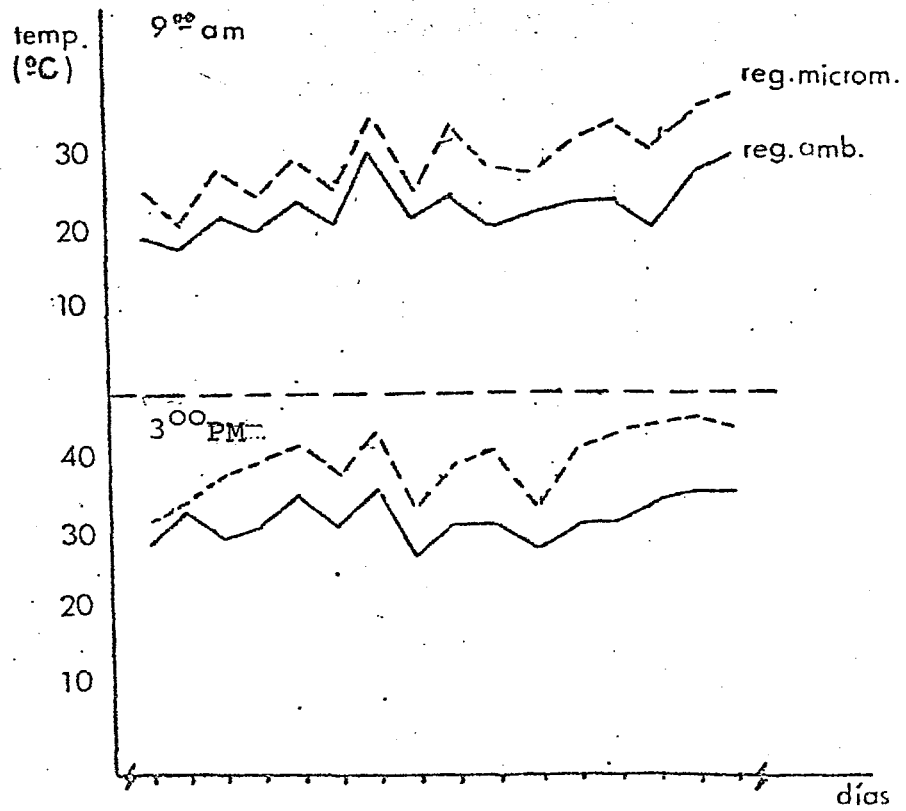
$$B = 31,3 - (1,75 + 33,0 + 2,9) = -6,35 \text{ mg N-NH}_3 \approx 0,0 \text{ mg}$$

O valor ligeiramente negativo pode ser explicado por imprecisão nas estimativas de alguns dados utilizados nos cálculos; como também pela amostragem composta de solo e planta efetuada.

O destino da N-NH₃ volatilizado da solução, pode ser explicado em termos gerais pelo raciocínio efetuado anteriormente, sugerindo concretamente que grande parte da amônia volatilizada não é absorvida pelo sistema coletor devido a sua configuração geométrica que estaria limitando o deslocamento da amônia até o material absorvedor.

4.1.3. CONDIÇÕES DE CASA-DE-VEGETAÇÃO

A Figura 16 apresenta o registro de tempe

FIGURA 16. Registro diario de temperatura (9⁰⁰AM-3⁰⁰PM)

ratura ambiental e microambiental no interior do coletor que acompanhou este experimento. Pode-se observar que a temperatura registrada na câmara do coletor, foi sempre superior à registrada no ambiente, embora o sistema apresente comunicação com a atmosfera circundante. Este indicador conjuntamente com os dados de umidade apresentados anteriormente refletiram claramente as limitações que o coletor impõe em relação ao ambiente, o qual evidentemente está afetando a resposta do coletor de lã de vidro.

No Apêndice 2-1 são detalhados os resultados do nitrogênio no solo proveniente da uréia aplicada, para cada subamostragem efetuada da umidade (profundidade e do resto do vaso) e para as cinco doses diferentes utilizadas em cada unidade experimental (vaso).

Na Tabela 11, se apreciam os dados médios de cada tratamento correspondentes aos valores detalhados no Apêndice 2-1 incluindo o nitrogênio do solo proveniente do fertilizante (NSPF) e do nitrogênio volatilizado proveniente do fertilizante (NVPF) determinado indiretamente pela diferença do N aplicado.

Aparentemente, pelos valores médios apresentados nessa Tabela, o N volatilizado variou entre 40 a 52% do N incorporado ao solo para os diferentes tratamen-

TABELA 11. Nitrogênio do solo proveniente do fertilizante (NSPF) e nitrogênio volatilizado proveniente, do fertilizante (NVPF) para os cinco tratamentos de uréia com 2,711 átomos ^{15}N , obtido pelo método do balanço de massa.¹

Tratamento (mgN)	NSPF ²		NVPF ³	
	(mg)	(%)	(mg)	(%)
T ₁ (566)	321,3±15,4	(56,8)	244,7±15,4	(43,2)
T ₂ (847)	484,4±22,9	(57,2)	362,6±22,9	(42,8)
T ₃ (1133)	678,2±52,0	(59,9)	454,8±52,0	(40,1)
T ₄ (1449)	727,4±40,5	(50,2)	721,6±40,5	(49,8)
T ₅ (1736)	827,7±67,2	(47,7)	908,3±67,2	(52,3)

¹ Valores médios de quatro repetições ($\bar{m} \pm s\sqrt{n}$)

² Valor relativo ao N total do solo

³ Valor relativo ao N aplicado ao solo

tos. Porém, alguns aspectos de caráter experimental e metodológico relatados a seguir, levam a pensar que na realidade durante o período experimental o processo de perda gasosa de amônia, caso tenha realmente existido, não deve ter sido tão expressivo como os resultados o estão indicando.

A ausência do N proveniente do fertilizante nas camadas superiores, (exceto na camada intermediária de algumas repetições), acima do local de aplicação da fonte, observada nos dados apresentados no Apêndice 2-1, estão indicando que é muito pouco provável que a fonte nitrogenada fosse deslocada até a superfície do solo, e portanto pudesse estar submetida a um processo drástico de perda gasosa, seja por volatilização ou desnitrificação. O simples fato de incorporar a uréia a alguns centímetros de profundidade nos solos, tem sido demonstrado por diversos autores, como fator responsável pela sensível diminuição do processo da perda gasosa de N, mesmo quando os solos apresentam diferentes características físico-químicas (ERNST & MASSEY, 1960; WAHHAB *et alii*, 1960; OVERREIN & MOE, 1967; CONNELL *et alii*, 1979; RAO & BATRA, 1983 e RODRIGUES, 1983).

Por outra parte, o teor médio de umidade em base de massa do solo ao final do experimento, em relação ao volume de água inicial aplicada, foram de 11%, 22% e

26% de capacidade de vaso para as profundidades 0-6,5, 6,5-16,0 e 16,0-25,5 cm respectivamente. A camada superficial do solo mais seca ainda, deve ter promovido uma diminuição da volatilização de NH_3 , pela redução da taxa de deslocamento da amônia e/ou uréia desde a profundidade até a superfície do solo, efeito esse discutido por *BOUWMEESTER et alii (1985)*. Problemas de caráter metodológico, durante o período entre a coleta e as análises químicas, discutidos a seguir, levam a duvidar também da veracidade desses resultados.

Neste experimento foram coletadas amostras com dupla finalidade: amostras de solo secas ao ar, para determinação de N total proveniente do fertilizante (NSPF) e amostras correspondentes a repetições de alguns dos tratamentos armazenadas frescas (com umidade da coleta), a -5°C para determinação de N mineral do solo proveniente do fertilizante (NmSPF), somente da profundidade 16,0-25,5 cm. Estas amostras tiveram por objetivo apreciar de maneira indireta a dinâmica da transformação da uréia incorporada devido à falta de um método direto de determinação da uréia residual ou da atividade da urease.

A Tabela 12 apresenta os resultados de NmSPF de algumas repetições correspondentes aos tratamentos T_1 , T_4 e T_5 . Em torno de 318 mg como valor médio foi

TABELA 12. Nitrogênio no solo proveniente do fertilizante (NSPF) e nitrogênio mineral total proveniente do fertilizante (NmSPF) determinado na camada 16,0-25,5 cm de profundidade.¹

TRATAMENTO	Repetição	N		Conc ¹⁵ N		NSPF		Nm		Conc ¹⁵ N		NmSPF	
		(%)	(mg)	(at. %ab)	(mg)	(%)	(mg)	(ppm)	(mg)	(at. %ab)	(%)	(mg)	
T ₁	1	0,044	508,6	1,008	27,2	138,3	268,0	309,8	2,093	73,6	228,0		
	2	0,041	474,0	0,946	24,6	116,6	248,7	287,5	2,067	72,5	208,4		
T ₄	1	0,067	774,5	1,176	34,4	266,4	402,0	464,7	2,227	79,3	368,5		
	2	0,067	774,5	1,209	35,8	277,3	439,2	507,7	2,201	78,2	397,0		
T ₅	1	0,069	797,6	1,106	31,4	250,4	429,7	496,7	2,195	77,9	386,9		
m̄-s/√n				209,8±34,1								317,8±41,0	

¹ Valores médios de 4 repetições.

detectado nesta fração de N. Quando comparados esses valores com os de NSPF correspondente a mesma profundidade (amostras secas ao ar) encontrou-se um valor aproximado, de 210 mg N caracterizando evidentemente resultados incoerentes.

Quando comparados os resultados de NmSPF entre as amostras secas ao ar (A.S.) e frescas (A.U.), observou-se uma diferença média de 57% superior dessa fração nitrogenada nas últimas amostras (Tabela 13).

Dois fatos experimentais primeiramente, levam a pensar que nas amostras existia um "pool" expressivo de amônia proveniente da hidrólise da uréia.

1. A coincidência dos valores encontrados para NmSPF (Tabela 13) e NSPF (Tabela 12) nas amostras secas ao ar, indicam que 100% do NSPF encontra-se formando parte da fração do N mineral no solo.
2. A ausência quase completa da NSPF nas camadas superficiais acima do local da aplicação da uréia como foi indicado anteriormente.

Esse grande "pool" de amônia susceptível

TABELA 13. Nitrogênio mineral total e concentração isotópica de ^{15}N das amostras com umidade de campo guardadas em geladeira (AU) e secas ao ar (AS) nas profundidades 16,0-25,0 cm.¹

TRATAMENTO	Repetição	A.S.				A.U.							
		Nm (ppm)	(mg)	Conc ^{15}N (at. %ab.)	NmSPF (%)	Nm (ppm)	(mg)	Conc ^{15}N (at. %ab.)	NmSPF (%)	$\Delta\text{Nm (AU-AS)}$ (%)	(mg)		
T ₁	1	156,3	180,7	2,172	77,0	139,1	268,0	309,8	2,093	73,6	228,0	63,9	+88,9
	2	133,2	154,0	2,135	75,4	116,1	248,7	287,5	2,067	72,5	208,4	79,5	+92,3
T ₄	1	214,2	328,5	2,270	81,2	266,7	402,0	464,7	2,227	79,3	368,5	38,2	+101,8
	2	239,4	334,5	2,250	80,3	268,6	439,2	507,7	2,201	78,2	397,0	47,8	+128,4
T ₅	1	272,1	314,5	2,246	80,1	251,9	429,7	496,7	2,195	77,9	386,9	53,6	+135,0

¹ Valores médios de quatro repetições.

de ser volatilizada, associado a alterações das amostras na etapa prévia à análise, levam a pensar na ocorrência de perda gasosa de amônia posterior a coleta das amostras o qual estaria explicando, a superestimativa registrada no balanço de massa da Tabela 11.

Por um lado, as amostras secas ao ar, ficaram submetidas a variações diurnas de temperatura ambiente, durante o período de secagem. Este fato também foi observado por *MARTIN & CHAPMAN (1951)* que tem demonstrado que a temperatura associada à umidade do solo favorece o processo de volatilização de amônia, assim como *FENN e KISSEL (1974)* indicam que essas perdas são favorecidas por flutuações diurnas de temperatura.

Em condições de 50-55% de umidade relativa do ar, *ERNST & MASSEY (1960)* observaram perdas de até 12% do N-NH_4^+ adicionado ao solo, quando este foi inicialmente umedecido a 25% de capacidade de campo, durante um período de 12 dias. Esses autores também encontraram excelente correlação entre volatilização de amônia e perda de umidade a partir de diferentes níveis iniciais. Porém, de acordo com os resultados de *CHAO & KROONTJE (1964)*, a taxa de volatilização deve ter diminuído com o tempo a medida que o solo foi secando, o que estaria explicando o alto teor de N-NH_4^+ encontrado ainda nas amostras.

Características inerentes ao solo LVe (textura arenosa e baixo CTC), por outra parte, estariam facilitando o processo de perdas gasosas durante a secagem.

As amostras frescas armazenadas em "freezer" sofreram descongelamento por período superior a 24 horas, devido a defeito do refrigerador. A elevação na temperatura, pode ter desencadeado um aumento indesejado da atividade microbiana no solo tanto sobre o N nativo como do N proveniente da uréia incorporada.

Ao comparar as concentrações de ^{15}N determinadas em ambas amostras foi observada uma tendência de maior enriquecimento nas amostras secas, em relação a amostras frescas (Tabela 13). Parece provável, que nas amostras frescas com a mudança a temperatura ambiente a maior atividade microbiológica, pode ter acelerado os processos de mineralização da amônia concomitantemente com o processo de mineralização do N orgânico nativo do solo, produzindo diluição isotópica do ^{15}N .

A importância deste problema metodológico, está em direta relação com o cuidado de interpretação dos resultados, ao tomar como referência para os efeitos de balanço de massa, amostras que normalmente são analisadas após um determinado período de coleta. Esse problema,

sem dúvida, é mais radical quando na ausência de material vegetal, e de controle de perdas por lixiviação, o N que teria que permanecer no solo, seria perdido durante o período de secagem da amostra, superestimando o processo de volatilização, como é altamente provável que tenha a contecido neste experimento.

Nas análises de N-NH₃ e isotópicas dos coletores de lã de vidro, não foram encontradas quantidades significativas absorvidas, em relação aos diferentes tratamentos. Por outra parte, as quantidades coletadas (em torno de 0,2 a 0,3 mg de N-NH₃) foram insuficientes para efetuar as análises isotópicas de ¹⁵N com a devida precisão.

Estes resultados preliminares levaram a salientar três aspectos importantes na definição dos experimentos de calibração, discutidos mais adiante.

Problemas de carater metodológico e do procedimento experimental utilizado, levaram a efetuar mudanças que permitiram obter resultados de carater mais conclusivo, em relação as limitações apresentadas pelo sistema coletor utilizado. O detalhe das modificações metodológicas efetuadas nos experimentos de casa-de-vegetação, para os dois coletores (lã de vidro e esponja), foram indicados na seção 3.3 deste estudo.

4.2. EXPERIMENTOS DE CASA-DE-VEGETAÇÃO

4.2.1. CALIBRAÇÃO DO COLETOR DE LÃ DE VIDRO

Como base metodológica de referência, para efetuar a calibração dos sistemas coletores de amônia foi utilizado o método de balanço de massa e isotópico com ^{15}N , anteriormente utilizado por NÖMMIK (1973a). Embora seja um método indireto, os cuidados experimentais poderão minimizar a expressão de outro fenômeno de perdas gasosas de N durante o processo de nitrificação da fonte adicionada e/ou de desnitrificação da fonte que tenha atingido a etapa de nitratação.

Estudando diversos solos em condições não saturadas de umidade, similares as utilizadas neste estudo, BREMNER & BLACKMER (1981) demonstraram a existência de perdas gasosas de $\text{N-N}_2\text{O}$ durante o processo de nitrificação de diversas fontes nitrogenadas, sendo, sob o ponto de vista de perdas de fertilizantes consideradas desprezíveis.

Fatores tais como, teores acima de 10% de M.O., adição de fontes nitrificáveis (uréia e sais amoniacais), dose e reumedecimento de solo seco ao ar favorecem o processo de perda de N-NO_2 durante o processo de

nitrificação. Porém baixos teores de $N-NO_3^-$ e de C orgânico (ROLSTON, 1981) assim como solos de pH ácido (Delwiche & Bryan*, citados por ROLSTON, 1981) resultam em perdas desprezíveis por este processo.

Baseado nesses antecedentes, as fontes nitrogenadas usadas no presente estudo, embora estejam submetidas a transformações bioquímicas que podem levar a perdas dessa natureza (que o balanço não considera), serão consideradas desprezíveis em relação ao processo de volatilização de amônia, e portanto, não susceptíveis de afetar a calibração do coletor nas condições experimentais estabelecidas neste estudo.

Na Tabela 14 e Figura 17 pode-se apreciar os valores de NSPF e de NVPF obtidos pelo método de balanço de massa e isotópico com ^{15}N . Os dados apresentados nessa Tabela são valores médios de três repetições para os diferentes tratamentos, sendo que os valores individualizados de cada unidade experimental (vaso) são apresentados nos Apêndices 2-3 e 2-2. Pelo contraste entre as médias dos tratamentos estabelecidos neste estudo (solos e fontes), pode-se apreciar um resultado expressivo, altamen

* DELWICHE, C.C. & BRYAN, B.A. Denitrification. Annu .

Rev. Microbiol., 30:241-262, 1976.

TABELA 14. Nitrogênio total (N), concentração de ¹⁵N, nitrogênio do solo provenientes do fertilizante (NSPF) e nitrogênio volatilizado proveniente do fertilizante (NVPF) do solo LVe e LRe calculado pelo método de balanço de massa, após aplicação de uréia 1,757 átomos % e aquamônia 2,238 átomos % ¹⁵N.

Tratamento		N		Conc. ¹⁵ N		NSPF 2/		NVPF 3/	
solo	dose (kg N/ha)	(%)	(mg/vaso)	(at. %ab.)	(%)	(mg/vaso)	(%)	(mg/vaso)	(%)
uréia	100	0,087	2427	1,059	49,6	1204	14,6	205	14,6
	150	0,105	2949	1,143	56,1	1653	18,2	367	18,2
	200	0,114	3192	1,213	60,8	1940	31,2	878	31,2
LVe	100	0,095	2669	1,240	46,6	1243	13,8	199	13,8
	150	0,097	2688	1,313	50,5	1357	35,1	732	35,1
	200	0,113	3173	1,443	57,4	1823	37,0	1071	37,0
uréia	100	0,159	4766	0,750	27,2	1296	8,0	113	8,0
	150	0,178	5346	0,850	34,4	1841	8,9	179	8,9
	200	0,192	5746	0,957	42,2	2426	13,9	392	13,9
LRe	100	0,149	4457	0,863	26,2	1168	19,0	274	19,0
	150	0,170	5087	0,991	33,1	1685	19,3	404	19,3
	200	0,185	5546	1,119	40,0	2216	23,4	678	23,4

1/ Valores médios de três repetições

2/ valor relativo calculado em relação ao total de N determinado no solo

3/ valor relativo calculado em relação ao total de N aplicado

Contrastes entre médias

	NSPF	NVPF
Entre solos (LVe x LRe)	92,55**	93,11**
Entre fontes dentro do solo LVe	12,99**	28,46**
Entre fontes dentro do solo LRe	22,66**	42,18**
Entre doses uréia (d ₁ -2d ₂ +d ₃)	2,44 (n.s.)	11,38**
dentro solo LVe (d ₁ -d ₃)	150,87**	126,92**
Entre doses uréia (d ₁ -2d ₂ +d ₃)	0,15 (n.s.)	3,52 (n.s.)
dentro solo LRe (d ₁ -d ₃)	355,63**	213,07**
Entre doses aquamônia (d ₁ -2d ₂ +d ₃)	11,50**	2,02 (n.s.)
dentro solo LVe (d ₁ -d ₃)	93,69**	21,81**
Entre doses aquamônia (d ₁ -2d ₂ +d ₃)	0,02 (n.s.)	1,94 (n.s.)
dentro solo LRe (d ₁ -d ₃)	305,89**	45,74**
C.V. (%)	4,44	15,98

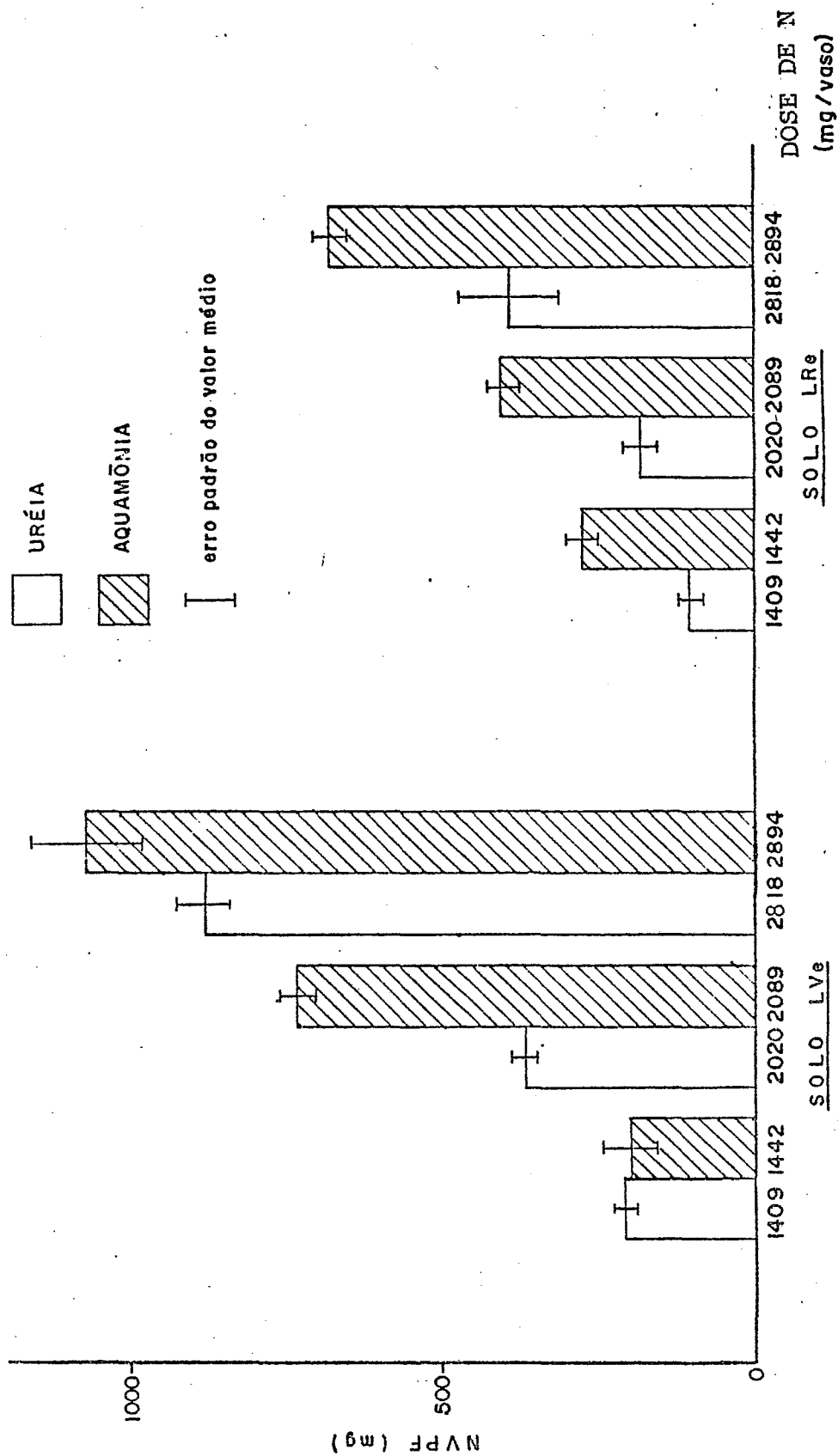


FIGURA 17. Volatilização de amônia no solo LVe e LRe estimada pelo método de balanço de massa, com o uso de traçador ^{15}N .

te significativo tanto para o NSPF quanto para o NVPF. Da mesma maneira os contrastes estabelecidos entre as médias das doses extremas das duas fontes utilizadas, resultou significativo para ambas variáveis. Como as condições metodológicas deste experimento foram para favorecer o processo de volatilização os resultados obtidos não causaram surpresa. O fato que pode ser salientado, nesses resultados é a comparação dos teores de amônia volatilizada em relação a aplicação de uréia. No experimento da seção 4.1.3. os teores de perda estimada, foram da ordem de 40 a 52% para as diferentes doses indicadas, quando o adubo foi incorporado a 25 cm de profundidade do solo LVe. No presente experimento, os teores de perda gasosa foram de 14 a 31% do N aplicado em doses de 100 a 200 kg N/ha equivalentes no solo LVe para o tratamento de uréia, durante o tempo de duração do experimento.

A comparação observada dos resultados obtidos nesses experimentos, leva a salientar mais uma vez perda gasosa de amônia acontecida no experimento preliminar de casa-de-vegetação prévio as análises, pelos problemas de caráter metodológico discutidos.

Diversos autores tem demonstrado a incidência de alguns fatores de solo e manejo no processo de volatilização de amônia: textura do solo, CTC, tipo de fon

te nitrogenada e diferentes doses utilizadas (MARTIN & CHAPMAN, 1951; VOLK, 1959; KRESGE & SATCHELL, 1960; OVER REIN & MOE, 1967 e FENN & KISSEL, 1976).

Em relação ao tratamento de aquamônia, po de-se apreciar na Figura 17 que para o nível de dose 100 unicamente, o processo de perda gasosa de amônia foi mais favorável no solo LRe em relação ao solo LVe. Este fato resulta contraditório quando observado o comportamento ge ral dos resultados. Problemas de infiltração da solução de aquamônia ao solo em algumas unidades experimentais (va sos), sem dúvida, refletiram nessa tendência mostrada pe los resultados, fato que será discutido posteriormente, e para evitar perdas de amônia não contabilizadas, foi efe tuada uma modificação na incorporação dessa fonte, como in dicado na seção 3.3.1.

O processo de volatilização ocorrido nes tes solos em relação a dose aplicada tanto de uréia como aquamônia é apresentado na Figura 18. Nessa Figura são apresentados os valores médios, sendo que o modelo exponen cial foi elaborado levando em consideração todas as três repetições de cada tratamento. Esse modelo foi escolhi do baseado tanto no coeficiente de correlação, associado a observação visual dos dados experimentais, que mostraram-se mais consistentes em relação aos outros, como pelos resul

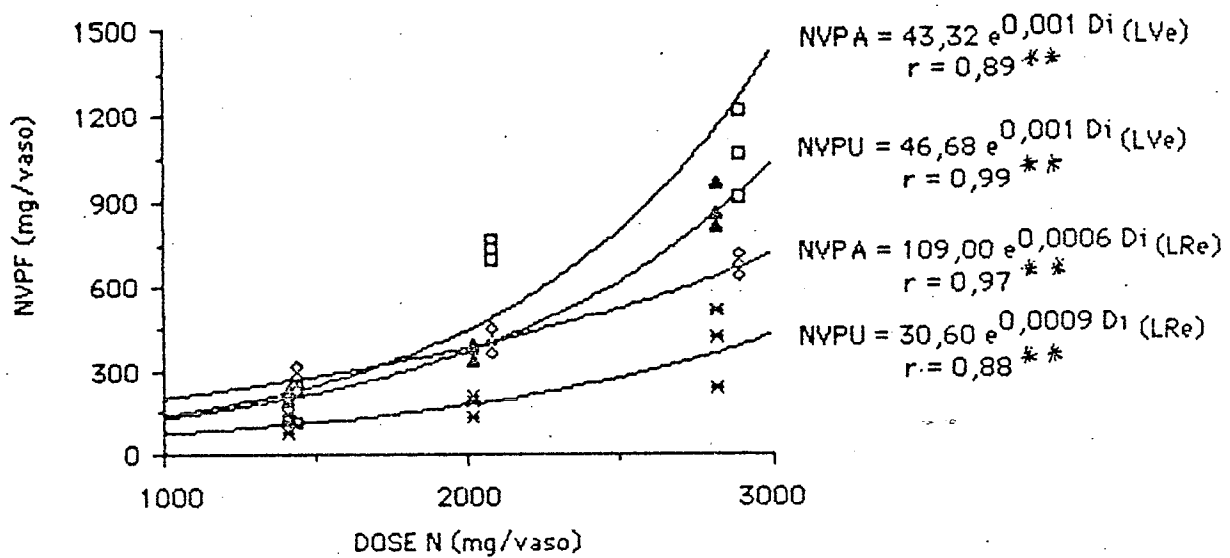


FIGURA 18. Efeito da dose e tipo de fertilizante aplicados no processo de volatilização de $N-NH_3$ no solo. LVe e LRe.

tados apresentados com uréia por *OVERREIN & MOE (1967)*. Estes autores afirmam que a altas doses de aplicação a proporção de NH_3 retida no solo é menor. Sob o ponto de vista de ter o solo uma capacidade finita de retenção de amônia este fato resulta explicável.

Porém, outros autores tem encontrado uma correlação de caráter linear quando aplicada NH_4OH em diferentes doses para solos de diferentes texturas (*CHAO & KROONTJE, 1964*).

Embora as tendências indicadas neste estudo concordam com os dados apresentados por *OVERREIN & MOE (1967)*, para as duas fontes nos dois solos, sendo o melhor modelo de ajuste o indicado, poderia ser factível, que diferentes fontes possam ter um comportamento diferente em relação a dose, não sendo possível eliminar essa hipótese.

Observando a Figura 18, pode-se apreciar que as perdas são muito mais significativas para as duas fontes, quando aplicadas no solo LVe em relação ao solo LRe, sugerindo uma relação inversa existente entre CTC do solo e perdas gasosas por volatilização de NH_3 .

Na Tabela 15, pode-se apreciar o

TABELA 15. Nitrogênio volatilizado absorvido (NVa), nitrogênio volatilizado proveniente do fertilizante (NVaPF) e nitrogênio volatilizado proveniente do solo (NVaPS) pelo coletor de lã de vidro nos dois solos (LVe e LRe) e para as duas fontes uréia e aquamônia.

Tratamento			NVa		NVaPF		NVaPS	
Solo	Fonte	Dose (kg N/ha)	(mg)	(%)	(mg)	(%)	(mg)	
LVe	Uréia	100	9,32	99,1	9,24	0,9	0,08	
		150	11,52	98,5	11,35	1,5	0,17	
		200	21,09	100,5	21,09	-	-	
	Aquamônia	100	19,36	93,4	18,08	6,6	1,28	
		150	81,57	97,2	79,29	2,8	2,28	
		200	41,48	94,7	40,33	5,3	1,15	
LRe	Uréia	100	8,26	99,6	8,23	0,4	0,03	
		150	10,95	95,6	10,47	4,4	0,48	
		200	17,27	97,3	16,80	2,7	0,47	
	Aquamônia	100	10,91	96,5	10,53	3,5	0,38	
		150	44,26	98,3	43,51	1,7	0,75	
		200	19,79	96,3	19,06	3,7	0,73	

1/ Valores médios de três repetições

Contraste entre médias

Valor F (Teste F)

	NVa
Entre solos (LVe x LRe)	1,65 (n.s.)
Entre fontes dentro do solo LVe	6,29*
Entre fontes dentro do solo LRe	0,92 (n.s.)
Entre doses uréia dentro do solo LVe ($d_1-2d_2+d_3$)	0,03 (n.s.)
(d_1-d_3)	0,26 (n.s.)
Entre doses uréia dentro do solo LRe ($d_1-2d_2+d_3$)	0,01 (n.s.)
(d_1-d_3)	0,15 (n.s.)
Entre doses aquamônia ($d_1-2d_2+d_3$)	6,52*
dentro do solo LVe (d_1-d_3)	0,92 (n.s.)
Entre doses de aquamônia ($d_1-2d_2+d_3$)	2,08 (n.s.)
dentro do solo LRe (d_1-d_3)	0,15 (n.s.)

C.V. (%)

114,93

nitrogênio volatilizado absorvido pelo coletor (NVa) como valor médio de três repetições, para os diferentes tratamentos, assim como os valores médios de NVaPF e NVaPS. Os dados individualizados por unidade experimental (vaso), estão detalhados nos Apêndices 2-4 e 2-5 para o solo LVe e LRe respectivamente.

A análise de contraste entre valores médios permitiu somente identificar diferenças significativas entre as duas fontes dentro do solo LVe e quando contrastada a dose 150 kg N/ha equivalente em relação as demais, para a fonte aquamônia nesse mesmo solo. A falta de significância dos outros fatores contrastados em relação a determinação de amônia volatilizada pelo método do balanço com ^{15}N , permite confirmar mais uma vez, a falta de sensibilidade de resposta do aparelho em relação aos tratamentos estudados. Outro fato que estaria contribuindo para mascarar efeitos significativos seria a alta variabilidade experimental registrada (C.V.:114,9%), decorrente de problemas de caráter metodológico na incorporação da solução de aquamônia ao solo. Como foi mencionado anteriormente, a demora na infiltração da solução de aquamônia nos dois solos levou a coletas exageradas em algumas unidades tais como os vasos número 10, 14, 15, 16 e 32 (ver apêndices

2-4 e 2-5 . Em relação a uréia, cuja solução aplicada estava a temperatura ambiente, a diferença da solução de aquamônia resfriada a ($\approx 5^{\circ}\text{C}$), não foi observado problemas de infiltração da solução. Embora não tenha-se registrado diferença significativa entre as diferentes doses incorporadas de uréia, nos dois solos (Tabela 15), pode-se apreciar alguma tendência de maior absorção pelo coletor, do NVa.

Nessa mesma Tabela pode-se apreciar também que 97,3% do N absorvido pelo coletor, como valor médio geral, provém do fertilizante. Observa-se também, uma tendência de maior absorção de NVaPS para o tratamento de aquamônia nos dois solos estudados, em relação ao tratamento de uréia.

Da mesma forma que para o balanço, foi efetuado um ajuste entre o NVaPF em relação as doses diferentes utilizadas tentando estabelecer o comportamento do sistema coletor em relação a essa variável (Figura 19). Aplicando um critério similar ao anterior, o modelo exponencial foi selecionado como o mais representativo na interpretação da absorção de amônia pelo coletor em função da dose aplicada. As curvas foram elaboradas considerando cada repetição, sendo apresentado nesta Figura os valores médios. Foram eliminados do ajuste aqueles valores proble

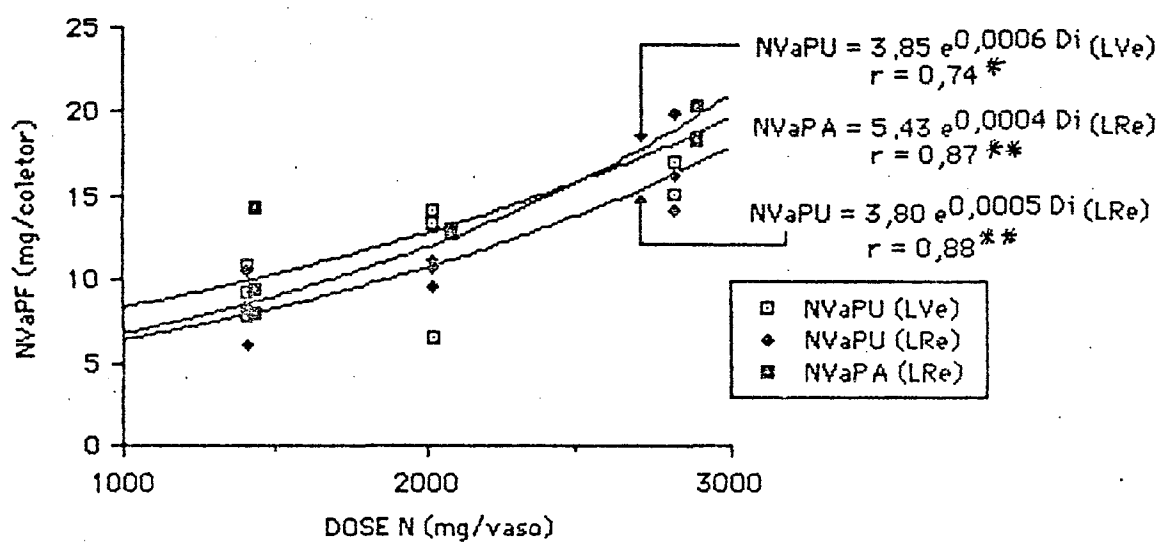


FIGURA 19. Efeito da dose e tipo de fertilizante aplicados no $N-NH_3$ absorvido pelo coletor de lã de vidro no solo LVe e LRe.

mas indicados anteriormente (vasos nºs 10, 14, 15, 16 e 32), e portanto foi eliminado do ajuste o tratamento de aquamônia do solo LVe por insuficiente quantidade de dados.

De forma geral para todos os tratamentos, foi possível efetuar essa correlação, que sendo significativa, sugere a procura de uma correlação entre as variáveis NVaPF estimada diretamente pelo coletor e NVPF, estimada indiretamente pelo método do balanço.

A seguir, na Tabela 16 é apresentado o balanço isotópico do N total recuperado proveniente do fertilizante após o período experimental. Pode-se apreciar de uma forma geral que o N recuperado no solo LVe é sensivelmente inferior em relação ao solo LRe para o tratamento de uréia, não sendo observada essa mesma tendência entre os solos, para o tratamento de aquamônia pela alta variabilidade apresentada nos resultados. Sob este ponto de vista (balanço), pode-se apreciar também numa forma geral a tendência decrescente do N recuperado a doses maiores, o qual mostra a perda sensível de eficiência do sistema coletor em relação aos teores de recuperação do N aplicado.

A Figura 20 indica a correlação entre NVaPF e NVPF para a maioria dos dados experimentais, independente dos tratamentos estudados. Da correlação foram

TABELA 16. Balanço de massa do coletor de lã de vidro para as duas fontes nitrogenadas utilizadas (uréia e aquamônia) nos dois solos (Lve e LRe).¹

Solc	Fonte	Dose (mg N/vaso)	NSPF		NVaPF		NPF Recuperado ^{2/}	
			(mg)	(%)	(mg)	(%)	(mg)	(%)
Lve	Uréia	1409 (100)	1204±24	85,5	9 ± 2	0,6	1213±24	86,1
		2020 (150)	1653±29	81,8	11 ± 4	0,5	1664±29	82,3
		2818 (200)	1940±75	68,8	21 ± 9	0,7	1961±76	69,5
LRe	Aquamônia	1442 (100)	1243±75	86,2	18 ± 14	1,2	1261±76	87,4
		2039 (150)	1357±36	66,6	80 ± 60	3,9	1437±70	70,5
		2894 (200)	1823±152	63,0	40 ± 51	1,4	1863±160	64,4
Lve	Uréia	1409 (100)	1296±37	92,0	8 ± 2	0,5	1304±37	92,5
		2020 (150)	1841±42	91,1	10 ± 1	0,5	1851±42	91,6
		2818 (200)	2426±139	86,1	17 ± 3	0,6	2443±139	86,7
LRe	Aquamônia	1442 (100)	1168±41	81,0	11 ± 3	0,8	1179±41	81,8
		2039 (150)	1685±43	82,6	44 ± 54	2,2	1729±69	84,8
		2894 (200)	2216±42	76,6	19 ± 1	0,6	2235±42	77,2

1/ valor médio de três repetições (m̄±s)

2/ NSPF + NVaPF ± $\sqrt{s_1^2 + s_2^2}$

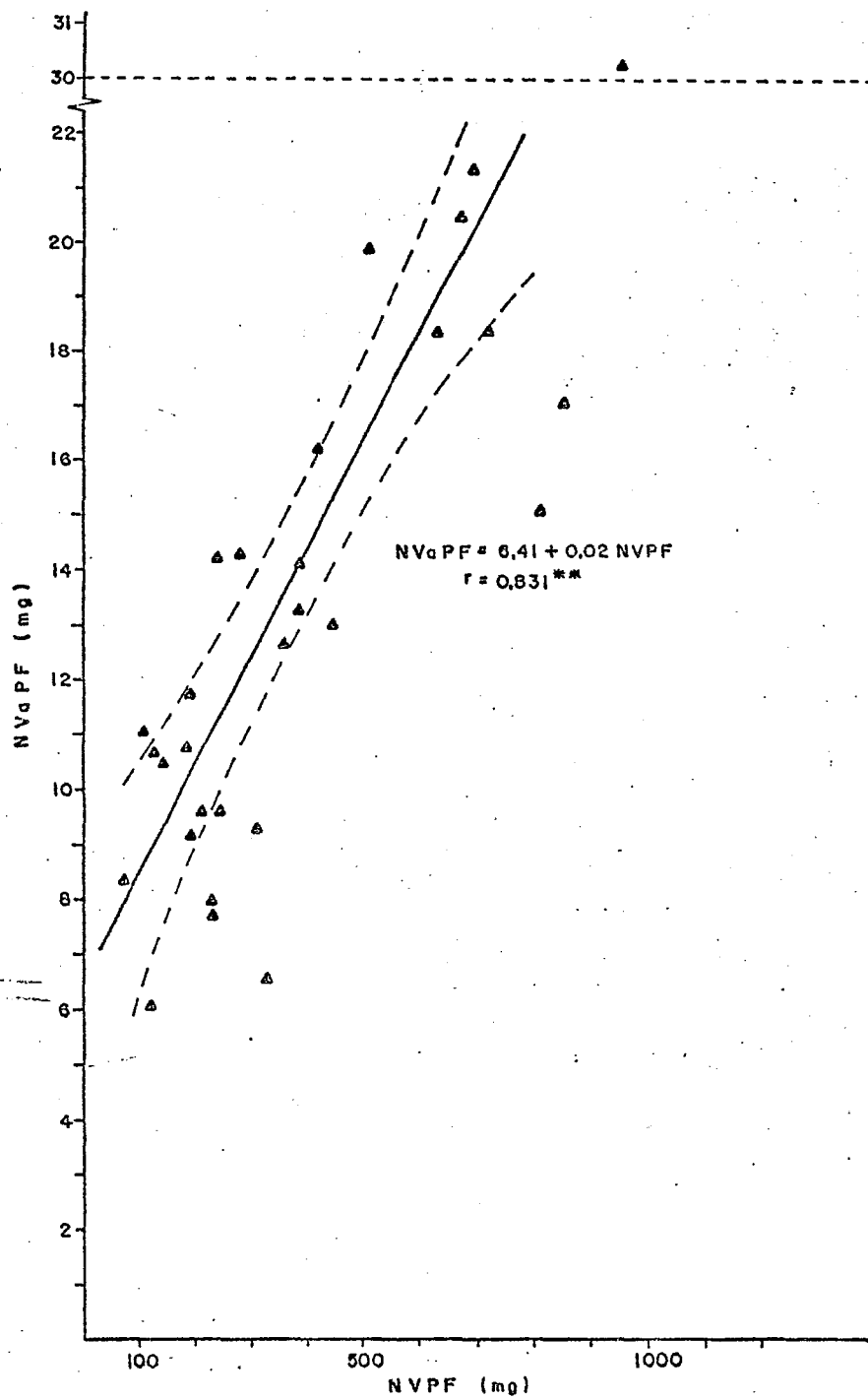


FIGURA 20. Curva de correlação entre N volatilizado absorvido proveniente do fertilizante (NVaPF) e N volatilizado total (NVPF) do coletor de lã de vidro.

eliminados os vasos nºs 10, 14, 15, 16, 17, 18 e 32, todos eles do tratamento com aplicação de aquamônia, por apresentarem problemas experimentais, como foi anteriormente citado.

O modelo de ajuste linear resultou ser o mais significativo ($r=0,831^{**}$), sendo que o coeficiente de regressão da população foi a 95% de probabilidade diferente de 0.0 ($0.0199 < \beta < 0.02001$). As curvas hiperbólicas estão mostrando o intervalo a 95% de confiança da reta da população de dados.

A correlação significativa entre essas variáveis deixa em evidência que o coletor apresenta uma resposta ao teor de amônia volatilizada, permitindo portanto, que se obtenha uma estimativa da eficiência do sistema coletor.

A estimativa da eficiência calculada a partir da equação de ajuste (Figura 20) e dos dados experimentais pode ser apreciada na Tabela 17, para cada uma das unidades experimentais de acordo a equação da seção 3.6.3. A comparação entre valores médios segundo os dados pareados do teste estatístico está mostrando que não existiu diferença significativa, estando em torno de 4,6% o valor da eficiência média determinada.

TABELA 17. Eficiência calculada e experimental do coletor de N-NH₃ volatilizada de lâ de vidro

nº vaso	Eficiência calculada (%)	Eficiência experimental (%)	NVPF (mg)
1	5,30	4,73	194
2	5,39	5,69	189
3	4,75	3,33	233
4	3,92	1,96	334
5	3,68	3,51	381
6	3,66	3,66	387
7	2,67	3,24	962
8	2,75	1,99	856
9	2,79	1,85	816
11	4,62	3,93	245
12	7,72	9,89	112
13	2,92	3,07	696
19	7,39	5,06	119
20	6,39	7,15	146
21	10,78	11,41	73
22	5,04	4,54	211
23	5,29	5,74	195
24	6,86	8,06	132
25	3,25	3,89	513
26	3,51	3,83	424
27	4,67	5,93	240
28	4,77	3,46	231
29	4,05	2,98	313
30	4,31	5,17	277
31	3,43	2,91	447
33	3,78	3,51	361
34	2,89	4,73	720
35	2,95	3,02	676
36	3,01	2,87	637
$\bar{m} \pm s/\sqrt{n}$	4,57±0,34	4,52±0,42	

Teste t (0,05) n.s.

4.2.2. CALIBRAÇÃO DO COLETOR DE ESPUMA

Na Tabela 18 são apresentados os resultados de nitrogênio do solo proveniente do fertilizante (NSPF) e de NvPF obtidos pelo método do balanço. Estes resultados estão indicando que o processo de volatilização de $N-NH_3$, embora não tenha sido estatisticamente favorável a nenhuma das fontes utilizadas, apresentam claras tendências de perdas gasosas de $N-NH_3$ no tratamento com aquamônia (35,1%) em relação ao tratamento com uréia (13,1%) para uma mesma dose de aplicação equivalente (100 kg N/ha).

Os valores individualizados de cada parcela (caixa) correspondentes a Tabela 18, são apresentados no Apêndice 2-6, sendo que os resultados do tratamento de aquamônia são uma média de duas repetições devido a que uma das parcelas recebeu solo trocado por outro, sendo portanto, considerado como parcela perdida para os efeitos de tratamento estatístico dos resultados.

Embora os resultados obtidos dos controles abertos (sem aparelho coletor) não tenham validade estatística, pode-se apreciar no Apêndice 2-6, aumentos expressivos na volatilização de $N-NH_3$ para ambas as fontes em relação aos resultados obtidos na presença do sistema

TABELA 18. Nitrogênio total (N), concentração de ^{15}N , nitrogênio do solo proveniente do fertilizante (NSPF) e nitrogênio volatilizado total proveniente do fertilizante (NVPF) no solo LVe.

Tratamento	N		Concent. ^{15}N		NSPF ^{1/}		NVPF ^{2/}	
	(%)	(g/caixa)	(at. %ab.)	(%)	(g/caixa)	(%)	(g/caixa)	
Uréia ^{3/}	0,079	22,0	0,785	29,8	6,4	13,1	1,0	
Aguiçônia ^{4/}	0,058	16,3	0,923	29,6	4,8	35,1	2,6	
Valor t calculado (P>0.05)						2,61 (n.s.)	2,61 (n.s.)	

1/ calculado relativo ao conteúdo de N total do solo

2/ calculado relativo ao N aplicado

3/ valores médios de três repetições

4/ valores médios de duas repetições

coletor. Este fato experimental estaria indicando uma das limitações claras deste tipo de sistema coletor (semi-aberto estático), ao provocar um atraso na difusão natural do $N-NH_3$ e/ou um retorno da amônia volatilizada através d'água de condensação nas paredes do sistema coletor. Efetivamente, foi observado durante o período experimental embaçamento nas paredes do coletor, sendo mais acentuado no período inicial pelo processo de evaporação d'água do solo aumentando o teor de umidade do ar em relação ao meio. Este problema deve ser estudado mais em profundidade, dado que constitui um fator determinante na estimativa da eficiência do sistema coletor.

A determinação de nitrogênio volatilizado absorvido (NVa) precisou preliminarmente da definição de um procedimento metodológico, que evitasse perdas e/ou contaminação dos absorvedores pelo excessivo manuseio do material.

Baseado nos argumentos indicados na seção 3.6.2., foram efetuadas correlações entre determinados pesos de espuma picotada e conteúdos de $N-NH_3$ nos mesmos, após efetuar a mistura da espuma inteiramente picotada.

A validade dessas premissas, é apresentada nas retas de correlação, efetuadas para diferentes pesos

sos, entre 1 a 13 gramas, nas Figuras 21 e 22 . A calibração foi efetuada tanto para alguns dos absorvedores superiores (I) como para os inferiores (II), mostrando em todos os casos a efetividade dessa correlação. Pode-se apreciar que essa correlação é válida também, nos absorvedores superiores, apesar do menor conteúdo de N, o qual eleva o erro na determinação quando considerada a relação volume espuma - N retido.

Este fato levou a uma simplificação metodológica na determinação do N-NH₃ absorvido. Comparando o procedimento de se tomar subamostras de absorvedor e ponderar posteriormente para o peso total, em relação ao valor calculado a partir da correlação, pode-se apreciar que não existe diferença significativa entre ambos os procedimentos (Tabela 19). Estes resultados permitiram portanto, analisar três ou quatro subamostras por absorvedor de um peso determinado, ponderando o valor obtido pelo peso total do absorvedor.

Na Tabela 20 , são apresentados os conteúdos de N-NH₃ retidos nos absorvedores superiores (I) e inferiores (II), tanto como a proporção proveniente do fertilizante (NVaPF), do solo (NVaPS) como da amônia proveniente da atmosfera (NaPA).

O Apêndice 2-7 apresenta os valores detalha

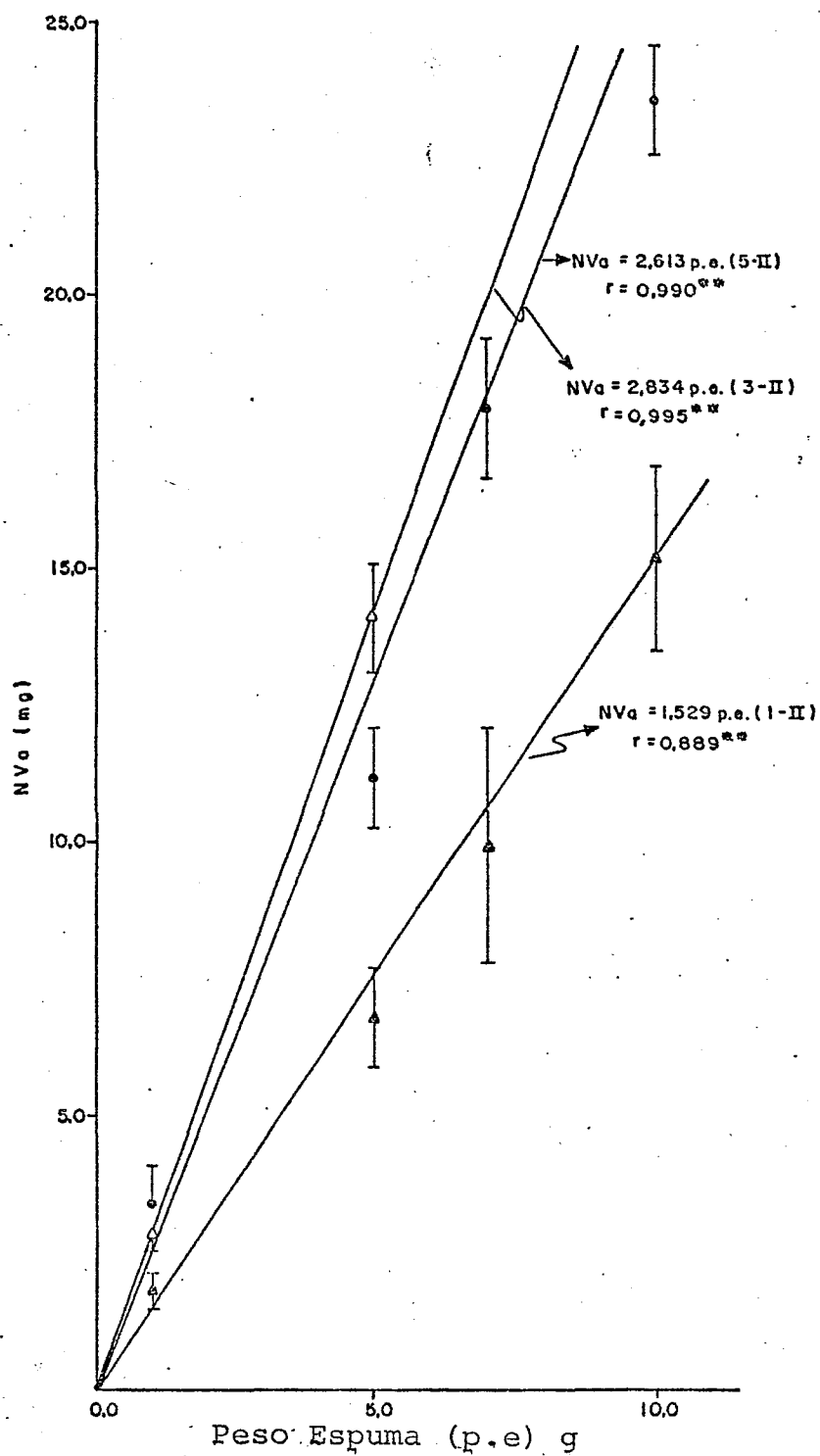


FIGURA 21. Correlação N-NH₃ absorvido em relação ao peso de espuma analisado para o tratamento com uréia.

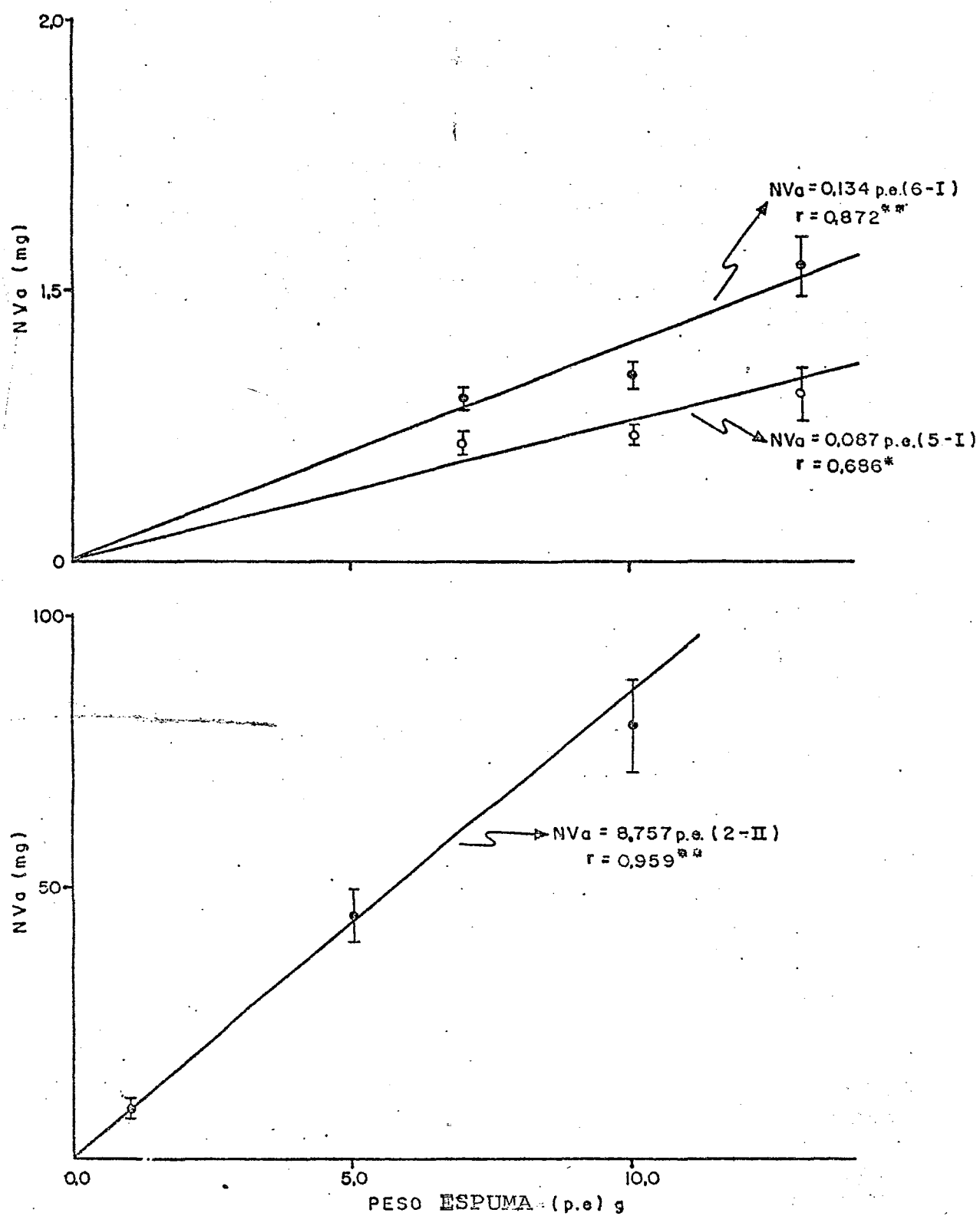


FIGURA 22. Correlação N-NH₃ absorvido em relação ao peso de espuma analisado.

TABELA 19. N-NH₃ volatilizado absorvido (Nva); calculado pela correlação e estimado pela ponderação do peso total do absorvedor.

Absorvedor		Nva (mg)		CV (%)	
Número	Peso (g)	Calculado ¹	Ponderado ^{2/}		
I	1	242,26	370,4	368,2 ± 26,7	13,0
II	2	192,55	1686,2	1550,8 ± 161,8	18,1
	3	193,59	548,6	560,6 ± 2,5	0,8
	5	190,43	497,6	450,0 ± 18,5	7,1
I	5	150,10	13,1	11,5 ± 0,3	4,5
	6	133,23	17,9	15,3 ± 0,4	4,5
Teste t (0,05) N.S.					

1/ comparação efetuada para a massa de 10 g de absorvedor

2/ valor médio de três repetições ($\bar{m} \pm s/\sqrt{n}$)

lhados de cada repetição, correspondente aos dados médios apresentados na Tabela 20 .

Observando os resultados registrados pelo absorvedor inferior (II) pode-se apreciar que ficou retido uma proporção de 88% e 12% de $N-NH_3$ proveniente do fertilizante e do solo respectivamente, para o tratamento de uréia. No caso da aquamônia essa proporção foi mais favorável ao $N-NH_3$ proveniente do fertilizante (93%) em relação ao $N-NH_3$ proveniente do solo (7%). Isto resulta bastante razoável quando levado em consideração o maior potencial de volatilização da aquamônia em relação a uréia, a qual deve sofrer um processo preliminar de hidrólise antes de estar submetida a este processo de perda gasosa.

Em relação ao absorvedor superior (I) pode-se apreciar que não existe diferença significativa em relação a amônia retida por eles. Porém, resulta importante salientar o fato de apresentar em ambos os casos $N-NH_3$ proveniente do fertilizante em torno de 10 a 12% da amônia total retida. Embora, seja uma quantidade desprezível em termos absolutos (1,5-2 mg $N-NH_3$) este fato estaria indicando muito provavelmente, contaminação proveniente da amônia volatilizada dos controles que foram instalados no mesmo local. Resulta mais improvável que seja amônia proveniente do mesmo solo que tenha passado através do absorve-

dor, dado que os teores de NVa não são diferentes apesar da diferença na amônia retida no absorvedor II pelas duas fontes.

Resulta, portanto, importante sob um ponto de vista metodológico, situar os controles afastados do sítio experimental para evitar este tipo de problemas, que pode ser mais grave ainda, quando se trabalha com material vegetal com abundância isotópica de ^{15}N natural em relação a material marcado.

Na Tabela 21, é apresentado o balanço de massa efetuado para as duas fontes, considerando os valores médios, tanto do N proveniente do fertilizante residual no solo ao final do experimento e o N volatilizado absorvido pelo coletor proveniente do fertilizante, dando em média uma recuperação em torno de 90% para as duas fontes do N inicialmente aplicadas.

Alguns fatores poderiam contribuir para explicar os 10% do N não contabilizado no balanço de massa.

De acordo aos antecedentes discutidos preliminarmente na seção 4.1., e segundo as condições experimentais desenvolvidas, não seria possível atribuir exclusivamente ao processo de desnitrificação bioquímica esse nível registrado. Porém, não pode ser completamente des

TABELA 21. Balanço de massa do coletor de espuma para as fontes de uréia e aquamônia.

Tratamento	NSPF		NVaPF		Total Recup.	
	(g)	(%)	(g)	(%)	(g)	(%)
Uréia ^{1/}	6,4	86,5	0,4	5,4	6,8	91,9
Aquamônia ^{2/}	4,8	64,9	1,8	24,3	6,6	89,2

1/ Valor médio de três repetições

2/ Valor médio de duas repetições

cartada essa possibilidade dado que não foram registradas estimativas diretas dessas possíveis perdas gasosas.

Outra alternativa em futuros experimentos de calibração, usando fontes amoniacais, poderia ser através de um processo preliminar de esterilização do solo, eliminando toda eventual atividade microbiológica que sob o ponto de vista da calibração do aparelho não tem maior importância, embora altere-se o potencial de volatilização do solo, ao inibir os processos naturais de mineralização da fonte nitrogenada. No caso da uréia, a esterilização do solo pode alterar também os processos de degradação via urease, uma vez que esta enzima é produzida por microrganismos naturalmente existentes no solo.

Além disto, fatores relativos ao método de esterilização, como altas temperaturas, por exemplo, podem alterar o potencial de atividade da urease pré-existente no solo.

Como sugestão, poder-se-ia então aplicar urease exógena após a esterilização, uma vez que para a calibração do aparelho em si, não são estritamente necessárias as condições de solo natural.

Porém, não pode ser descartada a possibilidade de ter acontecido também, perda gasosa na forma de

amônia que não ficou retida no sistema coletor dado o tempo prolongado que ficaram os absorvedores sem serem trocados. Este fato provocou deterioração do absorvedor seja pela ação do ácido que se concentrou sobre o material e/ou o efeito de fatores ambientais como temperatura, radiação solar, vento, etc. Por outra parte a perda de umidade do absorvedor evidenciada pela perda de peso ao momento da coleta, em relação a montagem do experimento, pode sem dúvida ter contribuído a uma diminuição na eficiência de coleta da NH_3 pelo absorvedor no transcorrer do período experimental. Este aspecto deve ser considerado no uso deste tipo de sistema sendo necessário efetuar trocas de absorvedor com uma maior frequência para eliminar este problema, tanto como efetuar uma lavagem das paredes internas do coletor no momento da amostragem para evitar eventuais perdas de amônia que ficam retidas na água de condensação das paredes.

Porém deve-se considerar também uma eventual perda de amônia situada no ar contido na câmara durante a troca do absorvedor. É evidente que este problema pode ser mais significativo quando se efetuam trocas mais frequentes. Existe portanto a necessidade de se definir com mais exatidão qual seria a frequência ideal de amostragem levando em consideração os aspectos anteriormente

indicados.

Estes aspectos discutidos anteriormente , poderiam estar ocorrendo simultaneamente e contribuindo conjuntamente para o não fechamento do balanço.

Seria pouco provável que perdas gasosas por desnitrificação exclusivamente pudessem ser responsáveis pelos 10% não detectados no balanço.

Na eventual ocorrência de perdas gasosas por desnitrificação e não sendo elas de caráter significativo, elas constituem uma fonte sistemática de erro que para efeitos de calibração poderiam ser consideradas desprezíveis.

Dos outros dois aspectos indicados, resulta aparentemente difícil tomar uma decisão clara. Porém , os problemas surgidos com os absorvedores durante o período experimental, associado ao fato que não foi esgotado o potencial de volatilização das duas fontes em relação aos controles, e portanto nesse caso o N não recuperado seria superior a precisão na estimativa do balanço, levam a pensar que para os efeitos de calibração seja mais aconselhável considerar como real, perdas acontecidas por volatilização que não puderam ser coletadas. Dessa maneira, os resultados discutidos a seguir consideram como NVPF obti

do pelo método do balanço como a base de referência na estimativa da calibração do aparelho.

Numa forma similar ao critério utilizado para o coletor de lã de vidro, foi efetuada uma correlação entre NVaPF e o NVPF. Não sendo possível efetuar uma calibração em relação à variável dose, pelos poucos dados experimentais, foi aplicado um modelo linear da correlação seguindo o raciocínio discutido anteriormente para o coletorador de lã de vidro, além de apresentar um melhor ajuste ($r=0,966^{**}$) em relação aos outros modelos testados (Figura 23). As hipérboles indicadas na Figura estão representandando o intervalo com nível de 95% de confiança por onde passaria a reta da população.

Pode-se observar que embora sejam poucos pontos experimentais a maioria deles está dentro da zona limitada pelas hiperboles. Tentar determinar uma reta que passe pela origem para o processo em estudo, sendo lógico, não resultaria o mais adequado neste caso, dado a falta de observações para doses menores às estudadas.

A Tabela 22 , apresenta finalmente as eficiências calculadas pelo modelo em relação a eficiência experimental. Pode-se apreciar que não houve diferenças significativas, estando a eficiência em torno de 54% de

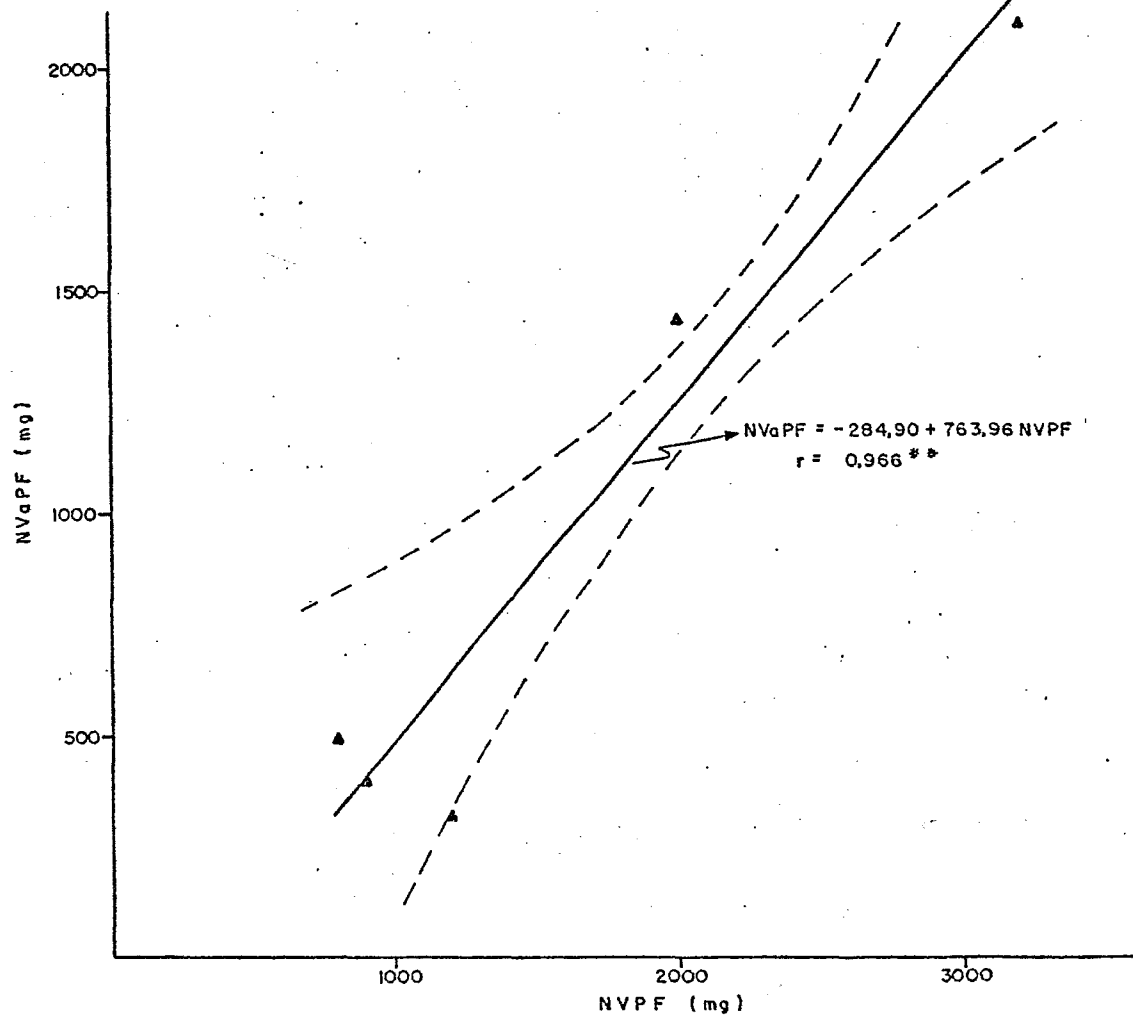


FIGURA 23. Curva de correlação entre N volatilizado absorvido proveniente do fertilizante (NVaPF) e \bar{N} volatilizado total (NVPF) do coletor de espuma

TABELA 22. Eficiência calculada e experimental do coletor de espuma para o N-NH₃ volatilizado.

Tratamento	Absorvedor	Eficiência calculada (%)	Eficiência experimental (%)	NVPE (g)
D-êia	1-II	52,7	26,7	1,2
	3-II	40,8	61,6	0,8
	5-II	44,8	44,2	0,9
Aguas-ônia	2-II	62,0	72,0	2,0
	6-II	67,5	65,9	3,2
$\bar{m} \pm s/\sqrt{n}$		53,6 ± 5,0	54,1 ± 8,3	
C.V. (%)		20,9	34,2	
Teste t (0,05)		N.S.		

amônia absorvida pelo coletor em relação à amônia total volatilizada (NVPF).

Porém, pode-se apreciar em relação ao tratamento de aquamônia uma eficiência aparentemente mais elevada, em relação a uréia. Neste ponto é possível salientar novamente o problema de prolongar demais o tempo para a coleta dos absorvedores. Sendo a aquamônia uma fonte que apresenta um maior potencial de volatilização da NH_3 , é provável que tenha sido absorvida numa forma mais efetiva nos primeiros dias do experimento, quando o absorvedor não tinha ainda sofrido uma perda sensível de água.

Por outra parte, a demora na volatilização de NH_3 em relação a uréia pode ter influido na menor coleta, na medida que o absorvedor foi perdendo umidade.

4.3. EXPERIMENTO EM CONDIÇÕES DE CAMPO

4.3.1. COMPARAÇÃO DE VOLATILIZAÇÃO DE AMÔNIA ENTRE OS SISTEMAS COLETORES

Na Tabela 23 e na Figura 24 são apresentados os dados de amônia volatilizada proveniente do fertilizante (NVPF) e do solo (NVPS), estimada acima do sulco de adubação para os dois tratamentos: *urêia* e *aquamônia*, de acordo com o critério indicado na seção 3.6.4. (eq. 18).

Previamente, em condições de casa-de-vegetação foi determinado empiricamente a eficiência de absorção da amônia volatilizada para cada coletor. De tal forma, para o coletor de lã de vidro foi estimado um valor médio de 4,6% da amônia absorvida, em relação ao total volatilizado, e para o coletor de espuma em torno de 53,6%, sendo portanto aplicado o fator de eficiência (F.E.) nas eq. 19 e 20 da seção 3.6.4., os valores correspondentes de 21,7 (100/4,6) e de 1,86 (100/53,6) para cada coletor respectivamente.

Os valores médios indicados nessa Tabela, foram estimados a partir de cálculos prévios apresentados nos Apêndices 2-8, 2-9, 2-10 e 2-11.

TABELA 23. N-NH₃ volatilizado acima do sulco de adubação, estimado pelo coletor de espuma e lâ de vidro na cultura de cana-de-açúcar de 29 corte.

Tipo de Coletor	N-NH ₃ volatilizada (kg N/ha)	TRATAMENTO		Valor t calculado			
		uréia (%)	aquamônia (%)				
ESFUMA	NVPE	2,05	66,8	0,27	31,8	2,03	(n.s.)
	NVPS	1,02	33,2	0,58	68,2	3,09*	
	NVT	3,07	100,0	0,85	100,0	2,20	(n.s.)

LÃ DE VIDRO	NVPE	0,84	56,4	0,38	32,5	0,98	(n.s.)
	NVPS	0,65	43,6	0,79	67,5	0,65	(n.s.)
	NVT	1,49	100,0	1,17	100,0	0,53	(n.s.)

1/ valor médio de 4 repetições, exceto para o tratamento aquamônia com o coletor de esponja (média de três repetições).

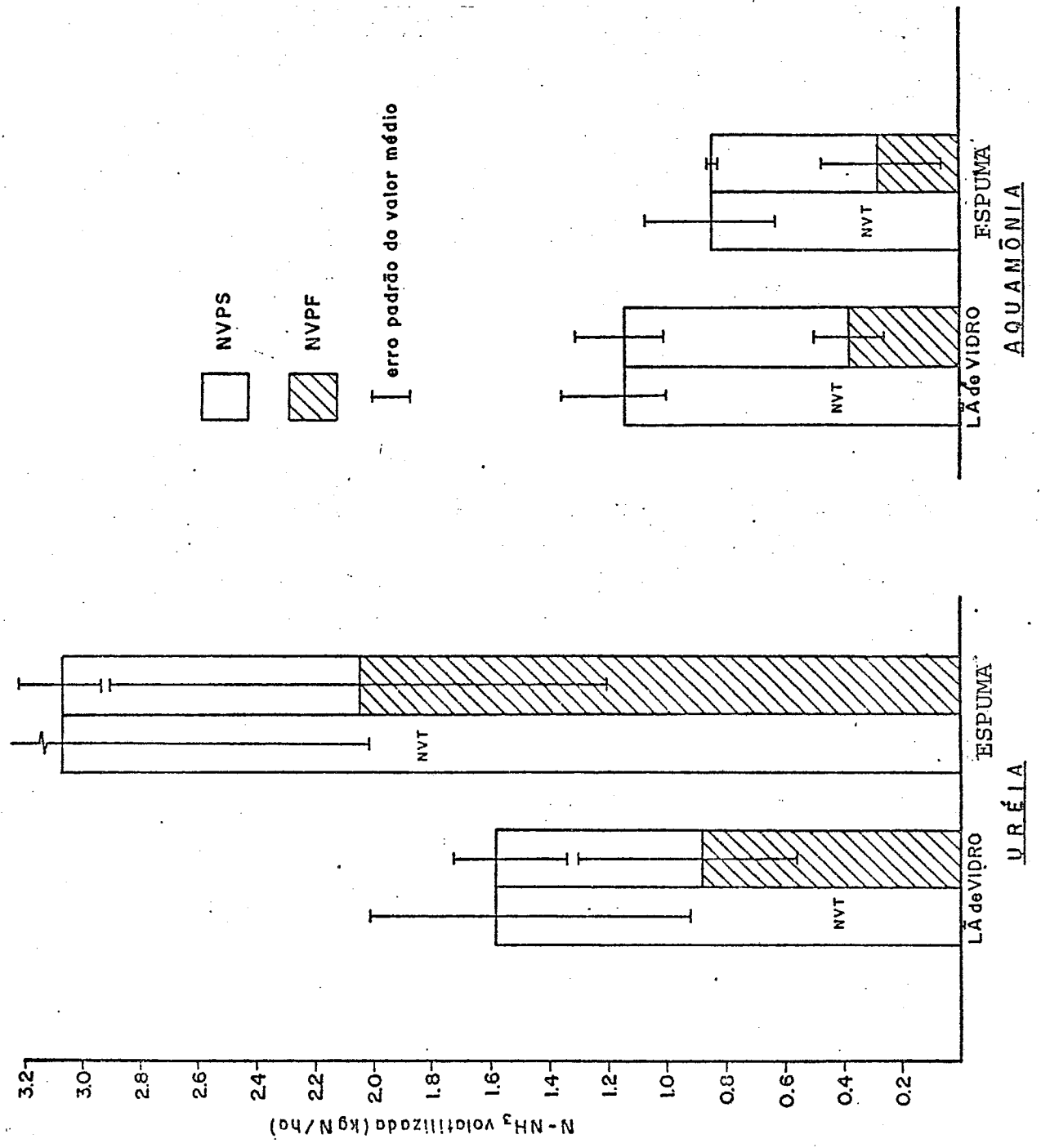


FIGURA 24. Comparação de N-NH₃ volatilizado entre os dois sistemas coletores (acima do sulco de adubação) em condições de campo.

Nos Apêndices 2-8/2-9 são indicados os valores de amônia volatilizada absorvida proveniente do fertilizante (NVaPF) e do solo (NVaPS) e a estimativa para cada sulco de adubação (equivalente por ha) respectivamente, para o coletor de lã de vidro.

Nos Apêndices 2-10 e 2-11 são indicados os valores de amônia volatilizada (NVaPF e NVaPS) e a estimativa para cada sulco de adubação (equivalente por ha) respectivamente, para o coletor de espuma.

Observando a Tabela 23, pode-se apreciar em termos absolutos que não houve diferença significativa entre os dois tratamentos tanto para NVPF como NVT. Dada a grande variabilidade apresentada pelos resultados é possível que algum efeito significativo possa ter sido mascarado na estimativa dessas variáveis. A diferença significativa observada na variável NVPS estimada com o coletor de espuma é de difícil interpretação, dado que sendo iguais as fontes sujeitas a volatilização provenientes do solo (N nativo do solo e N proveniente da aplicação da vinhaça) para ambos os tratamentos, não seria possível esperar essa diferença significativa. Uma possível explicação poderia decorrer do fato de que houve menor variabilidade na estimativa de NVPS em relação a NVPF.

Por outra parte, esse fenômeno não foi ob

servado com o coletor de lã de vidro, cujos resultados a presentaram menor variabilidade entre as repetições (Apêndice 2-9).

A falta de uniformidade da estrutura do solo e na distribuição do adubo incorporado a profundidade 10 cm, conjuntamente com perdas de água ocorridas no absorvedor de espuma durante o período experimental, numa maneira diferenciada podem ser consideradas fontes importantes de variabilidade nos resultados obtidos.

Em termos relativos pode-se apreciar que ambos coletores estão apresentando resultados coerentes: para o tratamento de uréia as proporções de amônia volatilizada proveniente do fertilizante estão em torno de 67% e 56% do total volatilizado segundo as estimativas efetuadas pelos coletores de espuma e lã de vidro respectivamente. Em relação ao tratamento de aquamônia observa-se uma tendência oposta, sendo em torno de 32% para NVPF estimada pelos dois coletores.

Dois aspectos são discutidos a seguir relativos às observações anteriormente mencionadas:

1. *Tendência mais favorável a volatilização de $N-NH_3$ proveniente da aplicação da uréia em relação a aquamônia.*

2. O valor expressivo de $N-NH_3$ volatilizado, para ambos tratamentos, proveniente do solo.

A taxa de vinhaça aplicada ($100 \text{ m}^3/\text{ha}$ e equivalentes) correspondente a uma carga de água de 10mm, poderia ter atingido a profundidade de aplicação do adubo quando considerada a amostragem de umidade volumétrica dessa profundidade após o preparo do solo ($\approx 0.14 \text{ cm}^3/\text{cm}^3$).

A interação subsequente de vinhaça-adubo, sugere um possível mecanismo que poderia explicar a tendência apresentada pelos resultados.

É reconhecida na literatura a dupla ação que está exercendo a vinhaça ao ser aplicada ao solo: por um lado o fornecimento de bases de troca com o componente argiloso do solo (K^+ , Ca^{++} , Mg^{++} e NH_4^+) e por outro, o aumento da atividade microbiológica do solo fazendo predominar os processos de desnitrificação e de imobilização em relação a mineralização do N (AMARAL SOBRINHO *et alii*, 1983).

Em relação a aplicação da uréia, existiria um período de tempo para a formação de amônia susceptível, de volatilização determinada pela presença de umidade, temperatura e atividade da urease entre outros fatores. Esse atraso no processo de hidrólise poderia significar por ou

tra parte, que as bases fornecidas pela vinhaça ao solo possam ocupar posições de troca no sistema argiloso ou deslocar bases. Sendo caracterizado o solo LVa por uma baixa CTC, é evidente que em curto tempo poderia ser saturada essa capacidade, e portanto, ao se formar NH_4^+ proveniente, da hidrólise da uréia, este não estaria em condições de concorrer pela ocupação desses sítios de troca.

Porém, três fatores importantes estariam evitando uma expressiva perda de amônia por volatilização. Em primeiro lugar, a incorporação do adubo a 10-15 cm de profundidade, estaria diminuindo perdas desse tipo, fato este, claramente demonstrado na literatura. Em segundo lugar, a ausência de chuvas e de irrigação nos trinta dias após a aplicação do adubo contribuíram para a retenção do NH_4^+ na solução do solo. Finalmente o papel importante indicado anteriormente da vinhaça em relação a imobilização e desnitrificação, sugeriria que eventualmente frações importantes da amônia hidrolisada possam ter sido imobilizadas na fração orgânica do solo e/ou susceptível de desnitrificação.

Em relação a aplicação da aquamônia como fonte fluida, ao contrário da uréia, poderia concorrer si

multaneamente com as bases fornecidas pela vinhaça ao solo pelos sítios de troca, aumentando a capacidade de adsorção pela maior difusão do adubo a partir do ponto de aplicação.

Em relação ao expressivo valor do N proveniente do solo no N_{Va}, novamente a aplicação da vinhaça estaria cumprindo um papel importante na interpretação desses resultados.

Na discussão deste aspecto algumas cifras calculadas, comparando as fontes nitrogenadas adicionadas ao solo, "vinhaça" e os adubos uréia e aquamônia, poderão esclarecer melhor quanto poderia ser importante no processo de volatilização estimada, a aplicação da vinhaça ao solo.

Sendo aplicado 100 kg N/ha equivalente de cada fonte, em termos de N total (orgânico + mineral) fornecido pela vinhaça, corresponde a 81 kg N/ha equivalentes baseado na análise química (Tabela 6). Ainda mais, a presença de $N-NH_4^+$ na composição química da vinhaça (AMARAL SOBRINHO *et alii*, 1983), em torno de 20 a 30 ppm/litro (variável dependendo do tipo de mosto), estaria indicando uma aplicação direta equivalentes nesta forma, em torno de 3 kg $N-NH_4^+$ /ha, susceptível de rápida vo

pida volatilização pela aplicação superficial ao solo.

Na Tabela 24 , é efetuada a comparação de resposta dos coletores de lã de vidro e esponja em relação a amônia volatilizada. Pode-se apreciar que não existe diferença significativa entre os dois coletores o qual estaria indicando que os valores de eficiência estimados previamente, seriam representativos da resposta de cada sistema coletor de amônia volatilizada.

4.3.2. VOLATILIZAÇÃO DE $N-NH_3$ ESTIMADA PARA 1 ha UTILIZANDO O COLETOR DE LÃ DE VIDRO

Resulta evidente que o uso do critério anterior indicado, para estimar de forma comparativa a amônia volatilizada entre os sistemas coletores, não parece ser o mais adequado dado que levaria a superestimar o processo de volatilização. Por outra parte, seria mais aconselhável utilizar na estimativa, um mesmo instrumento que seja representativo de uma superfície idêntica e apresentando o mesmo fator de eficiência.

Portanto, na tentativa de estimar a amô-

TABELA 24. Comparação de N-NH₃ volatilizado entre os dois sistemas coletores (lã de vidro e espuma) acima do sulco de adubação após trinta dias da aplicação das fontes nitrogenadas (uréia e aquamônia) na cana-de-açúcar - 2º corte.¹

Tratamento	N-NH ₃ volatilizado (kg N/ha)	Sistema Coletor		Valor t calculado
		LÃ DE VIDRO	ESPUMA	
URÉIA	NVFF	0,84	2,05	1,25 (n.s.)
	NVPS	0,65	1,02	1,67 (n.s.)
	NVT	1,49	3,07	1,38 (n.s.)
AQUAMÔNIA ^{1/}	NVFF	0,38	0,27	0,45 (n.s.)
	NVPS	0,79	0,58	1,59 (n.s.)
	NVT	1,17	0,85	1,11 (n.s.)

^{1/}Valor médio de quatro repetições, exceto para o tratamento de aquamônia usando o coletor de espuma

nia volatilizada equivalente por ha, foram utilizados os dados obtidos dos coletores de lâ de vidro colocados acima e entre os sulcos de adubação. O critério definido na estimativa desse parâmetro foi indicado na seção 3.6.5. (eq. 21 e 22) desse estudo, (Tabela 25).

Os resultados obtidos em cada linha, para os dois tratamentos encontram-se nos Apêndices 2-8, 2-12, 2-13, 2-14, deste estudo, onde apresentam-se os valores de NVaPF, NVaPS e a estimativa de amônia volatilizada extrapolada por 1 ha acima e entre os sulcos de adubação, respectivamente.

Na Tabela 25, pode-se apreciar que tanto acima do sulco como entre os sulcos de adubação, não se observou diferença significativa entre os tratamentos, tanto para a amônia volatilizada proveniente do fertilizante (NVPF) como para a amônia proveniente do solo. Entre os sulcos, pode-se observar que o NVPF em relação ao total volatilizado (NVPF+NVPS) foi em torno de 9,8% e 8,8% para o tratamento de uréia e aquamônia, respectivamente. Assumindo uma contribuição similar do sulco de adubação adjacente não marcado (sem ^{15}N), em torno de 20% aproximadamente, poderia provir do fertilizante aplicado, o qual está evidenciando aspectos da dinâmica de difusão lateral do adubo. Cabe salientar a mobilidade da amônia proveniente da hidrólise da uréia

TABELA 25. Estimativa de N-NH₃ volatilizado para a unidade de superfície de um hectare baseado na localização dos coletorês de lâ de vidro em condições de campo.

Localização	N-NH ₃ volatilizado (kg N/ha)		Valor t calculado
	Uréia	aqueamônia	
Acima do sulco	2,66	1,21	0,30 (n.s.)
Entre sulcos	0,58	0,54	0,40 (n.s.)
SUB TOTAL	3,24 (0,24-6,24) ¹	1,75 (0,95-2,55)	
Acima do sulco	2,06	2,52	0,98 (n.s.)
Entre sulcos	5,35	5,58	0,20 (n.s.)
SUB TOTAL	7,41 (5,70-9,12)	8,10 (5,53-10,67)	
ÁREA TOTAL	NVT (PF+PS) 10,65 (7,2-14,1)	9,85 (7,2-12,5)	

¹ Intervalo estimado segundo a teoria de propagação de erros

em relação a aquamônia ao não apreciar-se diferença significativa do volatilizado entre os sulcos de adubação.

Em termos relativos ao N aplicado via fertilizante, pode-se apreciar que nos 30 dias após aplicação, somente 3,24% e 1,75% como valores médios foram volatilizados da uréia e da aquamônia respectivamente. Estes valores devem ainda ser considerados com reserva quanto a uma validade de caráter realista, pelos inconvenientes analisados na calibração do coletor de espuma. Porém, as estimativas efetuadas estão dando uma idéia bastante clara que nas condições que foi desenvolvido este experimento, a volatilização de amônia não representou um processo de perda significativo durante o período experimental. Uma maior frequência de amostragem no tempo, poderia dar uma idéia mais clara da possível importância dessas perdas, ao evitar um secamento acentuado do absorvedor, diminuindo portanto, sua capacidade de reter amônia.

Em termos mais rigorosos, resulta evidente que nos casos de aplicação de adubo localizado, um número maior de coletores deveria situar-se entre os sulcos num sentido transversal, tanto como acima do sulco de adubação e na área de influência deles (linha de cana) para poder ter uma integração mais realista do processo de volatilização de amônia para a unidade de superfície referida.

4.3.3. VOLATILIZAÇÃO DE N-ORGÂNICO: ESTIMATIVA INDICADORA DO PROCESSO DE PERDA

Aproveitando a infraestrutura do experimento instalado, foi efetuado um teste indicativo indireto da volatilização de compostos nitrogenados orgânicos, além do registro da amônia volatilizada.

Em trabalhos efetuados em locais onde encontra-se resíduos orgânicos (estercos, etc.) em decomposição, tem sido detectada a presença de compostos orgânicos nitrogenados voláteis, tais como aminas e compostos heterocíclicos (ELLIOT *et alii*, 1971).

O fato de ter-se adicionado vinhaça neste experimento sugere que este fenômeno possa ter ocorrido.

A Tabela 26, apresenta os resultados da comparação analítica efetuada para o absorvedor correspondente ao tratamento de aquamônia da linha 11. Pode-se apreciar na análise efetuada que em termos de abundância isotópica e de massa, não existe diferença significativa quando efetuada a destilação direta utilizando NaOH=20N ou MgO. Quando efetuada uma digestão preliminar da solu

TABELA 26. Comparação analítica do N-NH₃ coletado pelo absorvedor de espuma cor-
respondente a linha 11 do tratamento de aquamônia.¹

Conc. 15N (at% ab.)	NaOH 20N			MgO			NaOH 20N							
	NaOH 20N			MgO			NaOH 20N							
	NVPF (%)	(mg)	(%)	NVPF (%)	(mg)	(%)	Conc. 15N (at% ab)	NVPF (%)	NVPS (mg)	Conc. 15N (at% ab)	NVPF (%)	NVPS (mg)		
3,935	84,8	346,9	15,2	62,2	3,900	84,0	333,0	16,0	63,4	3,439	73,0	385,5	27,0	142,6
±0,014					±0,008							±0,066		
NVPF + NVPS				409,1 ^b					396,4 ^b					528,1 ^a
C.V. (%)				14,1					8,3					2,3
D.M.S. (Tukey 0,05)														97,2

¹Valor médio de três repetições.

ção extraída do absorvedor, acompanhada por uma posterior destilação, foi observada diferença significativa num sentido quantitativo do N analisado. Em torno de 24% a mais de N foi coletado de origem orgânico.

Estes resultados de caráter indicativo, sugerem que a vinhaça estaria cumprindo um papel importante como fonte direta ou indireta do N potencialmente volatilizável, ainda mais relevante quando constitui uma fonte tanto de matéria orgânica, importante em termos energéticos para o "pool" microbiológico do solo, como de fertilizante nitrogenado.

Estudos mais específicos nesta área, poderiam revelar aspectos quantitativos de importância nas perdas gasosas do N aplicado e do N nativo do solo, seja por volatilização ou desnitrificação na presença de vinhaça "in natura".

5. CONCLUSÕES

A seguir, com base nos resultados obtidos, são apresentadas as conclusões do presente trabalho relativas ; aos sistemas coletores estudados, processo de volatilização do $N-NH_3$ e a metodologia.

5.1. DOS SISTEMAS COLETORES SEMI-ABERTOS ESTÁTICOS DE LÃ DE VIDRO E DE ESPUMA

- 5.1.1. A eficiência do $N-NH_3$ absorvido pelo sistema coletor em relação ao $N-NH_3$ total volatilizado, estimada experimentalmente em condições de casa-de-vegetação foi de 4,6% para o coletor de lã de vidro e de 53,6% para o coletor de espuma.
- 5.1.2. A eficiência de cada sistema coletor é um valor inerente ao sistema, e independente das condições experimentais (tipo de solo, por ex. de fonte nitrogenada, dose e forma de aplicação).

5.1.3. O coletor de lã de vidro é recomendado para uso em indicações de laboratório, devido a sua baixa sensibilidade, enquanto o coletor de espuma apresenta maior sensibilidade sendo mais apropriado para condições de campo.

5.2. DO PROCESSO DE VOLATILIZAÇÃO DE AMÔNIA

5.2.1. O processo de volatilização de $N-NH_3$ estimado pelo método de balanço com ^{15}N , em condições de casa-de-vegetação, mostrou um comportamento de caráter exponencial em relação as doses aplicadas para as duas fontes nitrogenadas (uréia e aquamônia) nos solos estudados (LVe e LRe).

5.2.2. Em condições de casa-de-vegetação, o processo de volatilização de $N-NH_3$, foi mais expressivo para a fonte aquamônia no solo LVe, em relação a fonte uréia no solo LRe.

- 5.2.3. Não houve diferença significativa na estimativa de volatilização de $N-NH_3$ efetuada por ambos coletores na cultura de cana-de-açúcar, acima do sulco de adubação, após trinta dias de incorporados os adubos (uréia e aquamônia) em condições de campo.
- 5.2.4. Em condições de campo, não houve diferença significativa de $N-NH_3$ volatilizada entre a fonte de uréia e aquamônia na dose de 100 kg N/ha utilizada, após trinta dias de incorporados os adubos. A estimativa no tratamento uréia foi de 10.7 kg N/ha, sendo 13.24 e 7.41 kg N/ha para o nitrogênio volatilizado proveniente do fertilizante (NVPF) e nitrogênio volatilizado proveniente do solo (NVPS), respectivamente. Para o tratamento aquamônia o total volatilizado, foi de 9.85 kg N/ha, na proporção de 1.75 e 8.10 kg N/ha para o NVPF e NVPS, respectivamente.

5.3. DE CARATER METODOLÓGICO

5.3.1. A análise de subamostras do absorvedor de es
puma e posterior ponderação para a massa to
tal, permitiu estabelecer uma metodologia
simplificada com reprodutibilidade para a
estimativa do $N-NH_3$ coletado.

6. BIBLIOGRAFIA

AMARAL SOBRINHO, N.M.; VELLOSO, A.C.; LEAL, J.R. & ROSIELLO, R.O. Desnitrificação e imobilização de nitrogênio em solo tratado com vinhaça. R.bras.Ci.Solo, 7:263-268 1983.

ANJOS, J.T. & TEDESCO, M.J. Perdas de nitrogênio por volatilização de amônia, proveniente da uréia aplicada em solos cultivados. In: Anais do XIV Congresso Brasileiro de Ciência do Solo, Porto Alegre, 1973.

ANJOS, J.T. & TEDESCO, M.J. Volatilização de amônia proveniente de dois fertilizantes aplicados em solos cultivados. Científica, Jaboticabal, 4(1):49-55, 1976.

BEAUCHAMP, E.G.; KIDD, G.E.; THURTELL, G.W. Ammonia volatilization from sewage sludge applied in the field. J. Environ. Qual., Maryland, 7:141-146, 1978.

BOUWMEESTER, R.J.B. & VLEK, P.L. Wind-tunnel simulation and assessment of ammonia volatilization from ponded. Agron. J., Madison, 73:546-552, 1981.

BOUWMEESTER, R.J.; VLEK, P.L.; STUMPE, J.M. Effect of environmental factors on ammonia volatilization from urea-fertilized soil. Soil Sci. Soc. Am. J., Madison, 49:376-381, 1985.

BRAMAN, R.S.; SHELLEY, T.J.; McCLENNY, W.A. Tungstic acid for preconcentration and determination of gaseous and particulate ammonia and nitric acid in ambient air. Anal. Chem., Washington, 54:358-364, 1982.

BREMNER, J.M. & EDWARDS, A.P. Determination and isotope-ratio analysis of different forms of nitrogen in soils. I. Apparatus and procedure for distillation and determination of ammonium. Soil Sci. Soc. Am. Proc., Madison, 29:504-7, 1965.

BREMNER, J.M. Total nitrogen. In: Black, C.A. et alii, eds. Methods of Soil Analysis. Madison, American Society of Agronomy. 1965a. Part 2, p. 1149-1178.

- BREMNER, J.M. Inorganic forms of nitrogen. In: Black, C.A. et alii, eds. Methods of Soil Analysis. Madison, American Society of Agronomy. 1965b. Part 2. p.1179-1237.
- BREMNER, J.M. & DOUGLAS, L.A. Decomposition of urea phosphate in soils. Soil Sci. Soc. Am. Proc., Madison, 35: 575-578, 1971.
- BREMNER, J.M. & BLACKMER, A.M. Terrestrial nitrification as a source of atmospheric nitrous oxide. In: Delwiche, C.C., ed. Denitrification, nitrification and atmospheric nitrous oxide. New York, John Wiley & Sons, 1981. Cap.8, p.151-170.
- CARTER, J.N.; BENNETT, O.L.; PEARSON, R.W. Recovery of fertilizer nitrogen under field conditions using nitrogen-15. Soil Sci. Soc. Am. Proc., Madison, 31:50-56, 1967.
- CONNELL, J.H.; MEYER, R.D.; MEYER, J.L.; CARLSON, R.M. Gaseous ammonia losses following nitrogen fertilization. Calif. Agric., Richmond, 33:11-12, 1979.
- CHAO, T.T. & KROONTJE, W. Relationships between ammonia volatilization, ammonia concentration and water evaporation. Soil Sci. Soc. Amer. Proc., Madison, 28:393-395, 1964.

- CHIN, W. & KROONTJE, W. Urea hydrolysis and subsequent loss of ammonia. Soil Sci. Soc. Am. Proc., Madison, 27:316-318, 1963.
- CHITOLINA, J.C. & BOARETTO, A.E. Determinação de perdas de amônia por volatilização: Emprego de uma câmara em equilíbrio de pressão com o ar exterior. In: Anais da IX Jornada Científica da Associação dos Docentes do Campus de Botucatu-UNESP, Botucatu, SP, 1979.
- CRASSWELL, E.T. & VLEK, P.L.G. Fate of fertilizer nitrogen applied to wetland rice. In: Freney, J.R. & Simpson, J.R., ed. Gaseous loss of nitrogen from plant-soil systems. Developments in plant and soil sciences. Vol. 9, Netherlands, Martinus Nijhoff/Dr. W. Junk Publishers, 1983, Cap. 10, p.237-258.
- DENMEAD, O.T.; SIMPSON, J.R.; FRENEY, J.R. Ammonia flux into the atmosphere from a grazed pasture, Science, Washington, 185:609-10, 1974.
- DENMEAD, O.T.; FRENEY, J.R.; SIMPSON, J.R. A closed ammonia cycle within a plant canopy. Soil Biol. Biochem., Oxford, 8:161-4, 1976.

DENMEAD, O.T.; SIMPSON, J.R.; FRENEY, J.R. A direct field measurement of ammonia emission after injection of anhydrous ammonia. Soil Sci. Soc. Am. J., Madison, 41: 1001-1004, 1977.

DENMEAD, O.T.; NIELSEN, R.; THURTELL, G.W. Ammonia exchange over a corn crop. Soil Sci. Soc. Am. J., Madison, 42:840-2, 1978.

DENMEAD, O.T.; FRENEY, J.R.; SIMPSON, J.R. Atmospheric dispersion of ammonia during application of anhydrous ammonia fertilizer. J. Environ. Qual., Maryland, 11:568-72, 1982a.

DENMEAD, O.T.; FRENEY, J.R.; SIMPSON, J.R. Dynamics of ammonia volatilization during furrow irrigation of maize. Soil Sci. Soc. Am. J., Madison, 46:149-55, 1982b.

DENMEAD, O.T. Micrometeorological methods for measuring gaseous losses of nitrogen in the field. In: Freney, J. R. & Simpson, J.R., ed. Gaseous loss of nitrogen from plant-soil systems. Developments in plant and soil Sciences. Vol.9. Netherlands, Martinus Nijhoff/ Dr. W. Junk Publishers, 1983. cap. 5, p.133-157.

DU PLESSI, M.C.F. & KROONTJE, W. The relationship between pH and ammonia equilibria in soil. Soil Sci. Soc. Am. Proc., Madison, 28:751-754, 1964.

ELLIOTT, L.F.; SCHUMAN, G.E. & VIETS, F.G. Volatilization of Nitrogen-containing compounds from beef cattle areas. Soil Sci. Soc. Amer. Proc., Madison, 35:752-55, 1971.

ERNST, J.W. & MASSEY, H.F. The effects of several factors on volatilization of ammonia formed from urea in the soil. Soil Sci. Soc. Am. Proc., Madison, 24:87-90, 1960.

FENN, L.B. & KISSEL, D.E. Ammonia volatilization from surface applications of ammonium compounds on calcareous soils. I. General Theory. Soil Sci. Soc. Amer. Proc. Madison, 37:855-859, 1973a.

FENN, L.B. & KISSEL, D.E. Ammonia volatilization from surface applications of ammonium compounds on calcareous soils. II. Effects of temperature and rate of ammonium nitrogen application. Soil Sci. Soc. Amer. Proc. Madison, 38:606-609, 1974.

FILLERY, I.R. & De DATTA, S.K. Ammonia volatilization from nitrogen sources applied to rice fields. I. Methodology, ammonia fluxes, and nitrogen-15 loss. Soil Sci. Soc. Am. J., Madison, 50:80-86, 1986.

HARGROVE, W.L.; KISSEL, D.E.; FENN, L.B. Field measurements of ammonia volatilization from surface applications of ammonium salts to a calcareous soil. Agron. J. Madison, 69:473-476, 1977.

HARGROVE, W.L. & KISSEL, D.E. Ammonia volatilization from surface applications of urea in the field and laboratory. Soil Sci. Soc. Am. J., Madison, 43:359 - 363, 1979.

HILTBOLD, A.E. & ADAMS, F. Effect of nitrogen volatilization on soil acidity changes due to applied nitrogen. Soil Sci. Soc. Amer. Proc. Madison, 24:45-47, 1960.

HOFF, J.D.; NELSON, D.W., SUTTON, A.L. Ammonia volatilization from liquid swine manure applied to cropland. J. Environ. Qual., Maryland, 10(1):90-95, 1981.

JEWITT, T.N. Loss of ammonia from ammonium sulfate applied to alkaline soils. Soil Sci., Baltimore, 54:401-409, 1942.

KEENEY, D. & D. NELSON. Nitrogen-inorganic forms. In: Methods of soil analysis - Part 2, Black, C.A. ed. Madison, Am. Soc. Agr. 1982.

KISSEL, D.E.; BREWER, H.L.; ARKIN, G.F. Design and test of a field samples for ammonia volatilization. Soil Sci. Soc. Am. J., Madison, 41:1133-1138, 1977.

LARSEN, S. & GUNARY, E. Ammonia loss from ammoniacal fertilizers applied to calcareous soils. J. Sci. Food Agric., Washington, 13:566-572, 1962.

MARSHALL, V.G. & DEBELL, D.S. Comparison of four methods of measuring volatilization losses of nitrogen following urea fertilization of forest soils. Can. J. Soil Sci., Ottawa, 60:549-563, 1980.

MARTIN, J.P. & CHAPMAN, H.D. Volatilization of ammonia from surface fertilized soils. Soil Sci., Baltimore, 71:25-34, 1951.

MEYER, R.D.; OLSON, R.A.; RHOADES, H.F. Ammonia losses from fertilized Nebraska soils. Agron. J., Madison, 53:241-244, 1961.

MILLS, H.A.; BARKER, A.V.; MAYNARD, D.N. Ammonia volatilization from soils. Agron. J., Madison, 66:355-358, 1974.

MORAES, S.O. Influência da vermiculita expandida no balanço hídrico na produção de uma cultura de arroz (Oryza sativa L.) em casa-de-vegetação. Piracicaba, 1985, 127p. (Mestrado-Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz"/USP).

NÖMMIK, H. Assessment of volatilization loss of ammonia from surface-applied urea on forest soil by N¹⁵ recovery. Plant Soil, The Hague, 38:589-603, 1973a.

NÖMMIK, H. The effect of pellet size on the ammonia loss from urea applied to forest soil. Plant and Soil, The Hague, 39:309-318, 1973b.

OVERREIN, L.N. & MOE, P.G. Factors affecting urea hydrolysis and ammonia volatilization in soil. Soil Sci. Soc. Amer. Proc., Madison, 31:57-61, 1967.

OVERREIN, L.N. Lysimeter studies in tracer nitrogen in forest soil. I. Nitrogen losses by leaching and volatilization after addition of urea-¹⁵N. Soil Sci., Baltimore, 106:280-290, 1968.

OVERREIN, L.N. Lysimeter studies on tracer nitrogen in forest soil. II. Comparative losses of nitrogen through leaching and volatilization after addition of urea-ammonium-and nitrate-¹⁵N. Soil Sci., Baltimore, 107:149-159, 1969.

PRASAD, M. Gaseous loss of ammonia from sulfur-coated urea, ammonium sulfate, and urea applied to calcareous soil (pH 7.3). Soil Sci. Soc. Am. J., Madison, 40:130-134, 1976.

RAO, D.L. & BATRA, L. Ammonia volatilization from applied nitrogen in alkali soils. Plant and Soil, The Hague, 70:219-228, 1983.

RODRIGUES, M.B. Volatilização, distribuição e nitrificação da amônia proveniente da ureia aplicada em amostras de solo. Piracicaba, 1983. 84 p (Mestrado-Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz"/USP).

ROLSTON, D.E. Nitrous oxide and nitrogen gas production in fertilizers loss. In: Delwiche, C.C., ed. Denitrification, nitrification, and atmospheric nitrous oxide. New York, John Wiley & Sons, 1981. cap. 7 , p.127-149.

SNEDECOR, G.W. & COCHRAN, W.G. Statistical Methods. 6th ed. Amer. Iowa, Iowa State University Press, 1973 , 593p.

STUMPE, J.M.; VLEK, P.L.G.; LINDSAY, W.L. Ammonia volatilization from urea and urea phosphates in calcareous soils. Soil Sci. Soc. Am. J., Madison, 48:921-927, 1984.

TERMAN, G.L. & HUNT, C.M. Volatilization losses of nitrogen from surface-applied fertilizers, as measured by crop response. Soil Sci. Soc. Am. Proc., Madison , 28:667-672, 1964.

TERMAN, G.L. Volatilization losses of nitrogen as ammonia from surface-applied fertilizers, organic amendments and crop residues. Adv. Agron., Alabama, 31: 189-223, 1979.

- TRIVELIN, P.C.; SALATI, E.; MATSUI, E. Preparo de amostras para análise de ^{15}N por espectrometria de massa. Piracicaba, Imp. CENA, Boletim técnico nº 2, 4lp.
- VOLK, G. Volatile loss of ammonia following surface application of urea to turf or bare soils. Agron. J., Madison, 51:746-749, 1959.
- VOLK, G. Gaseous loss of ammonia from prilled urea applied to slash pine. Soil Sci. Soc. Am. Proc., Madison, 34:513-516, 1970.
- VLEK, P.L. & CRASWELL, E.T. Effect of nitrogen source and management on ammonia volatilization losses from flooded rice-soil systems. Soil Sci. Soc. Am. J., Madison, 43:352-8, 1979.
- WAGNER, G.H. & SMITH, G.E. Nitrogen losses from soils fertilized with different nitrogen carriers. Soil Sci. Baltimore, 85:125-129, 1957.
- WAHHAB, A.; KHAN, M.; ISHAG, M. Nitrification of urea and its loss through volatilization of ammonia under different soil conditions. J. Agric. Sci., Cambridge, 55:47-51 1960.

WATKINS, S.H.; STRAND, R.F.; DEBELL, D.S.; ESCH JR., J.

Factors influencing ammonia losses from urea applied to North western forest soils. Soil Sci. Soc. Amer. Proc., Madison, 36:354-357, 1972.

WILLIS, W.H. & STURGIS, M.B. Loss of nitrogen from flooded soil as affected by changes in temperature and reaction. Soil Sci. Soc. Proc. , Madison, 9:106-113, 1944.

APÉNDICE 1

APÊNDICE I

CALIBRAÇÃO DO MACRODESTILADOR KJELDAHL PARA ANÁLISE DE N MINERAL TOTAL ($N-NH_4^+ + NO_3^-$) EM AMOSTRAS ENRIQUECIDAS COM ^{15}N .

Como o N inorgânico equivale a pequena fração (<2.0%) do N total do solo (KEENEY & NELSON, 1982) esse efeito representa um sério problema quando posteriormente se deseja analisar as amostras por espectrometria de massa para determinação de abundância de ^{15}N , devido a limitações de quantidade de amostra requerida para a análise (0,5 a 1 mg de N).

Uma forma de contornar o problema reside em destilar uma amostra grande de solo (50-100 g de solo seco ao ar) usando um macrodestilador e reagindo com MgO e Liga Devarda (método Kjeldahl)..

Foi preciso efetuar alguns testes para determinar alguns parâmetros metodológicos:

1. *Reprodutibilidade de análise de uma solução padrão de $(^{15}NH_4)_2SO_4 + KNO_3$ contendo 3 mg N/ml)*
2. *Observar eventual contaminação isotópica quando se ana*

lisam separadamente a fração amoniacal da nítrica.

3. Intercalibração com uma amostra de solo padrão.
4. Determinar tempo, velocidade de destilação e volume de destilado, necessários para não produzir problemas de fracionamento isotópico.

1. Reprodutibilidade de análise e volume de destilação mí
nimo

Solução padrão: $(^{15}\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 + \text{KNO}_3$ contendo 1500 ppm de N-NH_4^+ com 5,56 at.% ab. ^{15}N aproximadamente e, 1500 ppm N-NO_3^- com abundância natural.

Valor de N do sistema "background"

0,12±0,02 mg N (média de 3 repetições)

Este valor foi descontado em todas as análises efetuadas.

A Tabela 1.1. mostra o resultado das análises de 1ml da solução padrão para recuperação de N mineral total considerando diferentes volumes de destilação.

TABELA 1.1. Análise de N-(NH₄⁺ + NO₃⁻) e abundância ¹⁵N da solução padrão para diferentes volumes destilados.^{a/}

Destilado	N-(NH ₄ ⁺ + NO ₃ ⁻)	Concentração ¹⁵ N
	(mg/ml)	(at. % ab.)
300	2,93±0,03	2,941±0,020
200	2,97±0,00	2,950±0,056
150	2,94±0,03	2,918±0,011
100	2,83±0,03	2,954±0,026

a/ Médias ±s de três repetições.

O valor de abundância reflete a diluição isotópica quando coletado amônia e nitrato juntos. Percebe-se uma menor recuperação de N quando destilados 100 ml, embora não se observe alteração significativa no valor de abundância.

2. Recuperação Parcial da Fração $N-NH_4^+$ e $N-NO_3^-$

Primeiro é destilado o padrão com MgO para coletar $N-NH_4^+$ e logo adicionado Liqa Devarda para recuperar $N-NO_3^-$. Foi destilado um volume de 200 ml (Tabela 1.2).

TABELA 1.2. Recuperação parcial de N da solução padrão^{a/}

Amostra	$N-NH_4^+$ (mg/ml)	Conc. ^{15}N (at.%ab.)	$N-NO_3^-$ (mg/ml)	Conc. ^{15}N (at.%ab.)	N total (mg/ml)
1	1,31	5,367	1,49	0,799	2,80
2	1,42	5,476	1,49	0,431	2,91
3	1,42	5,492	1,49	0,519	2,91
$\bar{m} \pm s$	$1,38 \pm 0,06$	$5,445 \pm 0,068$	$1,49 \pm 0,00$	$0,583 \pm 0,192$	$2,87 \pm 0,06$
CV%	4,3	1,25	-	32,96	2,10

a/ volume destilado: 150ml

Aprecia-se que a fração nitrato aparece contaminada, dado que o valor esperado de abundância natural seria de 0,370%. O nível de precisão baixo está indicando este problema. A separação destas duas frações deve ser mais estudada para melhorar as análises, seja aumentando o volume destilado de cada fração e/ou deixando resfriar a amostra entre a análise de uma e outra fração.

3. *Intercalibração com um solo padronizado - Solo Terra Roxa estruturada (Oxipaleodolf) de camada 0-20 cm.*

Na Tabela 1.3. comparam-se os valores de N mineral total obtidos de análises feitas por dois macrodestiladores diferentes.

TABELA 1.3. Análise comparativa de N mineral total do solo
Terra Roxa estruturada.

nº amostra	<u>Lab. variação Natural</u> ^a ppm	Testado ^b
Macrodestilador		
1	26,2	26,4
2	26,4	26,8
3	26,8	27,6
4	27,8	28,2
5	26,4	29,0
6	28,4	29,8
$\bar{m} \pm s$	27,0 ± 0,9	27,9 ± 1,3
CV%	3,3	4,6

a/ volume destilado: 300ml

b/ volume destilado: 200ml

Embora seja levemente superior a precisão com 300ml de destilado, não é significativa a diferença observada.

4. *Velocidade de Destilação: 8 ml/min*
Tempo destilação 200 m : 25 minutos
Tempo aquecimento amostra: 15 minutos
Tempo total análise: 40 minutos

Isto permite concluir que em um dia de trabalho, é possível efetuar 10 amostras.

APÊNDICE 2

APÊNDICE 2.1. Nitrogênio total (N), concentração de ¹⁵N (at.%ab.) e nitrogênio do solo prov.do fert.(NSPF) de cada prof. e do resto do vaso (R.v) para os 5 trat.com doses diferentes de uréia 2,711 átomos % ¹⁵N.¹

Tratamento	Profundidade (cm)	Tubo de PVC (A)					Resto de Vaso (B)					A + B
		N		Conc ¹⁵ N	NSPF		N		Conc ¹⁵ N	NSPF		NSPF
		(%)	(mg)	(at%ab)	(%)	(mg)	(%)	(mg)	(at%ab)	(%)	(mg)	(mg)
A	0-6,5	0,032	253,4	0,369	-	-	-	-	-	-	-	-
	6,5-16,0	0,046	531,8	0,366	-	-	0,046	6376,5	0,432	(2,6)	165,8	304,1
	16,0-25,5	0,044	508,6	1,008	(27,2)	138,3	-	-	-	-	-	-
B	0-6,5	0,042	332,6	0,373	-	-	-	-	-	-	-	-
	6,5-16,0	0,031	358,4	0,370	-	-	0,048	6652,8	0,458	(3,7)	246,2	362,8
	16,0-25,5	0,041	474,0	0,946	(24,6)	116,6	-	-	-	-	-	-
C	0-6,5	0,045	356,4	0,371	-	-	-	-	-	-	-	-
	6,5-16,0	0,043	497,1	0,377	-	-	0,049	6792,4	0,440	(2,9)	197,0	325,2
	16,0-25,5	0,059	682,0	0,810	(18,8)	128,2	-	-	-	-	-	-
D	0-6,5	0,035	277,2	0,366	-	-	-	-	-	-	-	-
	6,5-16,0	0,034	393,0	0,367	-	-	0,047	6515,1	0,440	(2,9)	188,9	293,1
	16,0-25,5	0,046	531,8	0,847	(19,6)	104,2	-	-	-	-	-	-
Méd./σ		(22,6) 121,8±7,4					(3,0) 199,5±16,9 321,3±15,4					
A	0-6,5	0,047	372,2	0,368	-	-	-	-	-	-	-	-
	6,5-16,0	0,047	541,3	0,376	-	-	0,048	6652,8	0,485	(4,9)	326,0	484,0
	16,0-25,5	0,056	647,4	0,943	(24,4)	158,0	-	-	-	-	-	-
B	0-6,5	0,043	340,6	0,373	-	-	-	-	-	-	-	-
	6,5-16,0	0,041	474,0	0,382	-	-	0,049	6792,4	0,465	(4,0)	271,7	454,5
	16,0-25,5	0,063	728,3	0,959	(25,1)	182,8	-	-	-	-	-	-
C	0-6,5	0,045	356,4	0,373	-	-	-	-	-	-	-	-
	6,5-16,0	0,038	439,3	0,382	-	-	0,042	5822,0	0,459	(3,8)	221,2	449,6
	16,0-25,5	0,065	751,4	1,082	(30,4)	228,4	-	-	-	-	-	-
D	0-6,5	0,042	332,6	0,375	-	-	-	-	-	-	-	-
	6,5-16,0	0,050	578,0	0,371	-	-	0,046	6376,5	0,454	(4,9)	312,4	549,3
	16,0-25,5	0,074	855,4	1,020	(27,7)	236,9	-	-	-	-	-	-
Méd./σ		(26,9) 201,5±18,7					(4,4) 182,8±23,6 464,4±22,9					
A	0-6,5	0,047	372,2	0,377	-	-	-	-	-	-	-	-
	6,5-16,0	0,045	520,2	0,377	-	-	0,054	7485,5	0,542	(7,3)	546,4	802,7
	16,0-25,5	0,072	832,3	1,091	(30,8)	256,3	-	-	-	-	-	-
B	0-6,5	0,041	324,7	0,373	-	-	-	-	-	-	-	-
	6,5-16,0	0,044	508,6	0,395	(1,0)	5,1	0,048	6652,8	0,512	(6,0)	399,2	699,8
	16,0-25,5	0,071	820,8	1,213	(36,0)	295,5	-	-	-	-	-	-
C	0-6,5	0,035	277,2	0,373	-	-	-	-	-	-	-	-
	6,5-16,0	0,041	474,0	0,379	-	-	0,042	5822,0	0,495	(5,3)	308,6	551,3
	16,0-25,5	0,065	751,4	1,127	(32,3)	242,7	-	-	-	-	-	-
D	0-6,5	0,041	324,7	0,378	-	-	-	-	-	-	-	-
	6,5-16,0	0,041	474,0	0,369	-	-	0,046	6376,5	0,510	(5,9)	376,2	659,0
	16,0-25,5	0,088	1017,3	1,021	(27,8)	282,8	-	-	-	-	-	-
Méd./σ		(32,0) 270,6±13,0					(6,1) 407,6±50,1 678,2±52,0					
A	0-6,5	0,045	356,4	0,370	-	-	-	-	-	-	-	-
	6,5-16,0	0,047	541,3	0,393	(0,9)	4,9	0,047	6515,1	0,544	(7,4)	481,1	747,5
	16,0-25,5	0,067	774,5	1,176	(34,4)	266,4	-	-	-	-	-	-
B	0-6,5	0,045	356,4	0,375	-	-	-	-	-	-	-	-
	6,5-16,0	0,044	508,6	0,380	(0,7)	3,6	0,047	6415,1	0,550	(7,6)	495,1	772,4
	16,0-25,5	0,067	774,5	1,209	(35,8)	277,3	-	-	-	-	-	-
C	0-6,5	0,039	308,9	0,371	-	-	-	-	-	-	-	-
	6,5-16,0	0,044	508,6	0,379	-	-	0,046	6376,5	0,555	(7,9)	503,3	781,8
	16,0-25,5	0,066	763,0	1,226	(36,5)	278,5	-	-	-	-	-	-
D	0-6,5	0,038	301,0	0,374	-	-	-	-	-	-	-	-
	6,5-16,0	0,044	508,6	0,384	(0,6)	3,1	0,051	7069,6	0,480	(4,7)	332,3	608,0
	16,0-25,5	0,067	774,5	1,203	(35,6)	275,7	-	-	-	-	-	-
Méd./σ		(36,1) 277,4±2,1					(6,9) 452,9±40,5 727,4±40,5					
A	0-6,5	0,040	316,0	0,370	-	-	-	-	-	-	-	-
	6,5-16,0	0,036	416,2	0,377	-	-	0,046	6376,5	0,540	(7,2)	465,5	715,9
	16,0-25,5	0,069	797,6	1,106	(31,4)	250,4	-	-	-	-	-	-
B	0-6,5	0,044	348,5	0,366	-	-	-	-	-	-	-	-
	6,5-16,0	0,045	520,2	0,388	(0,7)	3,6	0,048	6652,8	0,611	(10,3)	685,3	996,0
	16,0-25,5	0,070	809,2	1,269	(38,4)	310,7	-	-	-	-	-	-
C	0-6,5	0,039	308,9	0,370	-	-	-	-	-	-	-	-
	6,5-16,0	0,038	439,3	0,377	-	-	0,039	5406,2	0,637	(11,4)	616,3	876,3
	16,0-25,5	0,065	751,4	1,180	(34,0)	260,0	-	-	-	-	-	-
D	0-6,5	0,041	344,7	0,378	-	-	-	-	-	-	-	-
	6,5-16,0	0,038	439,3	0,372	-	-	0,042	5822,0	0,551	(7,7)	448,3	722,6
	16,0-25,5	0,068	786,1	1,180	(34,9)	274,3	-	-	-	-	-	-
Méd./σ		(35,0) 284,9±22,0					(9,2) 553,9±57,8 827,1±67,2					

1. valores médios de duas repetições

APÊNDICE 2.2. Nitrogênio total (N), concentração de ^{15}N , nitrogênio do solo proveniente do fertilizante (NSPF) e nitrogênio volatilizado proveniente do fertilizante (NVPF) no solo LVE.¹

Tratamento fonte (kg N/ha)	nº vaso	N		Conc. ^{15}N		NSPF ^{2/}		NVPF ^{3/}	
		(%)	(mg/vaso)	(at. %ab.)	(%)	(mg/vaso)	(%)	(mg/vaso)	
100	1	0,088	2464	1,054	49,3	1215	13,6	194	
	2	0,087	2436	1,066	50,1	1220	13,4	189	
	3	0,085	2380	1,056	49,4	1176	16,5	233	
	4	0,104	2912	1,169	57,9	1686	16,5	334	
	5	0,104	2912	1,147	56,3	1639	18,9	381	
	6	0,108	3024	1,114	54,0	1633	19,2	387	
200	7	0,109	3052	1,214	60,8	1856	34,1	962	
	8	0,116	3248	1,208	60,4	1962	30,4	856	
	9	0,117	3276	1,218	61,1	2002	29,0	816	
100	10	0,096	2688	1,205	44,7	1202	16,6	240	
	11	0,095	2660	1,211	45,0	1197	17,0	245	
	12	0,095	2660	1,301	50,0	1330	7,8	112	
AQUAMÔNIA	13	0,097	2716	1,328	51,3	1393	33,3	696	
	14	0,096	2576	1,328	51,3	1321	36,8	768	
	15	0,099	2772	1,284	48,9	1356	35,1	733	
200	16	0,108	3024	1,403	55,3	1672	42,2	1222	
	17	0,113	3164	1,447	57,6	1822	37,0	1072	
	18	0,119	3332	1,478	59,3	1976	31,7	918	
CONTROLE	37	0,048	1344	-	-	-	-	-	
	38	0,050	1400	-	-	-	-	-	

1/ Valor médio de duas repetições

2/ Valor relativo ao N total do solo

3/ Valor relativo ao N aplicado ao solo

APÊNDICE 2.3. Nitrogênio total (N), concentração de ¹⁵N, nitrogênio do solo proveniente do fertilizante (NSPF) e nitrogênio volatilizado proveniente do fertilizante (NVPF) no solo LRe.¹

Tratamento fonte (kg K/ha)	nº vaso	N		Conc. ¹⁵ N (at. % ab.)		NSPF ^{2/}		NVPF ^{3/}	
		(%)	(mg/vaso)	(%)	(at. % ab.)	(%)	(mg/vaso)	(%)	(mg/vaso)
100	19	0,160	4797	0,746	0,746	26,9	1290	8,4	119
	20	0,155	4645	0,750	0,750	27,2	1263	10,4	146
	21	0,162	4857	0,755	0,755	27,5	1336	5,2	73
150	22	0,177	5306	0,846	0,846	34,1	1809	10,4	211
	23	0,177	5306	0,850	0,850	34,4	1825	9,7	195
	24	0,181	5426	0,855	0,855	34,8	1888	6,5	132
200	25	0,188	5636	0,939	0,939	40,9	2305	18,2	513
	26	0,187	5606	0,964	0,964	42,7	2394	15,0	424
	27	0,200	5995	0,968	0,968	43,0	2578	8,5	240
100	28	0,156	4677	0,857	0,857	25,9	1211	16,0	231
	29	0,140	4197	0,875	0,875	26,9	1129	21,7	313
	30	0,150	4497	0,856	0,856	25,9	1165	19,2	277
150	31	0,167	5007	0,985	0,985	32,8	1642	21,4	447
	32	0,174	5217	0,976	0,976	32,3	1685	19,3	404
	33	0,168	5037	1,013	1,013	34,3	1728	17,3	361
200	34	0,185	5546	1,104	1,104	39,2	2174	24,9	720
	35	0,185	5546	1,119	1,119	40,0	2218	23,4	676
	36	0,185	5546	1,133	1,133	40,7	2257	22,0	637
CONTROLE	39	0,109	3268	-	-	-	-	-	-
	40	0,110	3298	-	-	-	-	-	-

1/ Valor médio de duas repetições

2/ Valor relativo ao N total do solo

3/ Valor relativo ao N aplicado ao solo

APÊNDICE 2.4. Nitrogênio volatilizado absorvido (Nva), nitrogênio volatilizado proveniente do fertilizante (NVaPF) e nitrogênio volatilizado absorvido proveniente do solo (NVaPS) pelo coletor de lâ de vidro no solo Lve.¹

Tratamento		nº vaso	Nva (mg)	Conc. ¹⁵ N (at. % ab.)	NVaPF		NVaPS	
Fonc.	Dose (kg N/ha)				(%)	(mg)	(%)	(mg)
100		1	9,26	1,749	99,4	9,17	0,6	0,06
		2	10,89	1,740	98,8	10,75	1,2	0,14
		3	7,82	1,745	99,1	7,75	0,9	0,07
		4	6,67	1,732	98,2	6,55	1,8	0,12
		5	13,52	1,741	98,8	13,36	1,2	0,16
		6	14,38	1,738	98,6	14,18	1,4	0,20
200		7	31,19	1,765	100,6	31,19	-	-
		8	17,01	1,762	100,4	17,01	-	-
		9	15,06	1,763	100,4	15,06	-	-
100		10	35,58	2,162	95,9	34,12	4,1	1,46
		11	10,41	2,099	92,6	9,64	7,4	0,77
		12	12,08	2,083	91,7	11,08	8,3	1,00
150		13	22,42	2,151	95,3	21,37	4,7	1,05
		14	144,28	2,207	98,3	141,83	1,7	2,45
		15	78,00	2,198	97,9	76,36	2,1	1,64
200		16	101,34	2,205	98,2	99,52	1,8	1,82
		17	12,62	2,114	93,4	11,79	6,6	0,83
		18	10,48	2,096	92,4	9,68	7,6	0,80
CONTROLE		37	0,36	-2/	-	-	100,0	0,36
		38	0,13	-2/	-	-	100,0	0,13

2/ Valores sem repetição: destilação direta após a extração de N-NH₃ da lâ de vidro

3/ Sem gás suficiente para análise isotópica

APÊNDICE 2.5. Nitrogênio volatilizado absorvido (NVA), nitrogênio volatilizado proveniente do fertilizante (NVaPF), nitrogênio volatilizado absorvido proveniente do solo (NVaPS) pelo coletor de lâ de vidro no solo IRe.

TRATAMENTO		nº vaso	NVA		Conc. ¹⁵ N		NVaPF		NVaPS	
Fonte	Dose (kg N/ha)		(mg)	(%)	(at. % ab.)	(%)	(mg)	(%)	(mg)	(%)
100		19	6,06	99,3	1,748	99,3	6,02	0,7	0,04	0,01
		20	10,45	99,9	1,756	99,9	10,44	0,1	0,01	0,01
		21	8,33	100,1	1,759	100,1	8,33	-	-	-
		22	10,01	95,7	1,697	95,7	9,58	4,3	0,43	0,43
		23	11,63	96,2	1,704	96,2	11,19	3,8	0,44	0,44
		24	11,22	94,8	1,685	94,8	10,64	5,2	0,58	0,58
150	URÉIA	25	20,51	97,3	1,720	97,3	19,96	2,7	0,55	0,55
		26	16,70	97,2	1,718	97,2	16,23	2,8	0,47	0,47
		27	14,59	97,4	1,721	97,4	14,24	2,4	0,35	0,35
100		28	8,34	95,8	2,159	95,8	7,99	4,2	0,35	0,35
		29	9,73	95,9	2,162	95,9	9,33	4,1	0,40	0,40
		30	14,65	97,8	2,196	97,8	14,33	2,2	0,32	0,32
150	ACELAMÔNIA	31	13,33	97,5	2,192	97,5	13,00	2,5	0,33	0,33
		32	106,47	99,7	2,232	99,7	106,15	0,3	0,32	0,32
		33	12,98	97,6	2,176	97,6	12,67	2,4	0,31	0,31
200		34	19,17	96,1	2,166	96,1	18,42	3,9	0,75	0,75
		35	21,09	96,9	2,181	96,9	20,44	3,1	0,65	0,65
		36	19,10	95,8	2,159	95,8	18,30	4,2	0,80	0,80
CONTROLE		39	0,23	-	-	-	-	100,0	0,23	0,23
		40	0,30	-	-	-	-	100,0	0,30	0,30

1/ Valores sem repetição: destilação direta após extração de N-NH₃ da lâ de vidro

2/ sem gás para análise isotópica

APÊNDICE 2.6. Nitrogênio total (N), concentração de ^{15}N , nitrogênio do solo proveniente do fertilizante (NSPF) e nitrogênio volatilizado total proveniente do fertilizante (NVPF) no solo IVE.¹

Tratamento (kg N/ha)	N ^o Caixa	N		Conc. ^{15}N		NSPF ^{2/}		NVPF ^{3/}	
		(%)	(g/caixa)	(at%ab)	(g/caixa)	(%)	(g/caixa)	(%)	(g/caixa)
100	1	0,088	24,6	0,721		6,2		1,2	
	3	0,083	23,2	0,768		6,6		0,8	
	5	0,065	18,2	0,865		6,5		0,9	
	$\bar{m} \pm s/\sqrt{n}$	0,079 $\pm 0,007$	22,0 $\pm 2,0$	0,785 $\pm 0,042$		29,8 $\pm 0,1$		13,1 $\pm 0,1$	
100 Aquamônia	2	0,062	17,4	0,951		5,4		2,0	
	6	0,054	15,1	0,894		4,2		3,2	
	$\bar{m} \pm s/\sqrt{n}$	0,058 $\pm 0,004$	16,3 $\pm 1,2$	0,923 $\pm 0,028$		29,6 $\pm 0,6$		35,1 $\pm 0,6$	
Controle Uréia	7	0,063	17,6	0,841		33,9		18,9	
	8	0,042	11,8	0,895		28,1		55,4	
	$\bar{m} \pm s/\sqrt{n}$	0,052 $\pm 0,004$	14,7 $\pm 2,9$	0,868 $\pm 0,026$		31,0 $\pm 0,6$		37,1 $\pm 0,6$	

1/ valores médios de duas repetições

2/ valor relativo ao conteúdo de N total do solo

3/ valor relativo do N aplicado

APÊNDICE 2.7. Nitrogênio volatilizado absorvido (NVA), nitrogênio proveniente do fertilizante (NVaPF), proveniente do solo (NVaPS) e nitrogênio absorvido proveniente da atmosfera (NaPA).¹

Tratamento	Absorvedor		NVA (mg)	¹⁵ N Conc. atôab		NVaPF		NVaPS		NaPA	
	Caixa	Posição		(%)	(mg)	(%)	(mg)	(%)	(mg)	(%)	(mg)
URÉIA	1	II	368,2	1,577	87,0	320,3	13,0	47,9	-	-	-
		I	19,9	0,539	12,1	2,4	-	-	87,9	17,5	-
	3	II	560,6	1,591	88,0	493,3	12,0	67,3	-	-	-
		I	23,3	0,540	12,2	2,8	-	-	87,8	20,5	-
	5	II	450,0	1,596	88,4	397,8	11,6	52,2	-	-	-
		I	11,5	0,548	12,8	1,5	-	-	87,2	10,0	-
AQUAMÔNIA	II		459,6	1,588	87,8	403,8	12,2	55,8	-	-	-
			±56,0	±0,006		±50,2		±5,9	-	-	-
	I		18,2	0,542	12,4	2,2	-	-	87,6	16,0	-
			± 3,5	±0,003		± 0,4		±3,1	-	-	-
2	II	1550,8	2,101	92,7	1437,6	7,3	113,2	-	-	-	
	I	14,3	0,535	8,8	1,3	-	-	91,2	13,0	-	
6	II	2254,4	2,123	93,8	2114,6	6,2	139,8	-	-	-	
	I	15,3	0,566	10,4	1,6	-	-	89,6	13,7	-	
AQUAMÔNIA	II		1902,6	2,112	93,3	1776,1	6,7	126,5	-	-	-
			±352,1	±0,011		±338,7		±13,4	-	-	-
I		14,8	0,551	9,6	1,5	-	-	90,4	13,4	-	
		±0,5	±0,016		±0,1			-	-	-	

¹/ valores médios de três repetições

APÊNDICE 2.8. Nitrogênio volatilizado absorvido (Nva), concentração de ^{15}N (at. % ab.), nitrogênio volatilizado absorvido proveniente do fertilizante (NVaPF) e nitrogênio volatilizado proveniente do solo (NVaPS), após aplicação de uréia 5,450 at. % e aquamônia 4,575 at. % ^{15}N , à cana-de-açúcar de 2ª corte em condições de campo, pelo absorvedor de lã de vidro, colocado acima do sulco de adubação.

Tratamento (100 kg N/ha)	Nº linha	Nva (µg)	Conc. ^{15}N		NVaPF		NVaPS	
			(at. % ab.)	(%)	(µg)	(%)	(µg)	
URÉIA	3	356	1,612	24,5	87	75,5	269	
	6	1005	3,772	67,0	673	33,0	332	
	11	125	1,276	17,9	22	82,1	103	
	15	428	3,909	69,7	298	30,3	130	
AQUAMÔNIA	3	514	2,336	46,8	241	53,2	273	
	7	385	1,372	23,9	92	76,1	293	
	11	226	2,133	42,0	95	58,0	131	
	15	385	1,047	16,2	62	83,8	323	

1/ Análise direta do extrato filtrado de lã de vidro de cada coletor

APÊNDICE 2.9. N-NH₃ volatilizado acima do sulco de adubação, estimada pelo coletor de lâ de vidro na cultura de cana de 2º corte.

Tratamento (100 kg N/ha)	nº linha	N-NH ₃ volatilizado (kg N/ha)		
		NVFF	NVPS	NVT
UREIA	3	0,27	0,83	1,10
	6	2,09	1,03	3,12
	11	0,07	0,32	0,39
	15	0,92	0,40	1,33
$\bar{m} \pm s/\sqrt{n}$		0,84±0,46	0,65±0,17	1,49±0,58
(8)		56,4	43,6	100,0

AQUAMÔNIA	3	0,74	0,85	1,59
	7	0,28	0,91	1,19
	11	0,29	0,41	0,70
	15	0,19	1,00	1,19
$\bar{m} \pm s/\sqrt{n}$		0,38±0,13	0,79±0,13	1,17±0,18
(8)		32,5	67,5	100,0

APÊNDICE 2.10. Nitrogênio volatilizado absorvido (Nva), concentração de ^{15}N (at. % ab) nitrogênio volatilizado absorvido proveniente do fertilizante (NVaPF) e nitrogênio volatilizado absorvido proveniente do solo (NVaPS) após aplicação de uréia 5,450 at. % e aquamônia 4,575 at. % ^{15}N , a cana de 2º corte em condições de campo pelo absorvedor de espuma, colocado acima do sulco de adubação.¹

Tratamento	Nº linha	Nva (mg)	Conc. ^{15}N (at. % ab.)	NVaPF (%)	NVaPF (mg)	NVaPS (%)	NVaPS (mg)
URÉIA	3	107,6	4,173	74,9	80,6	25,1	27,0
	6	18,6	1,180	16,0	3,0	84,0	15,6
	11	49,8	3,750	66,6	33,2	33,4	16,6
	15	53,9	3,832	68,2	36,8	31,8	17,1
AQUAMÔNIA	3	11,7	0,776	9,7	1,1	90,3	10,6
	7	24,5	2,635	53,9	13,2	46,1	11,3
	11	409,1	3,935	84,8	346,9	15,2	62,2
	15	12,1	0,753	9,2	1,1	90,8	11,0

1/ valores médios de quatro repetições

APÊNDICE 2.11. N-NH₃ volatilizado acima do sulco de adubação, estimado pelo coletor de espuma na cultura de cana de 2º corte.¹

Tratamento (100kg N/ha)	nº linha	N-NH ₃ volatilizado (kg N/ha)	
		NVPF	NVPS
URÉIA	3	4,30	1,44
	6	0,16	0,83
	11	1,77	0,89
	15	1,96	0,91
$\bar{m} \pm s/\sqrt{n}$		2,05±0,86	1,02±0,14
		66,8	33,2
ACUMÔNIA	3	0,06	0,56
	7	0,70	0,60
	11 ^{1/}	18,50	3,31
	15	0,06	0,58
$\bar{m} \pm s/\sqrt{n}$		0,27±0,21	0,58±0,01
		31,8	68,2
			100,0
			3,07±0,99
			100,0
			5,74
			0,99
			2,66
			2,87

^{1/} valor excluído do cálculo de valor médio.

APÊNDICE 2.12. Estimativa de N-NH₃ volatilizado para a unidade de superfície de um hectare baseada na localização dos coletores de lâ de vidro acima do sulco de adubação.

Tratamento (100kg N/ha)	Nº linha	N-NH ₃ volatilizado (kg N/ha)		
		NVPE	NVPS	NVT
URÉIA	3	0,86	2,65	3,51
	6	6,64	3,28	9,92
	11	0,21	1,02	1,23
	15	2,94	1,28	4,22
			2,06±0,54	4,72±1,85
	$\bar{m} \pm s/\sqrt{n}$ (%)	56,4	43,6	100,0
AQUAMÔNIA	3	2,38	2,69	5,07
	7	0,91	2,89	3,80
	11	0,94	1,29	2,23
	15	0,61	3,19	3,80
			2,52±0,42	3,73±0,58
	$\bar{m} \pm s/\sqrt{n}$ (%)	32,4	67,6	100,0

APÊNDICE 2.13. Nitrogênio volatilizado absorvido (NVA), concentração de ^{15}N (átomos %) nitrogênio volatilizado absorvido proveniente do fertilizante (NVaPF) e proveniente do solo (NVaPS) pelo coletor de lâ de vidro colocado entre sulcos de adubação.

Tratamento (100kg N/ha)	Nº entre linhas	Repetição	NVA		Conc. ^{15}N		NVaPF		NVaPS		
			(μg)	(%)	(at. % ab.)	(%)	(μg)	(%)	(%)	(mg)	
URÉIA	$\ell_2 - \ell_3$ *	1	284	8,2	0,782	23	91,8	261			
		2	255	7,4	0,741	19	92,6	236			
		3	341	11,5	0,951	39	88,5	302			
	$\ell_{14} - \ell_{15}$ *	1	500	10,5	0,899	53	89,5	447			
		2	313	10,2	0,884	32	89,8	281			
		3	313	9,8	0,865	31	90,2	282			
	ACUANÔNIA	$\ell_6 - \ell_7$ *	1	356	8,7	0,732	31	91,3	325		
			2	414	5,8	0,609	24	94,2	390		
			3	140	27,3	1,517	38	72,7	102		
$\ell_{14} - \ell_{15}$ *		1	500	6,6	0,646	34	93,4	466			
		2	1/	-	-	-	-	-			
		3	313	7,9	0,697	25	92,1	288			

1/ amostra contaminada

APÊNDICE 2.14. Estimativa de N-NH₃ volatilizado para a unidade de superfície de um hectare baseada na localização dos coletores de lâ de vidro entre sulcos de adubação.

Tratamento (100kg N/ha)	Nº entre linhas	Repetição	N-NH ₃ volatilizado (kg N/ha)			
			NVPF	NVPS	NVT	
URÉIA	ℓ ₂ - ℓ ₃ *	1	0,41	4,63	5,04	
		2	0,34	4,19	4,53	
		3	0,69	5,36	6,05	
	ℓ ₁₄ -ℓ ₁₅ *	1	0,94	7,94	8,88	
		2	0,57	4,99	5,56	
		3	0,55	5,01	5,56	
			$\bar{m} \pm s/\sqrt{n}$	0,58±0,09	5,35±0,54	5,94±0,62
			(%)	9,8	90,2	100,0
	ACUANÔNIA	ℓ ₆ - ℓ ₇ *	1	0,55	5,77	6,32
2			0,42	6,93	7,35	
3			0,67	1,81	2,48	
ℓ ₁₄ -ℓ ₁₅ *		1	0,60	8,28	8,88	
		2	1/	-	-	
		3	0,44	5,12	5,56	
		$\bar{m} \pm s/\sqrt{n}$	0,54±0,05	5,58±1,09	6,12±1,06	
		(%)	8,8	91,2	100,0	

1/ Amostra contaminada