

UNIVERSIDADE FEDERAL DA GRANDE DOURADOS  
FACULDADE DE CIÊNCIAS EXATAS E TECNOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM QUÍMICA

LUCINEIA CRESTANI PIRES HERCULANO

**A ESPECTROMETRIA ATÔMICA NA AVALIAÇÃO  
DA MARCHA DE ABSORÇÃO, ACÚMULO E  
EXPORTAÇÃO DE NUTRIENTES NA ESPÉCIE  
OLEAGINOSA ALTERNATIVA CÁRTAMO  
(*CARTHAMUS TINCTORIUS L.*)**

DOURADOS/MS  
2016

LUCINEIA CRESTANI PIRES HERCULANO

**A ESPECTROMETRIA ATÔMICA NA AVALIAÇÃO  
DA MARCHA DE ABSORÇÃO, ACÚMULO E  
EXPORTAÇÃO DE NUTRIENTES NA ESPÉCIE  
OLEAGINOSA ALTERNATIVA CÁRTAMO  
(*CARTHAMUS TINCTORIUS L.*)**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Química, da Universidade Federal da Grande Dourados, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Química

**Orientador:** Prof. Dr. Jorge Luiz Raposo Junior

DOURADOS/MS  
2016

**Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP).**

H539e Herculano, Lucineia Crestani Pires.

A espectrometria atômica na avaliação da marcha de absorção, acúmulo e exportação de nutrientes na espécie oleaginosa alternativa cártamo (*carthamus tinctorius L.*). / Lucineia Crestani Pires Herculano. – Dourados, MS : UFGD, 2016.

70f.

Orientador: Jorge Luiz Raposo Junior.

Dissertação (Mestrado em Química) – Universidade Federal da Grande Dourados.

1. Nutrição mineral. 2. Extração. 3. Exportação. 4. Espectrometria atômica. I. Título.

**Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Central – UFGD.**

**©Todos os direitos reservados. Permitido a publicação parcial desde que citada a fonte.**



### Termo de Aprovação

Após a apresentação, arguição e apreciação pela banca examinadora foi emitido o parecer APROVADO, para a dissertação intitulada: "A Espectrometria Atômica na Avaliação da Marcha de Absorção, Acúmulo e Exportação de Nutrientes na Espécie Oleaginosa Cártamo (*Carthamus Tinctorius L.*)", de autoria de Lucinéia Crestani Pires Herculano, apresentada ao Programa de Mestrado em Química da Universidade Federal da Grande Dourados.

Prof. Dr. Jorge Luiz Raposo Junior (Orientador-UFGD)  
Presidente da Banca Examinadora

Profa. Dra. Marcela Zanetti Corazza  
Membro Examinador (UFGD)

Prof. Dr. Luiz Carlos Ferreira de Souza  
Membro Examinador (UFGD)

*Dedico este trabalho, principalmente a Deus que sempre me deu forças para superar todas as dificuldades que surgiram no meu caminho e ao meu esposo Carlos Eduardo pelo carinho, compreensão e amor em todos os momentos.*

**DEDICO**

## **ORAÇÃO**

*Santo Anjo do senhor, meu zeloso e guardador se a ti me confiou a piedade divina, sempre me rege, me guarde, me governa, me ilumine, Amém. Meus anjinhos, meus amiguinhos, me leve sempre para um bom caminho.*

## **AGRADECIMENTOS**

Primeiramente a Deus, por ter me dado a vida, saúde e paciência guiando meu caminho em busca das minhas realizações.

A minha família pelo apoio e compreensão durante todo este tempo.

A Fundect pela concessão da bolsa de mestrado, ao CNPq pelo financiamento da pesquisa e a Universidade Federal da Grande Dourados pelo apoio e estrutura.

Ao meu orientador Jorge Luiz Raposo Junior pela paciência, confiança e dedicação, atributos sem os quais não teria sido possível a realização deste trabalho.

Ao meu esposo Carlos Eduardo pela paciência, carinho, companheirismo e apoio que foi fundamental para que eu concluísse este trabalho.

Ao professor Luiz Carlos Ferreira de Souza e à equipe da Fazenda Experimental de Ciências Agrárias da Universidade Federal da Grande Dourados pelo fornecimento das amostras.

Aos professores do programa de Pós-Graduação em Química da Universidade Federal da Grande Dourados que contribuíram para meu aprendizado, com seus ensinamentos.

A todos os colegas do programa de Pós-Graduação em Química e Ciência e Tecnologia Ambiental, pelo convívio, pelos ensinamentos, experiências e momentos de descontração.

A todos os meus amigos do Laboratório de Espectrometria e Cromatografia Aplicada pelos auxílios prestados no desenvolver deste trabalho.

A todos, muito obrigada.

## LISTA DE ABREVIATURAS

AAS	Espectrometria de Absorção Atômica, do inglês <i>Atomic Absorption Spectrometry</i>
AIA	Ácido Indol Acético
DAE	Dias Após a Emergência
FAAS	Espectrometria de Absorção Atômica em Chama, do inglês <i>Flame Atomic Absorption Spectrometry</i>
FAES	Espectrometria de Emissão Atômica em Chama, do inglês <i>Flame Atomic Emission Spectrometry</i>
HR-CS AAS	Espectrometria de Absorção Atômica com Fonte Contínua de Alta Resolução, do inglês <i>High - Resolution Continuum Source Atomic Absorption Spectrometry</i>
ICP-MS	Espectrometria de Massa com Plasma Acoplado Indutivamente, do inglês <i>Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry</i>
ICP-OES	Espectrometria de Emissão Óptica com Plasma Acoplado Indutivamente, do inglês <i>Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry</i>
LD	Limite de Detecção
LQ	Limite de Quantificação
LS-AAS	Espectrometria de Absorção Atômica com Fonte de Linha, do inglês <i>Line Source Atomic Absorption Spectrometry</i>
MS	Matéria Seca

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1	Parâmetros instrumentais utilizados para determinação de Cu, Fe, Mn, Zn, Ca, K e Mg em planta oleaginosa por espectrometria atômica.	27
Tabela 2	Parâmetros de confiabilidade analítica relativos à determinação de Cu, Fe, Mn, Zn, Ca, K e Mg em amostra de planta oleaginosa.	33
Tabela 3	Resultados (%) da recuperação de Cu, Fe, Mn, Zn, Ca, K e Mg ( $\text{mg L}^{-1}$ ) nas amostras de cártamo digeridas por via úmida em sistema aberto com aquecimento convencional.	35
Tabela 4	Resultados (média $\pm$ desvio padrão) da determinação ( $n=3$ ) de Cu, Mn e Zn ( $\mu\text{g/planta}$ ) e Ca, Fe, K e Mg ( $\text{mg/planta}$ ) na avaliação da marcha de absorção de nutrientes na espécie oleaginosa cártamo cultivada em sistema de rotação de cultura com soja e no controle.	37
Tabela 5	Resultados (média $\pm$ desvio padrão) da determinação ( $n=3$ ) de Cu, Mn e Zn ( $\mu\text{g/planta}$ ) e Ca, Fe, K e Mg ( $\text{mg/planta}$ ) na avaliação da marcha de absorção de nutrientes na espécie oleaginosa cártamo (caule, folha, flor e semente) cultivada em sistema de rotação de cultura com soja e no controle.	40
Tabela 6	Resultados (média $\pm$ desvio padrão) da determinação ( $n=3$ ) de Cu, Fe, Mn e Zn ( $\mu\text{g/planta}$ ) e Ca, K e Mg ( $\text{mg/planta}$ ) na avaliação da marcha de absorção de nutrientes na espécie oleaginosa cártamo cultivada em sistema de rotação de cultura com milho e no controle.	47
Tabela 7	Resultados (média $\pm$ desvio padrão) da determinação ( $n=3$ ) de Cu, Fe, Mn e Zn ( $\mu\text{g/planta}$ ) e Ca, K e Mg ( $\text{mg/planta}$ ) na avaliação da marcha de absorção de nutrientes na espécie oleaginosa cártamo (caule/folha, caule, folha e flor) cultivada em sistema de rotação de cultura com milho e no controle.	49
Tabela 8	Resultados obtidos através de teste- <i>t</i> de <i>Student</i> para $n_1 + n_2 - 2$ graus de liberdade por meio da comparação estatística do cártamo cultivado com rotação de soja e no controle	56
Tabela 9	Resultados obtidos através de teste- <i>t</i> de <i>Student</i> para $n_1 + n_2 - 2$ graus de liberdade por meio da comparação estatística do cártamo cultivado com rotação de soja e no controle na planta desmembrada (caule, folha, flor e semente).	57
Tabela 10	Resultados obtidos através de teste- <i>t</i> de <i>Student</i> para $n_1 + n_2 - 2$ graus de liberdade por meio da comparação estatística do cártamo cultivado com rotação de milho e no controle.	58
Tabela 11	Resultados obtidos através de teste- <i>t</i> de <i>Student</i> para $n_1 + n_2 - 2$ graus de liberdade por meio da comparação estatística do cártamo cultivado com rotação de milho e no controle na planta desmembrada (caule/folha, caules, folha e flor).	58

Tabela 12	Valores médios referente à produção de matéria seca da espécie oleaginosa cártamo submetida ao sistema de rotação de cultura com a soja e no controle.	60
Tabela 13	Valores médios referente à produção de matéria seca da espécie oleaginosa cártamo submetida ao sistema de rotação de cultura com o milho e no controle.	61

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1	Foto ilustrativa da planta de cártamo (a), dividida em: folha (b), caule (c), flor (d) e semente (e).	24
Figura 2	Foto ilustrativa das amostras de cártamo após trituras: pé completo (a), caule (b), folha (c), flor (d) e semente (e).	24
Figura 3	Foto ilustrativa do bloco digestor TE-007 MP.	26
Figura 4	Foto ilustrativa do equipamento de Absorção Atômica em Chama AA 240FS em operação.	27
Figura 5	Curvas analíticas para Cu (a), Fe (b), Mn (c), Zn (d), Ca (e), K (f) e Mg (g) obtidas nos comprimentos de onda 324,8 nm (Cu), 248,3 nm (Fe), 279,5 nm (Mn), 213,9 nm (Zn), 422,7 nm (Ca), 766,5 nm (K) e 202,6 nm (Mg) em meio de 1,0% (v/v) HNO <sub>3</sub> e 1,0% (v/v) La empregando os parâmetros instrumentais descritos na Tabela 1.	31
Figura 6	Foto ilustrativa do aspecto físico das amostras de cártamo após a decomposição por via úmida em sistema aberto do procedimento 4.	34
Figura 7	Marcha de absorção e acúmulo de cobre (a, b), ferro (c, d), manganês (e, f), zinco (g, h), cálcio (i, j), potássio (l, m) e magnésio (n, o) durante o crescimento vegetativo da cultura do cártamo em sistema de rotação de cultura com soja (à esquerda) e cultura controle (à direita).	44
Figura 8	Marcha de absorção e acúmulo de cobre (a, b), ferro (c, d), manganês (e, f), zinco (g, h), cálcio (i, j), potássio (l, m) e magnésio (n, o) durante o crescimento vegetativo da cultura do cártamo em sistema de rotação de cultura com milho (à esquerda) e cultura controle (à direita).	45

## RESUMO

Conhecer a marcha de absorção e o acúmulo de nutrientes são informações extremamente importantes para o desenvolvimento de uma cultura, uma vez que estas indicam o estado nutricional da planta e permitem conduzir o manejo adequado da lavoura. Neste sentido, este estudo determinou a marcha de absorção e a acumulação de macronutrientes (Ca, K e Mg) e de micronutrientes (Cu, Fe, Mn e Zn), empregando a espectrometria de absorção atômica em chama, em plantas de cártamo (*Carthamus tinctorius L.*) submetidos ao sistema de rotação de culturas com a soja e o milho. Para avaliar estes fatores, foram coletadas a parte aérea de 5 plantas em diferentes estádios de desenvolvimento. No entanto, a partir do florescimento estas foram segmentadas em caules, folhas, flores e sementes. O preparo da amostra consistiu em pesar 0,2500 g ( $\pm 0,0001$  g) de amostra, que foram submetidas à digestão ácida em sistema aberto com aquecimento em bloco digestor utilizando HNO<sub>3</sub>:HCl [8:2 (v/v)]. As determinações de macro- e micronutrientes foram feitas empregando as linhas atômicas principais de Cu (324,8 nm), Fe (248,3 nm), Mn (279,5 nm), Zn (213,9 nm), Ca (422,7 nm), K (766,5 nm) e Mg (202,6 nm). A exatidão e precisão foram avaliadas por testes de adição e recuperação e os resultados foram concordantes ao nível de 95% de confiança. As plantas de cártamo em rotação de cultura com soja acumularam até o período de florescimento teores de K > Ca > Mg > Fe > Mn > Zn > Cu em sua parte aérea, enquanto com rotação de cultura com milho o acúmulo seguiu a ordem K > Ca > Mg > Mn > Fe > Zn > Cu. Com a divisão da planta após o período de florescimento, observou-se que os mais elevados teores dos nutrientes determinados eram na folha e caule/folha. Os resultados obtidos para as culturas submetidas à rotação de cultura com a soja e com o milho foram comparados com a cultura de cártamo denominada controle, e os resultados obtidos foram estatisticamente diferentes ao nível de 95% (test-*t Student*) para a maioria dos elementos. Estes resultados indicam que a cultura antecessora influenciou de forma positiva na absorção de nutrientes, haja vista que os teores mais elevados dos nutrientes foram determinados na espécie submetida à rotação de cultura.

**Palavras-chaves:** nutrição mineral, extração, exportação, espectrometria atômica.

## ABSTRACT

Know the mineral uptake and nutrient accumulation are extremely important informations for the development of a culture, since these indicate the nutritional status of the plant and allow to an appropriate crop management. In this sense, this study determined the mineral uptake and nutrient accumulation the macronutrients (Ca, K and Mg) and micronutrients (Cu, Fe, Mn and Zn), using a flame atomic absorption spectrometry, in safflower alternative oilseed (*Carthamus tinctorius L.*) subjected to the crop rotation system with soybean and corn. To evaluate these factors, were collected shoot of 5 plants in different stages of development. However, after flowering the plant were separated into stems, leaves, flowers and seeds. The sample preparation consisted to weigh an amount of 0.2500 g ( $\pm 0.0001$  g) of sample and subjected to acid digestion with HNO<sub>3</sub>:HCl [8:2 (v/v)] in an open system using a digester heating block. The determinations of macro- and micronutrients were made employing the main atomic lines of Cu (324.8 nm), Fe (248.3 nm), Mn (279.5 nm), Zn (213.9 nm), Ca (422.7 nm), K (766.5 nm) e Mg (202.6 nm). The accuracy and precision were evaluate by addition and recovery test and the results were consistent at 95% confidence. The safflower plants in crop rotation with soybeans accumulated until the flowering period contents of K > Ca > Mg > Fe > Mn > Zn > Cu, while with crop rotation with corn the accumulation followed like as K > Ca > Mg > Mn > Fe > Zn > Cu. After separation of the plant it was observed that higher levels of the nutrients were in the leaf and/or stem/leaf. The results obtained to safflower in crop rotation system with soybean and corn were compared with the control, and the results obtained were statistically different at 95% (t-test Student) for most elements. These results indicate that the previous culture positively influenced the absorption of nutrients, considering that the higher levels of nutrients were determined in the specie subject to crop rotation system.

**Keywords:** mineral nutrition, extraction, exportation, atomic spectrometry.

## SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	13
2	REVISÃO DA LITERATURA .....	15
2.1	Cultivares oleaginosas.....	15
2.2	Cártamo.....	15
2.3	Nutrição mineral: macro-e micronutriente.....	16
2.3.1	Cobre.....	17
2.3.2	Ferro.....	18
2.3.3	Manganês.....	18
2.3.4	Zinco.....	18
2.3.5	Cálcio.....	19
2.3.6	Potássio.....	19
2.3.7	Magnésio.....	20
2.4	Marcha de absorção e acúmulo de nutrientes.....	20
2.5	Preparo de amostra para determinação inorgânica.....	21
2.6	A espectrometria de absorção atômica na determinação elementar.....	22
3	OBJETIVOS.....	23
4	PARTE EXPERIMENTAL.....	24
4.1	Localização e delineamento experimental.....	24
4.2	Amostragem e preparo de amostra.....	24
4.3	Metodologia de determinação dos resultados em cártamo por Espectrometria de Absorção Atômica.....	26
4.3.1	Instrumentação.....	26
4.3.2	Reagentes e soluções analíticas.....	28
4.3.3	Otimização do método para determinação de Cu, Fe, Mn, Zn, Ca, K e Mg em espécie oleaginosa por espectrometria atômica.....	29
4.3.4	Forma de análise dos resultados: tratamento estatístico.....	30
5	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	31
5.1	Otimização dos parâmetros instrumentais para determinação de Cu, Fe, Mn, Zn, Ca, K e Mg por espectrometria atômica.....	31
5.2	Avaliação dos procedimentos de prepare de amostra por via úmida em sistema aberto.....	34
5.3	Determinação de Cu, Fe, Mn, Zn, Ca, K e Mg na Avaliação do acúmulo e da marcha de absorção de nutrientes.....	36
5.3.1	Avaliação do sistema de rotação de cultura com soja.....	36
5.3.2	Avaliação do sistema de rotação de cultura com milho.....	47
5.3.3	Avaliação estatística dos sistemas com rotação de cultura.....	56
5.4	Produção de massa de matéria seca (MS).....	60
6	CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	64
7	REFERÊNCIAS.....	65

## 1 INTRODUÇÃO

O Brasil possui um vasto território favorável ao cultivo de produtos agroindustriais, e dentre a diversidade de espécies, tais como a soja (*Glycine max L.*), milho (*Zea mays*), girassol (*Helianthus annuus L.*), sorgo (*Sorghum spp*), mamona (*Ricinus communis L.*), canola (*Brassica napus*), entre outros, merecem destaque, uma vez que a produção de grãos da safra 2015/2016 foi estimada em 211 milhões de toneladas, o que corresponderia a um aumento de 1,5% em relação à safra 2014/15, distribuídas em uma área total de aproximadamente 60 milhões de hectares [1]. A soja permanece como principal responsável pelo aumento de área cultivada do país com mais de 55% [1].

O Centro-Oeste destaca-se como a maior região produtora de grãos do país, sendo as culturas da soja e do milho as predominantes [1], com elevada produtividade de plantio no período do verão e de safrinha. Desta maneira, a semeadura no período de outono/inverno fica destinado às cultura conhecida como “safrinha”, e que em grande maioria são ocupadas pela cultura do milho. Neste sentido, o plantio de outras oleaginosas no período de safrinha surge como uma alternativa para a ocupação destas áreas exploradas predominantemente pelo milho, e que pode atrair e alavancar a agricultura familiar e também o comércio local [2]. Dentre as espécies oleaginosas pouco exploradas, ou seja, espécies oleaginosas alternativas podemos destacar o niger (*Hyoscyamus niger*), a colza (*Brassica napus L.*), o nabo forrageiro (*Raphanus sativus L.*), canola (*Brassica napus*) e o cártamo (*Carthamus tinctorius L.*), que estão sendo aproveitada para a produção de óleo vegetal e também biodiesel [3]. No entanto, estas ainda são pouco exploradas no Brasil [4].

Para que a espécie oleaginosa possa ser cultivada e utilizada como matéria-prima alternativa para produção, principalmente, de óleo vegetal e/ou biodiesel, é de extrema importância avaliar o estado nutricional desta cultura, seja este por meio da diagnose foliar, análise química do solo, da marcha de absorção e/ou pelo acúmulo de nutrientes. Estas informações servem para fornecer resultados necessários e direcionar a adubação adequada, proporcionando maior produtividade e lucratividade ao agricultor [5].

A nutrição mineral está relacionada com o estudo de absorção, transporte e maneira de como as plantas assimilam e utilizam os íons [5]. Estes são os fatores que contribuem diretamente na produtividade e na qualidade dos grãos e frutos. O conhecimento da quantidade de nutrientes acumulada na planta, em cada estágio de desenvolvimento, fornece informações importantes que podem auxiliar no programa de adubação das culturas [5].

A nutrição, bem como o acúmulo de íons, está associada à marcha de absorção dos nutrientes, expressa na forma de curvas de resposta em função da idade das plantas, e informa os períodos em que estas absorvem os nutrientes em maiores quantidades, indicando assim, as épocas em que a adição de nutrientes faz-se necessária. Por isso, é considerada como uma ferramenta importantíssima para o manejo e fertilização das culturas [6].

A determinação dos teores de micronutrientes Cu, Fe, Mn e Zn e de macronutrientes Ca, K e Mg atualmente, é feita predominantemente pela espectrometria atômica, seja esta no modo de absorção ou emissão. Esta técnica apresenta baixo custo relativo em relação à aquisição e manutenção do equipamento, a instrumentação e o manuseio é relativamente simples, está disponível em muitos laboratórios rotina e de pesquisa, apresenta alta seletividade, sensibilidade e poucas interferências [7, 8].

Desta forma, o objetivo deste trabalho foi determinar a marcha de absorção, o acúmulo e a exportação de nutrientes, com ênfase na determinação de Cu, Fe, Mn, Zn, Ca, K e Mg, e a quantidade de matéria seca produzida em caule, folha, flor e semente durante o ciclo vegetativo da espécie oleaginosa cártamo sem à rotação de cultura com soja e milho.

## 2 REVISÃO DA LITERATURA

### 2.1 Cultivo de oleaginosas

No Brasil o cultivo de oleaginosas é favorecido devido ao grande território nacional, dentre elas a de maior importância e abundância é a soja (*Glycine max L.*) [9], cujos grãos são utilizados para extração do óleo [10]. A região centro-sul do Mato Grosso do Sul possui um grande potencial para a produção de oleaginosas, principalmente no período de outono/inverno, quando parte das áreas agricultáveis estão ociosas ou sub-aproveitadas [11].

Plantas oleaginosas cultivadas no período de safrinha são alternativas para ocupação dessas áreas, constituindo uma alternativa e financeiramente viável para o agricultor [2]. Dentre as espécies oleaginosas alternativas de ciclo curto podemos destacar o niger (*Hyoscyamus niger*), a colza (*Brassica napus L.*), o nabo forrageiro (*Raphanus sativus L.*), canola (*Brassica napus*) e o cártamo (*Carthamus tinctorius L.*), cuja cultura tem potencial para produção de óleo vegetal e também biodiesel [3]. A fácil adaptação em diferentes condições ambientais e pH próximo da neutralidade contribuem para o grande potencial agrônômico destas oleaginosas no período da entressafra. A maioria das espécies cultivadas é mais produtiva quando o solo tem valor de pH na faixa de 6,0 – 6,5 [12].

A espécie cártamo apresenta características favoráveis à utilização no período de entressafra, uma vez que apresenta ciclo de cultura curto (120 – 150 dias) [13, 14] e não compete com as culturas da soja e do milho, pode suportar drásticas variações climáticas [3], a altura da planta pode variar entre 30 – 200 cm [15], as sementes contém elevado teor de óleo [16] com predominância de ácido linoleico, ácido esteárico, ácido palmítico e ácido oleico, que são excelentes para o consumo humano [17]. Na indústria a matéria-prima é destinada à produção de vernizes, esmaltes, sabões, tintas, lubrificantes, produção de óleo para o consumo humano e também na produção de biodiesel devido ao alto teor de óleo nas sementes [13, 14].

### 2.2 Cártamo

Cártamo (*Carthamus tinctorius L.*), originário da Ásia e África, pertence à família *Asteraceae*, gênero *Carthamus* [14] e que também é conhecido como “açafroa” ou “açafirão bastardo”, [15, 18]. É uma planta anual [19], herbácea, tem caule ereto, com várias ramificações classificadas como primárias, secundárias e terciárias, nas quais surge uma inflorescência que é denominada capítulo, influenciado pelo genótipo, clima e o manejo cultural, e que possui muitos espinhos nas folhas e brácteas [15, 16, 20].

O cártamo apresenta um elevado teor de ácido linoleico (75%), que reduz o nível de colesterol no sangue, tornando este um dos melhores óleos para o consumo humano [18], podendo ser competitivo com o óleo de girassol e canola [15].

A planta pode suportar temperaturas negativas nas primeiras fases do ciclo vegetativo, no entanto, em climas úmidos ou chuvosos pode prejudicar o rendimento na produção [14]. A altura da planta pode variar entre 30 – 200 cm, apresenta raiz resistente, que lhe permite desenvolver em climas secos [15, 20]. Geralmente o florescimento começa em meados de julho, e continua por duas a três semanas, dependendo das condições ambientais e nas diferenças de variedades. Cada flor produz de 15 a 30 sementes [14]. Suas sementes geralmente tem coloração branca, porém em algumas variedades podem ser de coloração cinza e marrom [18].

Países da América Latina, como a Argentina e o México, cultivam o cártamo devido ao seu elevado teor de óleo, aproximadamente 40% de toda sua composição [3]. O óleo é de cor clara e é usado na fabricação de tintas, secante em tintas, vernizes, e também na produção de biodiesel [14, 19]. Os resíduos vegetais, ou seja, o coproduto da extração do óleo é rico em proteína e fibra e é utilizado como suplemento de proteínas para alimentação de aves e gados [18].

A semeadura do cártamo é recomendada geralmente para o final de abril ou início de maio [14]. O plantio tardio geralmente resulta em plantas mais curtas, com menos ramificação e menor teor de produção de sementes e óleo [14]. A cultura do cártamo tem ciclo considerado curto, entre 130 – 150 dias, e para o agricultor pode ser uma alternativa de cultura na safrinha, não competindo com as culturas de soja e milho, o que possibilita a rotação de cultura com essas cultivares [4, 21]. É importante ressaltar que para o cultivo do cártamo podem ser utilizados os mesmos maquinários e implementos agrícolas que são utilizados nas culturas tradicionais de soja e milho, o que proporciona baixo custo de produção [4, 14].

### **2.3 Nutrição mineral**

A determinação da composição mineral no material vegetal da planta, obedecendo os estádios fenológicos de cada cultura, têm sido utilizado para avaliar o estado nutricional das plantas, permitindo uma avaliação complementar das condições de fertilidade do solo, bem como auxiliar na determinação das práticas de adubação e correção do solo [5]. A composição química e o acúmulo de nutrientes são informações indispensáveis para conhecer as exigências nutricionais de uma planta. Essas informações servem para avaliar a quantidade dos nutrientes a ser fornecida às plantas por meio de adubação [22]. Para avaliar o estado nutricional da planta

recomenda-se a análise das folhas, por fornecer informações importantes sobre o metabolismo vegetal, qualidade e rendimento da cultura [23, 24].

Os nutrientes minerais desempenham funções vitais no metabolismo das plantas, como parte de compostos responsáveis por processos metabólicos ou de ativadores enzimáticos, e têm um papel fundamental na produtividade da cultura [11]. A deficiência ou excesso de minerais pode prejudicar o desenvolvimento da planta [25]. Um elemento é essencial para a planta, quando este é indispensável à vida vegetal e também quando este não pode ser substituído por nenhum outro nutriente [12].

As plantas, em geral, necessitam de alguns nutrientes essenciais (C, H e O), proveniente do ambiente na qual estas se desenvolvem (ar e água), e que compõem aproximadamente 90% da massa seca da planta [26]. Na outra parcela, predominam a presença dos macronutrientes, divididos em macronutrientes primários (N, P e K) e macronutrientes secundários (Ca, Mg e S), e os micronutrientes (Fe, Mn, Zn, Cu, B, Cl, Ni e Mo) [25, 27]. A diferença entre as denominações macro- e micronutrientes foi feita de acordo com a concentração exigida pelas plantas [25].

Os nutrientes podem ser classificados conforme a mobilidade na parte aérea das plantas, como: altamente móveis (N, K e Na), móveis (P, Cl e S), parcialmente imóveis (Zn, Cu, Fe, e Mo) e imóveis (B e Ca) [12]. A deficiência de nutriente começa nas folhas mais velhas, quando estes são considerados nutrientes de maior mobilidade, já que eles são redistribuídos das partes mais velhas da planta para as mais novas [12]. A deficiência de micronutrientes pode provocar uma diminuição da produção, afetar a qualidade da produção e facilitar a incidência de doenças [28].

A nutrição mineral adequada, fornecida pela adubação de quantidades essenciais de fertilizantes de acordo com o balanço energético requerido, é vista como uma ingerência positiva para aumentar a produtividade de uma cultura. Dentre os minerais mais determinados para avaliar o estado nutricional de uma cultura, os micronutrientes Cu, Fe, Mn e Zn e os macronutrientes Ca, K e Mg são aqueles de maior importância e merecem destaque.

### **2.3.1 Cobre**

A absorção de cobre ( $\text{Cu}^{2+}$ ) é feita por meio do contato direto da planta com a solução do solo, e este tem função importante na fotossíntese, respiração, redução e fixação de nitrogênio [26]. No metabolismo vegetal tem função como ativador ou componente de enzimas que participam de reações de oxidação-redução [26], e também auxilia na resistência a doenças [29].

A deficiência de cobre pode tornar as folhas novas inicialmente verde escuras e com aparência flácida e enroladas, aparecer clorose e prejudicar o desenvolvimento de pecíolos e talos [26]. Altas concentrações de cobre pode reduzir a absorção de fósforo e provocar deficiência em ferro, além de prejudicar o crescimento e funcionamento das raízes [12, 26].

### 2.3.2 Ferro

Ferro pode chegar às raízes das plantas na forma de  $\text{Fe}^{2+}$  e como quelado [30], no entanto a forma  $\text{Fe}^{2+}$  é a absorvida pelas plantas. O Fe está envolvido na síntese da clorofila [26], na formação de complexos estruturais e ativador enzimático [30], haja vista que cerca de 80% do Fe presente em folhas verdes estão localizados nos cloroplastos [26].

Como o Fe é pouco móvel na planta, os sintomas de deficiência aparecem primeiro nas folhas mais jovens, que começam a amarelar devido a menor síntese de clorofila, mantendo apenas as nervuras verdes durante este tempo, podendo levar ao branqueamento das folhas se a deficiência deste micronutriente persistir [26].

### 2.3.3 Manganês

O manganês é absorvido pelas raízes como  $\text{Mn}^{2+}$ , no entanto a presença de altas concentrações de outros cátions como  $\text{K}^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$  e  $\text{Na}^{2+}$  no meio pode diminuir a absorção do  $\text{Mn}^{2+}$  [12, 26]. Manganês está envolvido na formação, multiplicação e funcionamento dos cloroplastos [31].

O principal sintoma de deficiência de manganês é uma clorose internerval juntamente com manchas marrom, iniciando pelas folhas mais novas [26]. A toxidez de Mn tem-se manifestado em muitas culturas, mas pode ser corrigida por meio de calagem [26].

### 2.3.4 Zinco

O micronutriente zinco é absorvido pelas raízes na forma de  $\text{Zn}^{2+}$  [12], e participa da biossíntese do triptofano, um aminoácido precursor do ácido indol acético (AIA), um hormônio responsável pelo crescimento vegetal [26, 30]. No metabolismo, a principal função do Zn é como componente e ativador enzimático, entre elas, das desidrogenases, carboxilases, isomerases, transfosforilases e polimerases de DNA e RNA e nas sínteses de proteínas, além de estar diretamente envolvido no metabolismo nitrogenado da planta [26]. Este micronutriente é pouco móvel na planta, e por isso os sintomas de carência aparecem nos órgãos mais jovens, com o encurtamento dos internódios e na produção de folhas novas pequenas [26]. Fortes adubações de fósforo pode ocasionar em deficiência de Zn [26].

### 2.3.5 Cálcio

Cálcio é um nutriente exigido em quantidades muito variadas em diferentes culturas [26], é absorvido pelas raízes como cátion  $\text{Ca}^{2+}$  da solução do solo, participa principalmente no fortalecimento das raízes e folhas, no equilíbrio do pH, além de influir diretamente no rendimento das culturas ao melhorar as condições das raízes [26]. Além destas funções, estimula a atividade microbiana, auxilia na disponibilidade de Mo e é requerido em grandes quantidades pelas bactérias fixadoras de  $\text{N}_2$  [30].

A deficiência deste macronutriente pode provocar má formação de folhas jovens e frutos, encurtamento dos ápices e clorose marginal [26]. Por outro lado, o excesso pode causar alteração no ritmo da divisão celular [25]. A presença de outros cátions em altas concentrações, tais como o  $\text{K}^+$  e  $\text{Mg}^{2+}$ , diminuem competitivamente a absorção de cálcio [26]. É importante ressaltar que o cálcio absorvido pelas raízes, da camada superficial do solo corrigido com adição de calcário, não é mobilizado para as raízes mais profundas, resultando no crescimento radicular superficial no solo, uma vez que este elemento apresenta pouca mobilidade nos tecidos das plantas [26].

### 2.3.6 Potássio

O potássio, segundo macronutriente mais exigido pelas plantas, é absorvido da solução do solo na forma iônica ( $\text{K}^+$ ) pelas raízes das plantas, e que também contribui para formação das raízes e pelo amadurecimento dos frutos [25, 26]. Concentrações elevadas de  $\text{Ca}^{2+}$  e  $\text{Mg}^{2+}$  reduzem a absorção do potássio por inibição competitiva, e pode influenciar o processo de fotossíntese e respiração da planta [26], haja vista o papel que este macronutriente desempenha nestes processos [25]. Atua sobre a formação de carboidratos e amido, metabolismo do nitrogênio e síntese de proteínas, neutralizador de ácidos orgânicos, ativador enzimático e controle osmótico [12].

O potássio é muito importante no crescimento e na extensão celular, por ser o mais importante soluto inorgânico em plantas osmoticamente ativo [29]. O déficit de K ocasiona clorose nas folhas mais velhas, seguida de necrose nas pontas e margens das folhas, além de reduzir o crescimento da planta [26]. O excesso causa a inibição na absorção e B, Zn e Mn, contribuindo para a deficiência destes [25].

### 2.3.7 Magnésio

O magnésio é absorvido pelas plantas na forma de cátion  $Mg^{2+}$ , e tem como principais funções compor a molécula da clorofila, participar no processo de fotossíntese e auxiliar na absorção de fósforo [12]. A falta de Mg pode ocasionar clorose e necrose da planta [12]. A absorção é reduzida por altas concentrações de outros cátions como o  $K^+$ ,  $Ca^{2+}$  e  $NH_4^+$ , devido à inibição competitiva entre estes [32]. Os sintomas de deficiência ocorrem nas folhas mais velhas manifestando como uma clorose internerval [26].

### 2.4 Marcha de absorção e acúmulo de nutrientes

Conhecer a marcha de absorção de nutrientes de uma cultura permite inferir diretamente no processo de parcelamento de nutrientes no decorrer do ciclo da vida [33]. Compreendem-se por acúmulo de nutrientes as quantidades destes na matéria seca de cada parte da planta e por absorção de nutrientes ocorridos nas diferentes partes da planta [25]. Os nutrientes são absorvidos via radicular ou foliar, e a escolha pelo fornecimento dos nutrientes está relacionada com a real necessidade de cada planta. Caso os nutrientes não estejam em teores adequados nos tecidos da planta, pode ocorrer deficiência ou toxidez devido a uma série de alterações significativas em nível bioquímico e celular, que pode prejudicar o desenvolvimento da planta [12]. Através da diagnose foliar, e com as informações do teor do elemento encontrado na amostra e a relação existente entre dose de adubo, produção e teor foliar é possível determinar doses de adubação de culturas [5].

Existem alguns fatores que afetam a nutrição da planta, como a má aeração do solo, deficiência hídrica e disponibilidade de alguns nutrientes [27]. A má aeração ocasional do solo pode provocar aumento de ferro e manganês no solo [24], já a deficiência hídrica pode prejudicar a absorção de potássio [27]. Cada espécie retira do solo a quantidade requerida dos nutrientes necessários para o desenvolvimento sadio da cultura. Esses teores podem variar conforme o cultivar e também com o grau de competição existente [34]. Variações nos fatores ambientais como temperatura e umidade do solo podem afetar consideravelmente o conteúdo de nutrientes disponíveis nas folhas ou qualquer outro órgão da planta.

Medir a área foliar, dentro da experimentação em fitotecnia, é fornecer informações sobre o metabolismo vegetal e permitir ao pesquisador obter indicativo de resposta dos tratamentos (adubação, correção etc.) aplicados, e também permite lidar com uma variável que se relaciona diretamente com a capacidade fotossintética e de interceptação da luz [35]. Um fator importante na análise foliar é a idade fisiológica e a parte da planta a ser amostrada. Geralmente, tecidos novos apresentam concentrações muito elevadas de nutrientes [5]. Os

nutrientes potássio e magnésio são móveis na planta, e as folhas jovens apresentam teores mais elevados em relação às folhas velhas [12]. Por outro lado, os elementos cálcio, manganês e ferro o maior acúmulo é observado com o envelhecimento do tecido vegetal [27]. No entanto, expressar os resultados esperados na forma de matéria seca em função do estágio fenológico é bastante utilizada, pois determina o aumento do material acumulado durante a formação de um órgão ou da planta inteira, sem considerar a presença de água [36].

Determinar o acúmulo e a marcha de absorção de nutrientes em diferentes estágios de desenvolvimento das plantas é de extrema importância, porque estes informam quais elementos são mais exigidos durante o desenvolvimento da cultura, bem como permite avaliar a distribuição destes nas diferentes estruturas da planta [37]. A marcha de absorção dos nutrientes, expressa na forma de curva de resposta em função dos dias após a semeadura das plantas, informa os períodos em que as plantas absorvem os nutrientes em maiores quantidades, indicando, assim, as épocas em que a adição de nutrientes faz-se necessária [6]. O estudo da marcha de absorção de nutrientes e acúmulo de matéria seca contribui para o aumento da eficiência do manejo da cultura, proporcionando ganhos em produtividade e redução de custos na lavoura [38].

Conhecer as quantidades e as épocas mais adequadas de fornecimento de nutrientes é fundamental para promover o aumento da produtividade nas lavouras e para aumentar a eficiência desses insumos.

## **2.5 Preparo de amostra para a determinação inorgânica**

A etapa de preparo da amostra envolve uma sequência de procedimentos que inclui higienização/limpeza, secagem, moagem e a conversão da amostra em uma solução verdadeira [39, 40].

O processo de transformar a amostra em uma solução verdadeira pode ocasionar erros aleatórios que podem interferir na determinação das espécies de interesse nas matrizes [40, 41]. Dentre os erros ocasionados na etapa de preparo da amostra destacam-se: dissolução incompleta dos analitos, perdas do analito por volatilização, contaminação por reagentes, frascos e outras soluções utilizadas no procedimento e perdas dos analitos durante o processo de filtração e/ou diluição [40, 42].

O processo de transformação das amostras sólidas em soluções verdadeiras empregando técnicas espectrométricas pode ser feita por via úmida e por via seca [40, 42]. Na decomposição de matéria orgânica por via úmida é muito comum utilizar aquecimento e ácidos minerais

oxidantes. Esse procedimento de preparo de amostra é feito em frascos abertos, utilizando blocos digestores, chapas de aquecimentos etc., ou sistemas fechados que empregam micro-ondas [43]. Os ácidos mais utilizados são  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HCl}$ ,  $\text{HClO}_4$  e, em alguns casos, também é utilizado o  $\text{H}_2\text{O}_2$ . A amostra é totalmente oxidada, liberando-se os elementos a serem determinados na solução ácida em formas inorgânicas simples e apropriados para análise [40]. A utilização individual do ácido ou da mistura depende da natureza da amostra e do elemento a ser analisado [40, 41, 43]. A decomposição por via úmida em frascos abertos é um dos métodos mais antigos e mais utilizados em digestões de amostras orgânicas e inorgânicas [40].

O procedimento de preparo de amostra por via úmida é amplamente utilizado e recomendado quando se pretende determinar os elementos Al, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Mo, N, Na, Ni, P, Pb, S, V e Zn, etc. em diversas matrizes [40, 44]. Entretanto, este procedimento é pouco recomendado para a determinação de Sb, As, B, Hg devido à perdas dos analitos por volatilização [40].

## **2.6 A espectrometria de absorção atômica na determinação elementar**

Várias técnicas analíticas instrumentais têm sido empregadas na determinação de micro- e macronutrientes em diferentes matrizes. É importante ressaltar que dentre as diversas técnicas analíticas a espectrometria de absorção atômica (AAS) é bastante empregada na determinação de nutrientes em plantas, algumas para uso medicinal [45 – 48], polímeros [49], alimentos [7, 8, 50 – 52], matrizes aquosas [53], determinação de cromo e manganês em óleo comestível [54], aplicação da espectrometria de emissão atômica em chama na determinação de Na, K e Ca em biodiesel [55], determinação de minerais em solos [56, 57], determinação de Ca, Mg e Sr em solos [58], entre outros.

Atualmente estão disponíveis espectrômetros que utilizam uma fonte de radiação contínua de alta resolução (HR-CS AAS), que oferecem vantagens como: análises multielementares sequencias rápidas, utilização de uma única lâmpada para determinar todos os elementos e mais vantagens [59] quando comparados com a LS AAS [60]. Além das técnicas de espectrometria de emissão óptica com plasma acoplado indutivamente (ICP- OES) [61, 62] e a espectrometria de massa com plasma acoplado indutivamente (ICP-MS) [62 – 64], que pode ser utilizada dependendo da amostra e do teor do elemento na matriz. No entanto a espectrometria de absorção atômica é a técnica mais utilizada [65], devido à alta seletividade, poucas interferências, sensibilidade e baixo custo relativo em relação à aquisição e manutenção [66 – 68].

### 3 OBJETIVOS

O objetivo deste trabalho foi determinar a marcha de absorção, acúmulo, exportação de nutrientes e a produção de massa seca do cártamo (*Carthamus tinctorius L.*). Para isso as seguintes metas formam o propósito deste trabalho:

a) desenvolver métodos de análise química para a determinação multielementar dos macronutrientes Ca, K e Mg, e dos micronutrientes Cu, Fe, Mn e Zn empregando a espectrometria de absorção atômica em chama, estabelecendo os principais parâmetros de confiabilidade analítica;

b) estabelecer o procedimento de preparo de amostra empregando a decomposição do material por via úmida em sistema aberto em bloco digestor;

c) determinar a composição mineral na parte aérea da planta (caule, folhas, flor e semente) em diferentes estádios de crescimento da planta de cártamo;

d) determinar a marcha de absorção e o acúmulo máximo de nutrientes dos macro- e micronutrientes selecionados para a cultura do cártamo durante ciclo vegetativo até o momento de colheita;

e) avaliar a produção de matéria seca em função dos dias após a emergência (DAE);

## 4 PARTE EXPERIMENTAL

### 4.1 Localização e delineamento experimental

A oleaginosa cártamo submetida à adubação química convencional (250 kg ha<sup>-1</sup> da fórmula 08 – 20 – 20 de N – P – K), doravante designada como controle, com rotação de cultura com soja na safra do ano de 2014 e com milho no ano de 2015, na semeadura foi utilizado uma semeadora adubadora de oito linhas, cultivadas em parcelas delimitadas por 15 m de comprimento por 30 m de largura com espaçamento entre si de 0,4 m na Fazenda Experimental de Ciências Agrárias da Universidade Federal da Grande Dourados, no município de Dourados – MS/Brasil. A propriedade está localizada à 458 m (latitude 22°14' S e longitude 54°49' W). O clima, de acordo com a classificação de *Koppen* é o Mesotérmico Úmido sem estiagem – Cfa. O solo predominante na região é o Latossolo Vermelho Distroférico (LVdf) muito argiloso [69] com as seguintes características químicas na camada de 0-20 cm. M.O= 26,0 g dm<sup>-3</sup>; pH (CaCl<sub>2</sub>) = 5,8; P (resina) = 33,2 mg dm<sup>-3</sup>; Cu<sup>2+</sup>, Fe<sup>2+</sup>, Mn<sup>2+</sup>, Zn<sup>2+</sup>, Ca<sup>2+</sup>, K<sup>+</sup> e Mg<sup>2+</sup> = 11,6; 32,7; 94,9; 3,2; 62,3, 4,7; e 14,8 mmolc dm<sup>-3</sup>, respectivamente; V% = 54 (saturação de base); e S-SO<sub>4</sub><sup>-2</sup> = 5,6 mg dm<sup>-3</sup> e granulométricas: 644 g kg<sup>-1</sup> de argila, 203 g kg<sup>-1</sup> de silte e 152 g kg<sup>-1</sup> de areia.

### 4.2 Amostragem e preparo de amostra

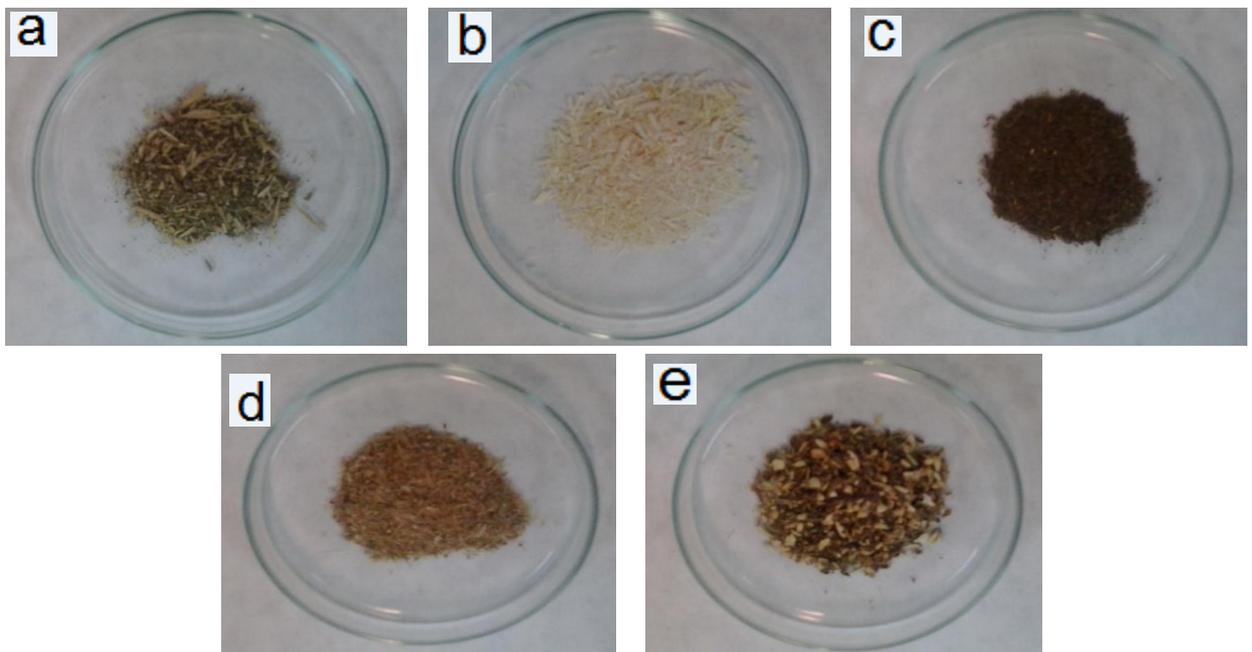
No procedimento de amostragem, foram coletadas, aleatoriamente, a parte aérea de cada planta de cártamo entre os meses de maio à agosto durante a safra de 2014 e de 2015. Para a safra com rotação de cultura com a soja (2014), a primeira coleta foi realizada aos 30 dias após a emergência (DAE), e em seguida a cada 15 DAE até o período de maturação dos grãos 140 DAE (9 coletas). Para a safra com rotação de cultura com milho (2015), a primeira coleta iniciou aos 45 DAE e em seguida a cada 15 DAE até o período de 135 DAE (7 coletas). Após cada coleta, as amostras eram identificadas e conduzidas ao laboratório para procedimento de limpeza e higienização. Todo material coletado foi lavado abundantemente com água corrente e posteriormente com água destilada para remoção de partículas sólidas. Em seguida as amostras foram secas à temperatura ambiente por 24 h, em seguida em estufa à 70 °C por 72 h. Após isso foram retirados e pesados separadamente, obtendo-se a matéria seca (MS). Depois o material vegetal foi pesado, triturado em moinho multiuso e armazenadas em frascos de polipropileno devidamente identificadas em temperatura ambiente até o período da digestão ácida. A Figura 1 ilustra o aspecto físico das amostras após o processo de secagem, enquanto que a Figura 2 ilustra o aspecto físico das amostras após serem trituradas em moinho multiuso.

**Figura 1** – Foto ilustrativa da planta de cártamo (a), dividida em: folha (b), caule (c), flor (d) e semente (e).



**Fonte:** próprio autor.

**Figura 2** – Foto ilustrativa das amostras de cártamo após trituradas: pé completo (a), caule (b), folha (c), flor (d) e semente (e).



**Fonte:** próprio autor.

Para a decomposição das amostras, foi utilizado massa de 0,2500 g ( $\pm$  0,0001 g) de amostras com adição de 4,5 mL de HNO<sub>3</sub>. A mistura contendo amostra + reagente foi deixada

em repouso por 12 h (*overnight*) para pré-digestão. Em seguida foi adicionado 1,5 mL de HCl, e então as amostras foram submetidas a aquecimento até 120 °C. Após 100 minutos foi feita uma adição de 2,0 mL de HNO<sub>3</sub> e a reação foi mantida por 60 minutos. Em seguida foram adicionados mais 1,5 mL de HNO<sub>3</sub> e 0,5 mL de HCl mantendo a reação sob aquecimento por mais 70 minutos. O tempo total gasto para a digestão foi de 245 minutos de reação

Os brancos de amostra foram preparados pela adição dos mesmos reagentes e seguiram os mesmos procedimentos. Todas as amostras foram digeridas em triplicata.

Os digeridos finais foram filtrados em papel de filtro ( $\varnothing = 150$  mm e 80 g m<sup>2</sup>) e transferidos para frascos de polipropileno em meio de 1,0% (m/v) de Lantânio (La), e o volume completado com água deionizada até 25 mL. As soluções resultantes da digestão foram mantidas sob refrigeração até o momento da análise.

### **4.3 Metodologia de determinação dos nutrientes em cártamo por Espectrometria de absorção atômica**

As concentrações dos micronutrientes Cu, Fe, Mn e Zn e dos macronutrientes Ca, K e Mg foram determinados por meio de curva de calibração preparadas a partir de soluções estoque individual de 1000 mg L<sup>-1</sup> no preparo de soluções intermediárias nas seguintes concentrações: Cu (25 mg L<sup>-1</sup>), Fe (100 mg L<sup>-1</sup>), Mn (50 mg L<sup>-1</sup>), Zn (50 mg L<sup>-1</sup>), Ca (250 mg L<sup>-1</sup>), K (250 mg L<sup>-1</sup>) e Mg (250 mg L<sup>-1</sup>) em meio a 1,0 % (v/v) de HNO<sub>3</sub> e 1,0 % (m/v) de La. As medidas de absorbância foram realizadas utilizando as linhas analíticas principais para Cu (324,8 nm), Fe (248,3 nm), Mn (279,5 nm), Zn (213,9 nm), Ca (422,7 nm), K (766,5 nm) e secundária para Mg (202,6 nm) para atender o intervalo linear de trabalho selecionado.

A eficiência do preparo foi avaliada por meio de testes de adição e recuperação de analito. A repetibilidade do método também foi avaliada por meio do cálculo de desvio padrão relativo.

#### **4.3.1 Instrumentação**

A espécie oleaginosa foi seca em estufa Orion 515 (Fanem<sup>®</sup>, São Paulo, Brasil), processada em moinho multiuso TE 631/2 (Tecnal<sup>®</sup>, Piracicaba, Brasil) e pesada em balança analítica M214Ai (BEL Engineering, Piracicaba, Brasil). Para o procedimento de decomposição das amostras por via úmida em sistema aberto foi utilizado um bloco digestor TE-007MP (Tecnal<sup>®</sup>, Piracicaba, Brasil) contendo tubos de 100 mL (Figura 3).

**Figura 3** – Foto ilustrativa do bloco digestor TE-007MP.



**Fonte:** próprio autor

Micropipetas KASVI (10 – 100  $\mu\text{L}$ ) e (100 – 1000  $\mu\text{L}$ ) foram materiais volumétricos utilizados no preparo das soluções.

Para as medidas experimentais, foi utilizado o espectrômetro de absorção atômica em chama AA 240FS (*Agilent Technologies*<sup>®</sup>, Mulgrave, Victoria, Australia) equipado com lâmpadas de cátodo oco (LCO) monoelementares (Figura 4). Os parâmetros instrumentais utilizados estão descritos na Tabela 1. Para a determinação de Cu, Fe, Mn, Zn, Ca e Mg o equipamento foi ajustado para o modo de absorção atômica, e no modo de emissão atômica para a determinação de K, uma vez que a temperatura da chama ar/acetileno é suficiente para excitar os átomos de metais alcalinos sem que ocorra interferência de outras espécies.

**Figura 4** – Foto ilustrativa do equipamento de absorção atômica em chama AA 240FS em operação.



**Fonte:** próprio autor.

**Tabela 1** – Parâmetros instrumentais utilizados para determinação de Cu, Fe, Mn, Zn, Ca, K e Mg em planta por espectrometria atômica.

Parâmetros Instrumentais	Cu	Fe	Mn	Zn	Ca	K	Mg
Faixa de trabalho (mg L <sup>-1</sup> )	0,05-2,00	0,50-8,00	0,10-2,00	0,05-1,00	-----	0,50-4,00	-----
Linha atômica (nm)	324,8	248,3	279,5	213,9	422,7	766,5	202,6
Corrente da lâmpada (mA)	4	5	5	5	10	-----	4
Fenda de saída (nm)	0,5	0,2	0,2	1,0	0,5	1,0	1,0
Composição da chama	ar/acetileno						
Vazão de acetileno (L min <sup>-1</sup> )	2,0						
Vazão de oxidante (L min <sup>-1</sup> )	13,5						
Queimador (mm)	100						
Taxa de aspiração (mL min <sup>-1</sup> )	5,0						

#### 4.3.2 Reagentes e soluções analíticas

Todas as soluções foram preparadas com água deionizada (resistividade 18 MΩ cm) obtida a partir do sistema de purificação (Osmose Reversa GEHAKA OS10LXE). Para a decomposição do material (amostras devidamente moídas), foram utilizados HNO<sub>3</sub> [65% (v/v), Vetec<sup>®</sup>, Duque de Caxias, RJ, Brasil], HCl [37% (v/v), Vetec<sup>®</sup>, Duque de Caxias, RJ, Brasil] e H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> [30% (v/v), Vetec<sup>®</sup>, Duque de Caxias, RJ, Brasil].

Solução estoque contendo 5,0% (m/v) de lantânio (La) foi preparada pela dissolução de aproximadamente 29,59 g de La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [99,9% (m/m) pureza, Vetec<sup>®</sup>, Duque de Caxias, RJ, Brasil] em 60 mL de HCl concentrado e diluindo a 500,0 mL com água deionizada. Esta solução foi utilizada no preparo das soluções padrão e amostras na determinação de Ca e Mg.

Soluções padrão estoque monoelementares de  $1000 \text{ mg L}^{-1}$  (SpecSol<sup>®</sup>, SRM-682, EUA) foram utilizadas para preparo de soluções intermediárias de Cu, Fe, Mn, Zn, Ca, K e Mg. Estas soluções foram armazenadas em frascos de polipropileno (Nalgene<sup>®</sup>, Rochester, NY, EUA) e utilizadas no preparo de soluções analíticas de calibração.

As soluções analíticas multielementares de calibração foram preparadas por meio de diluição apropriada das soluções intermediárias nos intervalos:  $0,05 - 2,00 \text{ mg L}^{-1}$  (Cu),  $0,50 - 8,00 \text{ mg L}^{-1}$  (Fe),  $0,10 - 2,0 \text{ mg L}^{-1}$  (Mn),  $0,05 - 1,00 \text{ mg L}^{-1}$  (Zn) e  $0,50 - 4,00 \text{ mg L}^{-1}$  (Ca, K e Mg) em meio de 1,0% (m/v) de  $\text{HNO}_3$  e 1,0% (v/v) de La.

Todos os materiais utilizados foram descontaminados com água corrente e logo em seguida por imersão em solução 10% (v/v) de  $\text{HNO}_3$  por 24 h. Após esse período os materiais foram enxaguados com água destilada e deionizada.

#### **4.3.3 Otimização do método para determinação de Cu, Fe, Mn, Zn, Ca, K e Mg em espécie oleaginosa por espectrometria atômica**

A escolha do intervalo linear de trabalho e da linha atômica mais adequada para determinação de Cu, Fe, Mn, Zn, Ca, K e Mg nas espécies oleaginosas foi estabelecida de acordo com os teores dos analitos nas amostras, valores de coeficiente de correlação e sensibilidade das curvas analíticas obtidas após otimização dos parâmetros instrumentais, de modo a possibilitar a obtenção da máxima sensibilidade nas medidas. Os intervalos de trabalho estabelecidos, comprimento de onda e demais parâmetros instrumentais estão descritos acima na Tabela 1.

As determinações de Cu, Fe, Mn, Zn, Ca e Mg foram feitas no modo de absorção atômica, enquanto que K foi determinado no modo de emissão atômica. Todas as medidas foram feitas em triplicata. Para avaliar o procedimento de digestão por via úmida em sistema aberto, a exatidão foi avaliada por meio de testes de adição e recuperação de analito.

Devido aos elevados teores dos nutrientes na espécie oleaginosa, foram necessários diluições de até 40x, 10x, 10x, 125x, 2000x e 50x para Cu, Fe, Mn, Ca, K e Mg, respectivamente, para atender todos os elementos simultaneamente. Todas as soluções diluídas para determinação de Ca, K e Mg foram preparadas em meio a 1,0% (m/v) de La.

#### 4.3.4 Forma de análise dos resultados: tratamento estatístico

Os métodos empregados para determinação dos teores de Cu, Fe, Mn, Zn, Ca, K e Mg na espécie oleaginosa foi avaliado por meio do cálculo dos seguintes principais parâmetros de confiabilidade analítica: sensibilidade, intervalo linear de trabalho, precisão, exatidão e limites de detecção (LD) e quantificação (LQ) de acordo com o método descrito em literatura [70], empregando como ferramentas de cálculos os programas *Microsoft Excel*<sup>®</sup> e *Microcal OriginPro*<sup>®</sup> com auxílio das equações abaixo:

$$LD = \frac{3 \cdot sd^{branco}}{k} \quad Eq. 1$$

$$LQ = \frac{10 \cdot sd^{branco}}{k} \quad Eq. 2$$

em que:  $sd$  é o desvio padrão relativo para ( $n=12$ ) medidas do branco analítico da curva de calibração e o  $k$  é o coeficiente angular da curva de calibração (sensibilidade analítica).

Os resultados das determinações de Cu, Fe, Mn, Zn, Ca, K e Mg na amostra controle e também naquelas submetidas às rotações de cultura com soja e milho foram avaliados por meio de teste estatístico, e a concordância entre os valores médio obtido foi verificado pelo teste- $t$  de *Student*, ao nível de 95% de confiança, utilizando as equações Eq. 3 e Eq. 4, uma vez que este teste avalia a diferença entre as médias obtidas, sendo uma delas o valor controle [39].

$$s_{agrupado} = \sqrt{\frac{s^2_1(n_1-1) + s^2_2(n_2-1)}{n_1+n_2-2}} \quad Eq.3$$

$$t_{calc} = \frac{d}{s_{agrupado}} \cdot \sqrt{\frac{n_1 \cdot n_2}{n_1+n_2}} \quad Eq.4$$

em que:  $d$  é a diferença entre os valores das médias de cada método,  $s$  é o desvio padrão das médias,  $n$  é o número de repetições,  $t_{calc}$  é comparado com o  $t_{tabelado}$  para  $n_1 + n_2 - 2$  graus de liberdade,  $s_{agrupado}$  é o desvio-padrão agrupado fazendo uso de ambos os grupos de dados.

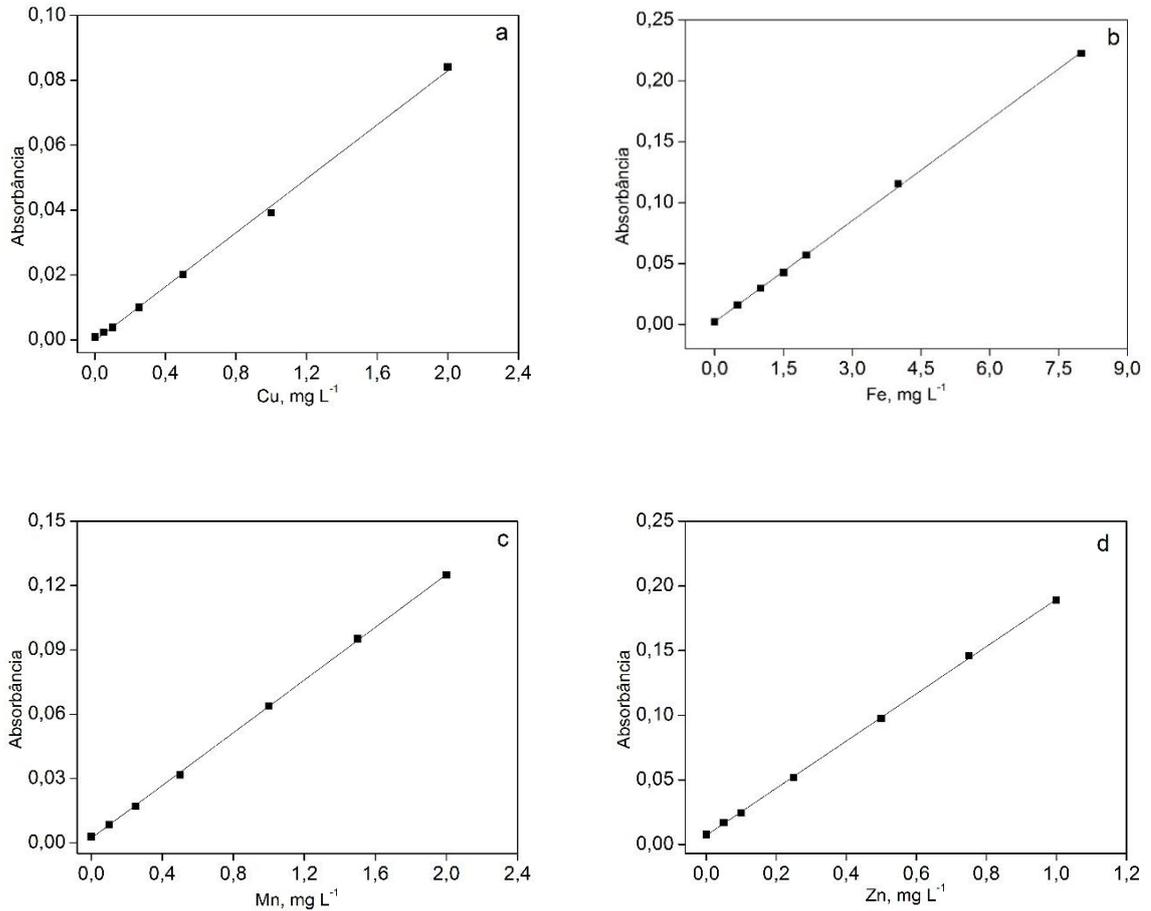
## **5 RESULTADOS E DISCUSSÃO**

### **5.1 Otimização dos parâmetros instrumentais para determinação de Cu, Fe, Mn, Zn, Ca, K e Mg por espectrometria atômica**

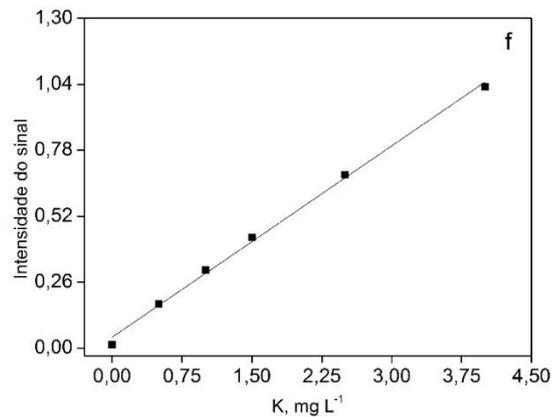
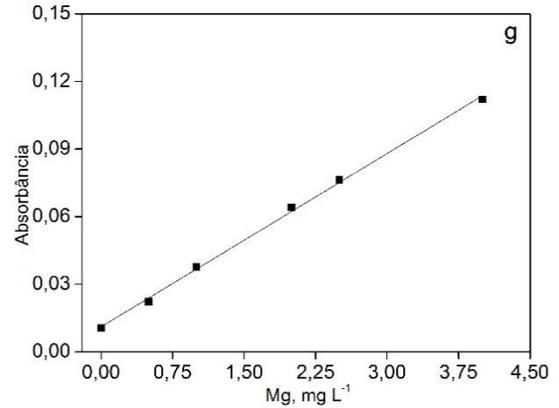
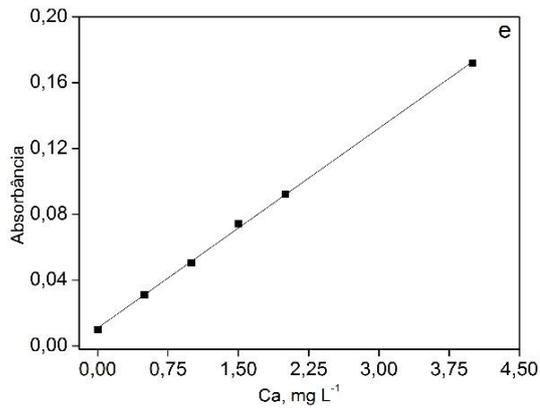
De modo geral, os teores dos micronutrientes Cu, Fe, Mn e Zn em plantas são da ordem de  $\mu\text{g g}^{-1}$ , enquanto que os macronutrientes são  $\text{mg g}^{-1}$ . Devido a esta diferença de concentração entre micro- e macronutriente, foi necessário diluir as soluções amostras para que estas pudessem se ajustar os intervalos lineares de calibração na determinação dos elementos.

A escolha do intervalo linear de trabalho e da linha atômica para determinação de Cu, Fe, Mn, Zn, Ca, K e Mg na espécie oleaginosa selecionada foi feita considerando trabalhos da literatura [47] e também seguindo a recomendação do fabricante [71], de modo a possibilitar a obtenção de sensibilidade satisfatória para as medidas, utilizando os parâmetros instrumentais descrito na Tabela 1. A Figura 5 ilustra curvas de calibração típicas obtidas para a determinação dos elementos.

**Figura 5** – Curvas analíticas para Cu (a), Fe (b), Mn (c), Zn (d), Ca (e), K (f) e Mg (g) obtidas nos comprimentos de onda 324,8 nm (Cu), 248,3 nm (Fe), 279,5 nm (Mn), 213,9 nm (Zn), 422,7 nm (Ca), 766,5 nm (K) e 202,6 nm (Mg) em meio de 1,0% (v/v) HNO<sub>3</sub> e 1,0% (v/v) La empregando os parâmetros instrumentais descritos na Tabela 1.



Continuação da Figura 5.



**Fonte:** próprio autor.

De acordo com as curvas analíticas apresentadas na Figura 5 pode-se observar que os intervalos de calibração utilizados para a determinação dos elementos foram os seguintes: 0,05 – 2,0 mg L<sup>-1</sup> (Cu); 0,5 – 8,00 mg L<sup>-1</sup> (Fe); 0,10 – 2,0 mg L<sup>-1</sup> (Mn); 0,05 – 1,00 mg L<sup>-1</sup> (Zn) e 0,50 – 4,00 mg L<sup>-1</sup> (Ca, K e Mg), com coeficientes de correlação linear acima de 0,9966 e desvios padrão relativos inferiores a 7,7 % na determinação dos elementos em amostras de plantas. A avaliação dos parâmetros de determinação dos analitos foi feita por meio do cálculo dos principais parâmetros de confiabilidade analítica e estão descritos na Tabela 2.

**Tabela 2** – Parâmetros de confiabilidade analítica relativos à determinação de Cu, Fe, Mn, Zn, Ca, K e Mg em amostra de planta oleaginosa.

<b>Elemento</b>	<b>Linha atômica (nm)</b>	<b>Sensibilidade</b>	<b>R</b>	<b>LD (<math>\mu\text{g L}^{-1}</math>)</b>	<b>LQ (<math>\mu\text{g L}^{-1}</math>)</b>	<b>RSD* (%)</b>
<b>Cu</b>	324,8	0,0416	0,9984	6,49	21,64	2,3
<b>Fe</b>	248,3	0,0277	0,9997	31,45	104,82	7,7
<b>Mn</b>	279,5	0,0615	0,9997	5,93	19,77	2,6
<b>Zn</b>	213,9	0,1825	0,9997	14,40	47,99	7,0
<b>Ca</b>	422,7	0,0405	0,9993	11,16	37,19	3,2
<b>K</b>	766,5	0,2515	0,9966	2,35	7,82	1,7
<b>Mg</b>	202,6	0,0256	0,9980	109,87	366,24	3,7

\*RSD: desvio padrão relativo.

A espectrometria atômica, seja esta operando no modo de absorção ou emissão, apresentou limite de detecção e quantificação satisfatórios, baixos valores de desvio padrão relativo e pode ser empregada na determinação de Cu, Fe, Mn, Zn, Ca, K e Mg em espécies oleaginosas.

## 5.2 Avaliação dos procedimentos de preparo de amostra por via úmida em sistema aberto

Ácidos inorgânicos concentrados e peróxido de hidrogênio são agentes oxidantes muito poderosos e amplamente utilizados na mineralização de amostras com elevado teor de matéria orgânica [40]. Na avaliação do procedimento de preparo de amostra de espécies oleaginosas, foram utilizados os ácidos  $\text{HNO}_3$  e  $\text{HCl}$  combinados com  $\text{H}_2\text{O}_2$ .

Os procedimentos de digestão foram avaliados considerando o aspecto físico, o tempo necessário para a completa digestão e quanto à dificuldade na execução. Alguns problemas foram observados com os procedimentos 1, 2 e 3 durante a digestão. No procedimento 1, os vapores gasosos liberados pela reação arrastou parte da amostra para fora do tubo, e a temperatura utilizada em  $180\text{ }^\circ\text{C}$  secou rapidamente as soluções nos tubos. Mesmo ajustando à temperatura, de modo a minimizar estes problemas, a digestão não foi satisfatória. No procedimento 2, o uso de  $\text{H}_2\text{O}_2$  não apresentou resultados satisfatório na decomposição, uma vez que ao final da digestão o aspecto da solução (digerido) era bastante turvo, indicando que a digestão das amostras não foi completa. No procedimento 3, a dificuldade de execução, como, secura da amostra e solução turva durante a reação ficou bastante evidenciada quando a temperatura ultrapassava  $120\text{ }^\circ\text{C}$ . Acima desta temperatura o volume da solução diminuía

rapidamente, levando à mistura a quase secura. No procedimento 4, as proporções de reagentes, temperatura e tempo de reação conduziram para uma solução levemente amarelada, cristalina e de fácil execução. A Figura 6 ilustra o aspecto físico dos digeridos finais utilizando o procedimento de decomposição.

**Figura 6** – Foto ilustrativa do aspecto físico das amostras de cártamo após a decomposição por via úmida em sistema aberto do procedimento 4.



**Fonte:** próprio autor.

Após verificar a eficiência, quanto ao aspecto físico dos digeridos nos procedimentos de digestão por via úmida em sistema aberto, o procedimento de digestão n. 4 foi validado por meio de testes de adição e recuperação de analito utilizando a amostra de cártamo da terceira coleta (60 DAE) na safra de 2014. Os resultados estão apresentados na Tabela 3.

**Tabela 3** – Resultados (%) da recuperação de Cu, Fe, Mn, Zn, Ca, K e Mg ( $\text{mg L}^{-1}$ ) na amostra de cártamo digerida por via úmida em sistema aberto com aquecimento convencional.

Elemento	Concentração, $\text{mg L}^{-1}$		Recuperação (%)
	Adicionado	Determinado	
<b>Cu</b>	0,15	0,14	93,3
<b>Fe</b>	5,00	5,35	107,0
<b>Mn</b>	0,56	0,55	98,2
<b>Zn</b>	0,35	0,34	97,1
<b>Ca</b>	18,70	17,01	90,9
<b>K</b>	92,70	85,43	92,2
<b>Mg</b>	0,75	0,77	102,7

Observa-se que os valores de recuperação para os elementos variaram entre 90,9 – 107,0%, indicando que o método mostrou-se eficiente para decomposição da espécie oleaginosa. Diante destes resultados, esse procedimento foi escolhido para a continuidade do trabalho. .

### 5.3 Determinação de Cu, Fe, Mn, Zn, Ca, K e Mg na avaliação do acúmulo e da marcha de absorção de nutrientes

A marcha de absorção dos micronutrientes Cu, Fe, Mn e Zn e dos macronutrientes Ca, K e Mg foi avaliada com o plantio da oleaginosa cártamo em sistema de rotação de cultura com soja na safra do ano de 2014 com milho na safra do ano de 2015. Nas duas situações, o sistema de plantio com rotação de cultura foi comparado com a cultivar oleaginosa cártamo sem rotação de cultura, doravante denominada como controle. A estratégia adotada neste caso permitiu uma comparação entre os sistemas utilizados e avaliar a influência da rotação de cultura na melhoria da capacidade de absorção dos macronutrientes e crescimento vegetativo. Para esta avaliação, foram efetuadas coletas em diferentes fases de crescimento da planta, denominadas dias após a emergência (DAE).

#### 5.3.1 Sistema de rotação de cultura com soja

Para a rotação de cultura com soja, as coletas foram realizadas aos 30, 45, 60, 70, 85, 100, 115, 125 e 140 DAE, sendo os 140 DAE corresponde ao período de encerramento da safra. A primeira impressão observada na cultura submetida à rotação de cultura com soja foi à diferença de altura de planta. No início do crescimento vegetativo a cultura do cártamo

apresentou cerca de 20 cm, independente se estavam ou não submetidas à rotação de cultura. No entanto, ao final da safra as plantas submetidas à rotação de cultura apresentaram altura média de planta de 140 cm, ligeiramente superior aquelas sem rotação, uma vez que as alturas médias das plantas foram de 120 cm.

Com relação à marcha de absorção e o acúmulo de nutrientes na espécie oleaginosa cártamo cultivado com a rotação de cultura com soja e também na cultura controle, os teores de Cu, Fe, Mn, Zn, Ca, K e Mg determinados até o período de florescimento estão apresentados na Tabela 4.

**Tabela 4** – Resultados (média  $\pm$  desvio padrão) da determinação ( $n=3$ ) de Cu, Mn e Zn ( $\mu\text{g/planta}$ ) e Ca, Fe, K e Mg ( $\text{mg/planta}$ ) na avaliação da marcha de absorção de nutrientes na espécie oleaginosa cártamo cultivada em sistema de rotação de cultura com soja e no controle.

Elementos	Espécie	Dias após a emergência (DAE)						
		30	45	60	70	85	100	115
Cu	CCR	4,58 $\pm$ 0,39	7,33 $\pm$ 0,20	97,84 $\pm$ 0,39	48,64 $\pm$ 0,01	101,99 $\pm$ 0,38	1102,38 $\pm$ 3,53	5271,23 $\pm$ 20,15
	CSR	3,72 $\pm$ 0,65	11,99 $\pm$ 0,62	39,42 $\pm$ 0,28	83,40 $\pm$ 1,45	49,17 $\pm$ 0,63	916,42 $\pm$ 2,79	2589,54 $\pm$ 18,15
Fe	CCR	0,08 $\pm$ 0,003	0,47 $\pm$ 0,01	1,35 $\pm$ 0,03	9,42 $\pm$ 0,35	2,98 $\pm$ 0,02	1,73 $\pm$ 0,01	6,47 $\pm$ 0,01
	CSR	0,10 $\pm$ 0,006	0,38 $\pm$ 0,02	1,60 $\pm$ 0,06	2,18 $\pm$ 0,05	2,91 $\pm$ 0,03	1,86 $\pm$ 0,02	4,24 $\pm$ 0,03
Mn	CCR	20,60 $\pm$ 3,16	62,14 $\pm$ 5,07	253,66 $\pm$ 1,62	387,78 $\pm$ 3,76	812,11 $\pm$ 3,37	227,64 $\pm$ 0,74	591,68 $\pm$ 1,31
	CSR	7,86 $\pm$ 0,89	19,56 $\pm$ 0,55	170,66 $\pm$ 2,23	373,02 $\pm$ 2,53	285,34 $\pm$ 0,68	387,32 $\pm$ 2,61	162,25 $\pm$ 0,47
Zn	CCR	10,07 $\pm$ 0,56	49,90 $\pm$ 0,32	96,67 $\pm$ 0,17	639,42 $\pm$ 5,52	208,46 $\pm$ 1,85	144,31 $\pm$ 1,13	337,68 $\pm$ 0,42
	CSR	7,75 $\pm$ 0,79	42,64 $\pm$ 0,25	102,98 $\pm$ 0,59	248,73 $\pm$ 2,86	159,38 $\pm$ 0,94	194,66 $\pm$ 0,25	158,94 $\pm$ 1,28
Ca	CCR	3,42 $\pm$ 0,23	12,08 $\pm$ 0,76	32,98 $\pm$ 0,15	73,24 $\pm$ 0,05	94,37 $\pm$ 0,33	146,79 $\pm$ 0,15	156,60 $\pm$ 0,81
	CSR	2,07 $\pm$ 0,05	11,73 $\pm$ 0,18	27,59 $\pm$ 0,09	44,89 $\pm$ 0,09	48,12 $\pm$ 0,32	77,69 $\pm$ 0,09	66,58 $\pm$ 0,05
K	CCR	8,01 $\pm$ 0,48	29,25 $\pm$ 0,90	99,83 $\pm$ 3,05	93,02 $\pm$ 2,65	106,55 $\pm$ 0,74	124,43 $\pm$ 0,33	273,85 $\pm$ 2,37
	CSR	7,47 $\pm$ 0,59	55,73 $\pm$ 2,24	115,75 $\pm$ 0,65	147,22 $\pm$ 0,47	122,62 $\pm$ 1,43	158,98 $\pm$ 1,86	144,93 $\pm$ 1,57
Mg	CCR	0,66 $\pm$ 0,05	1,22 $\pm$ 0,07	1,21 $\pm$ 0,07	5,72 $\pm$ 0,23	13,23 $\pm$ 0,11	32,71 $\pm$ 0,65	12,57 $\pm$ 0,32
	CSR	0,61 $\pm$ 0,04	2,50 $\pm$ 0,12	1,37 $\pm$ 0,05	8,02 $\pm$ 0,08	7,35 $\pm$ 0,09	18,33 $\pm$ 0,53	12,47 $\pm$ 0,23

CCR: cártamo com rotação de cultura, CSR: cártamo sem rotação de cultura.

A concentração média de Cu, Fe, Mn, Zn, Ca, K e Mg na cultura de cártamo aumentou da primeira para a última coleta em cada um dos dois experimentos, ou seja, aumentou gradualmente com o desenvolvimento vegetativo da cultura. De acordo com os resultados obtidos, a sequência a seguir ilustra a ordem de concentração dos nutrientes na planta:  $K > Ca > Mg > Fe > Mn > Zn > Cu$ . As menores concentrações descritas na Tabela 4, em muitos casos, foram determinadas para os 30 DAE, e os mais elevados para 100 ou 115 DAE.

Os intervalos de concentração encontrados para os nutrientes foram:  $4,58 \pm 0,39 - 5271,23 \pm 20,15$   $\mu\text{g/planta}$  (Cu),  $0,080 \pm 0,003 - 9,42 \pm 0,35$   $\text{mg/planta}$  (Fe),  $20,60 \pm 3,16 - 812,11 \pm 3,37$   $\mu\text{g/planta}$  (Mn),  $10,07 \pm 0,56 - 639,42 \pm 5,52$   $\mu\text{g/planta}$  (Zn),  $3,42 \pm 0,23 - 156,60 \pm 0,81$   $\text{mg/planta}$  (Ca),  $8,01 \pm 0,48 - 273,85 \pm 2,37$   $\text{mg/planta}$  (K),  $0,66 \pm 0,05 - 32,71 \pm 0,65$   $\text{mg/planta}$  (Mg) (com rotação de cultura) e  $3,72 \pm 0,65 - 2589,54 \pm 18,15$   $\mu\text{g/planta}$  (Cu),  $0,100 \pm 0,006 - 4,24 \pm 0,03$   $\text{mg/planta}$  (Fe),  $7,86 \pm 0,89 - 387,32 \pm 2,61$   $\mu\text{g/planta}$  (Mn),  $7,75 \pm 0,79 - 258,73 \pm 2,86$   $\mu\text{g/planta}$  (Zn),  $2,07 \pm 0,05 - 77,69 \pm 0,09$   $\text{mg/planta}$  (Ca),  $7,47 \pm 0,59 - 158,98 \pm 1,86$   $\text{mg/planta}$  (K),  $0,61 \pm 0,04 - 18,33 \pm 0,53$   $\text{mg/planta}$  (Mg) (controle). Os desvios padrões relativo (n=3) obtidos na determinação dos elementos nas amostras variaram de 0,22 – 8,82 % (Cu); 0,15 – 6,00 % (Fe); 1,46 – 10,30 % (Mn); 0,43 – 8,13 % (Zn); 0,07 – 9,06 % (Ca); 0,18 – 8,97 % (K) e 0,34 – 8,85 % (Mg).

Observando os resultados apresentados na Tabela 4, o K foi o macronutriente absorvido e/ou exigido em maiores quantidades pela planta entre os nutrientes determinados, independente se submetido ou não à rotação de cultura com soja. Os teores mais elevados para K na cultura do cártamo foi observado aos 115 DAE quando a quantidade acumulada foi de  $273,85 \pm 2,37$   $\text{mg/planta}$ , obtidos quando a espécie foi submetida à rotação de cultura com a soja, bem superiores ao maior valor ( $158,98 \pm 1,86$   $\text{mg/planta}$ ) obtido aos 100 DAE na cultura controle. Notou-se que no controle, a planta absorveu o necessário até os 70 DAE para o seu crescimento vegetativo e manteve-se até o final da safra, diferentemente da cultura com rotação que teve uma absorção crescente até os 115 DAE, onde foi determinado o maior teor de K.

Comportamento semelhante foi observado para os elementos Ca e Mg, no entanto o acúmulo destes nutrientes nas culturas foi em menores quantidades. Observou-se que o acúmulo máximo de Ca foi aos 115 DAE nas plantas cultivadas com rotação de soja com teor de  $156,60 \pm 0,81$   $\text{mg/planta}$ , e de  $77,69 \pm 0,09$   $\text{mg/planta}$  aos 100 DAE no controle. Para o Mg o acúmulo máximo foi aos 100 DAE, com valores de  $32,71 \pm 0,65$   $\text{mg/planta}$  para as oleaginosas em sistema de rotação de cultura. Este teor é aproximadamente 2 vezes maior que os  $18,33 \pm 0,53$   $\text{mg/planta}$  na oleaginosa cultivada sem rotação de cultura. Vale ressaltar que os teores de Mg

diminuíram drasticamente dos 100 DAE para os 115 DAE independente se submetida ou não à rotação de cultura.

Em relação aos micronutrientes, o Fe foi o nutriente absorvido e/ou exigido em maiores quantidades, independente se submetido ou não a rotação de cultura com a soja. O acúmulo máximo foi aos 70 DAE com  $9,42 \pm 0,35$  mg/planta para a oleaginosa em sistema de rotação de cultura e de  $4,24 \pm 0,03$  mg/planta aos 115 DAE no controle. Para o Cu os teores mais elevados foram aos 115 DAE com  $5271,23 \pm 20,15$  µg/planta com a rotação cultura e  $2589,54 \pm 18,15$  µg/planta para o controle. Em relação ao Mn, observou-se que o acúmulo máximo foi aos 85 DAE com  $812,11 \pm 3,37$  µg/planta em sistema de rotação de cultura. Valor que representa o dobro para aquele obtido ( $387,32 \pm 2,61$  µg/planta) aos 100 DAE na cultura controle. O acúmulo máximo de Zn foi aos 70 DAE com  $639,42 \pm 5,52$  µg/planta para a espécie submetida à rotação com soja e de  $248,73 \pm 2,86$  µg/planta para a cultura controle. De acordo com os valores apresentados, podemos observar que em grande parte do experimento o sistema submetido à rotação de cultura com soja apresentou os mais elevados teores para os nutrientes determinados.

Podem ocorrer variações nas concentrações dos nutrientes dependendo da planta e do órgão/segmento analisado [25]. Não foram encontrados na literatura informações de marcha de absorção e acúmulo de nutrientes na espécie cártamo para efeito de comparação com os resultados obtidos neste trabalho. Com o início do florescimento as plantas foram divididas nos segmentos caule, folha, flor e semente, e os teores dos micro- e macronutrientes estão descritos na Tabela 5.

**Tabela 5** – Resultados (média  $\pm$  desvio padrão) da determinação ( $n=3$ ) de Cu, Mn e Zn ( $\mu\text{g/planta}$ ) e Ca, Fe, K e Mg ( $\text{mg/planta}$ ) na avaliação da marcha de absorção de nutrientes na espécie oleaginosa cártamo (caule, folha, flor e semente) cultivada em sistema de rotação de cultura com soja e no controle.

Elementos	Espécie	Dias após a emergência (DAE)		
		115	125	140
Cu	CCR	5271,23 $\pm$ 20,15	-	-
	CCRC	-	8189,86 $\pm$ 92,75	48682,44 $\pm$ 150,65
	CCRF	-	2861,51 $\pm$ 5,48	4597,17 $\pm$ 42,89
	CCRL	-	-	11219,15 $\pm$ 84,43
	CCRS	-	-	1032,87 $\pm$ 4,81
	CSR	2589,54 $\pm$ 18,15	-	-
	CSRC	-	5248,97 $\pm$ 43,25	18396,06 $\pm$ 58,64
	CSRF	-	571,89 $\pm$ 6,39	1672,96 $\pm$ 9,03
	CSRL	-	-	6430,94 $\pm$ 2,33
	CSRS	-	-	1063,68 $\pm$ 6,29
	Fe	CCR	6,47 $\pm$ 0,01	
CCRC			1,80 $\pm$ 0,01	5,93 $\pm$ 0,02
CCRF			2,11 $\pm$ 0,02	27,74 $\pm$ 0,31
CCRL			-	2,99 $\pm$ 0,01
CCRS			-	0,04 $\pm$ 0,002
CSR		4,24 $\pm$ 0,03		
CSRC			0,74 $\pm$ 0,01	2,26 $\pm$ 0,02
CSRF			2,56 $\pm$ 0,05	6,38 $\pm$ 0,16
CSRL			-	1,38 $\pm$ 0,01
CSRS			-	0,06 $\pm$ 0,002
Mn	CCR	591,68 $\pm$ 1,31		
	CCRC		110,53 $\pm$ 0,42	134,73 $\pm$ 0,56
	CCRF		558,88 $\pm$ 1,89	1021,77 $\pm$ 10,15
	CCRL		-	222,48 $\pm$ 0,19
	CCRS		-	36,17 $\pm$ 0,37
	CSR	162,25 $\pm$ 0,47		
	CSRC		22,51 $\pm$ 0,21	0,17 $\pm$ 3,94E-05
	CSRF		472,85 $\pm$ 3,09	348,77 $\pm$ 4,05
	CSRL		-	106,03 $\pm$ 0,07
	CSRS		-	9,83 $\pm$ 0,98

Continuação da Tabela 5.

<b>Zn</b>	CCR	337,68 ± 0,42			
	CCRC		4,21 ± 0,04	75,51 ± 0,48	
	CCRF		149,63 ± 0,91	146,90 ± 0,05	
	CCRL		-	94,01 ± 1,01	
	CCRS		-	178,23 ± 1,46	
	CSR	158,94 ± 1,28			
	CSRC		15,70 ± 0,16	52,52 ± 0,32	
	CSRF		162,78 ± 0,27	159,06 ± 0,37	
	CSRL		-	105,40 ± 0,53	
	CSRS		-	92,53 ± 1,97	
	<b>Ca</b>	CCR	156,60 ± 0,81		
		CCRC		10,29 ± 0,13	38,55 ± 0,06
CCRF			56,33 ± 0,79	52,17 ± 1,02	
CCRL			-	57,62 ± 0,36	
CCRS			-	7,35 ± 0,03	
CSR		66,58 ± 0,05			
CSRC			15,97 ± 0,11	19,05 ± 0,16	
CSRF			72,85 ± 0,67	52,81 ± 0,14	
CSRL			-	44,06 ± 0,04	
CSRS			-	3,50 ± 0,01	
<b>K</b>		CCR	273,85 ± 2,37		
		CCRC		54,39 ± 0,63	108,83 ± 0,65
	CCRF		96,28 ± 0,73	19,24 ± 0,31	
	CCRL		-	127,06 ± 1,29	
	CCRS		-	15,56 ± 0,05	
	CSR	144,93 ± 1,57			
	CSRC		148,45 ± 1,32	130,58 ± 0,08	
	CSRF		136,96 ± 0,16	63,85 ± 0,52	
	CSRL		-	79,74 ± 0,19	
	CSRS		-	7,47 ± 0,01	

Continuação da Tabela 5.

<b>Mg</b>	CCR	12,57 ± 0,32	
	CCRC		3,35 ± 0,01
	CCRF		5,96 ± 0,01
	CCRL		8,28 ± 0,06
	CCRS		3,82 ± 0,02
	CSR	12,47 ± 0,23	
	CSRC		9,18 ± 0,02
	CSRF		11,41 ± 0,09
	CSRL		6,38 ± 0,03
	CSRS		17,77 ± 0,11

CCRC: Cártamo com rotação de cultura CAULE; CCRF: Cártamo com rotação de cultura FOLHA; CCRL: Cártamo com rotação de cultura FLOR; CCRS: Cártamo com rotação de cultura SEMENTE; CSRC: Cártamo sem rotação de cultura CAULE; CSRF: Cártamo sem rotação de cultura FOLHA; CSRL: Cártamo sem rotação de cultura FLOR; CSRS: Cártamo sem rotação de cultura SEMENTE. PS: Período de encerramento da safra.

Observando os resultados obtidos na Tabela 5, a redistribuição dos nutrientes na planta ocorreram de forma diferente entre os elementos em cada segmento da planta. Como pode ser observado, as maiores concentrações de Cu, K e Mg foram determinadas no caule com os teores de  $48682,44 \pm 150,65$  µg/planta,  $148,45 \pm 1,32$  mg/planta e  $19,05 \pm 0,01$  mg/planta, respectivamente. Os micronutrientes Fe e Mn apresentaram uma elevada concentração nas folhas com valores de  $27,74 \pm 0,31$  mg/planta e  $1021,77$  µg/planta, respectivamente. Somente para Zn foi determinada a maior concentração nas sementes com  $178,23 \pm 1,46$  µg/planta.

Nota-se que os menores acúmulos de nutrientes para grande parte dos elementos foram determinados nas sementes, e os maiores nas folhas, com exceção ao Zn que apresentou um comportamento diferente onde as menores concentrações foram determinadas no caule, enquanto os maiores nas sementes.

De acordo com os resultados apresentados na Tabela 5, a espécie oleaginosa cultivada em solo submetido à rotação de cultura com a soja apresentou valores superiores aos obtidos para a cultivar controle até os 115 DAE, haja vista que até este período a planta não era segmentada, ou seja, a composição desta amostra era feita por toda a planta coletada. Após a divisão da planta podemos notar que à rotação de cultura com a soja influenciou na absorção em grande parte dos elementos na planta, assim como foi observado antes da planta ser dividida. Para o Cu, Fe, Mn e Ca foram obtidos concentrações mais elevadas em cártamo submetido à rotação de soja, porém, para Zn, K e Mg foi inverso, os maiores teores destes elementos foram

determinados em cártamo cultivado no controle. Nota-se que os maiores teores de nutrientes foram obtidos para a cultura submetida à rotação de cultura com soja, apresentando acúmulo máximo, para a grande maioria aos 140 DAE.

Os desvios padrões relativo (n=3) obtidos na determinação dos elementos nas amostras variaram de 0,26 – 8,55 % (Cu); 0,33 – 6,67 % (Fe); 0,25 – 9,67 % (Mn); 0,19 – 9,22 % (Zn); 0,56 – 9,87 % (Ca); 0,03 – 8,76 % (K) e 0,93 – 6,46 % (Mg).

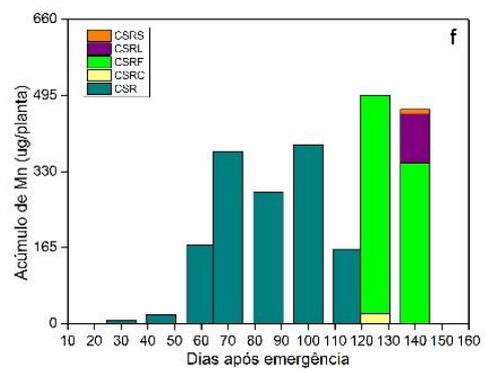
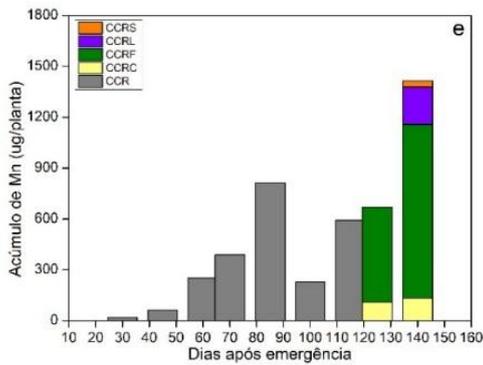
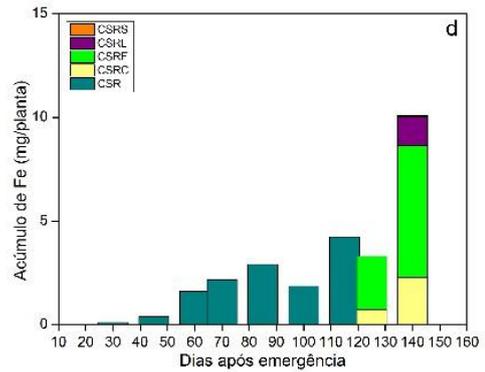
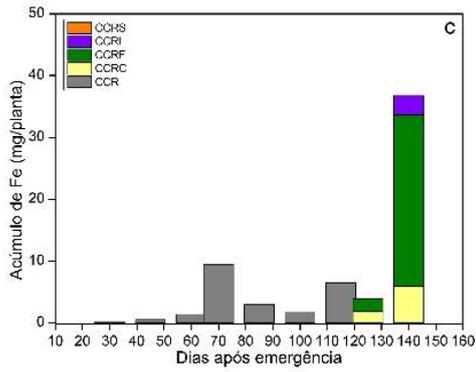
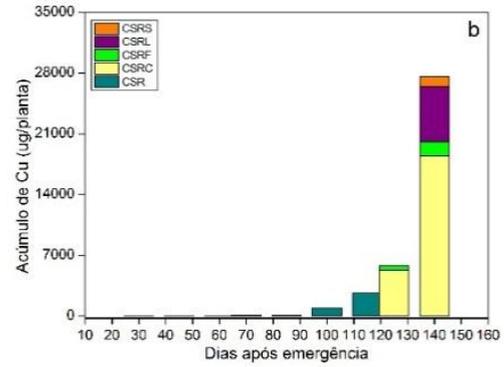
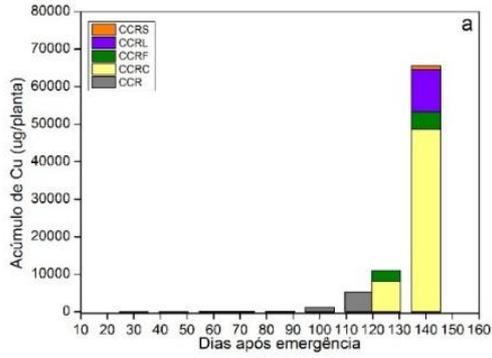
De acordo com os resultados obtidos, a sequência a seguir ilustra a ordem de concentração dos nutrientes na planta:  $K > Ca > Mg > Fe > Cu > Mn > Zn$ . Notou-se uma inversão nesta ordem após a planta ser fracionada em caule, folha, flor e semente.

A Figura 7 ilustra a marcha de absorção e o acúmulo de nutrientes durante toda a safra de 2014, ou seja, mostra o teor de Cu, Fe, Mn, Zn, Ca, K e Mg durante o crescimento vegetativo da cultivar oleaginosa e também após a divisão da planta em caule, folha, flor e semente.

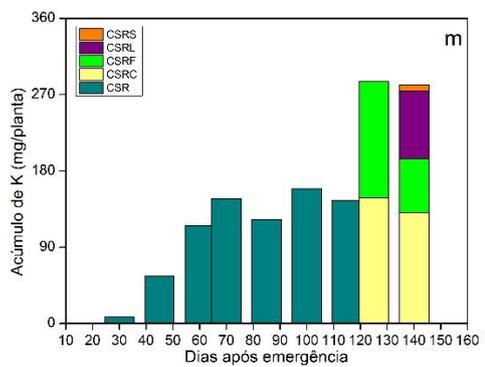
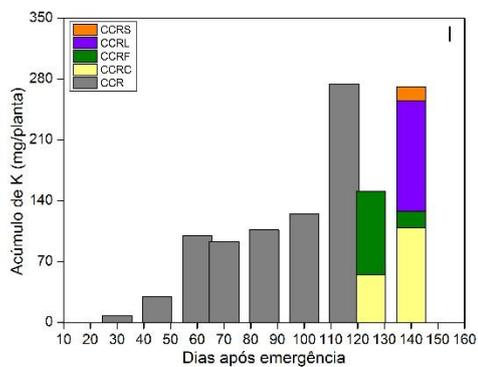
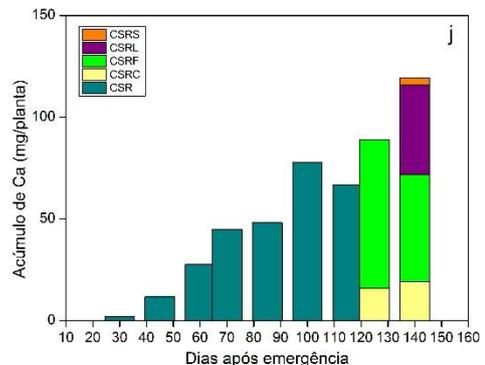
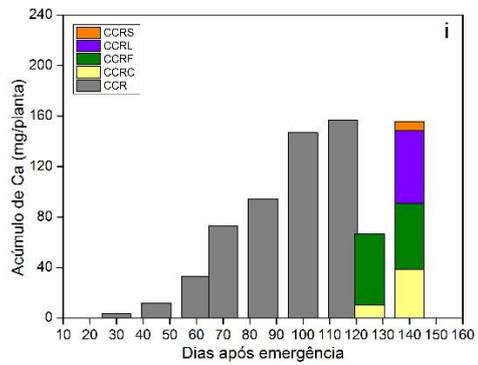
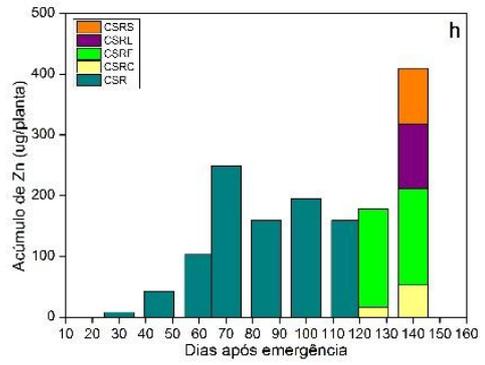
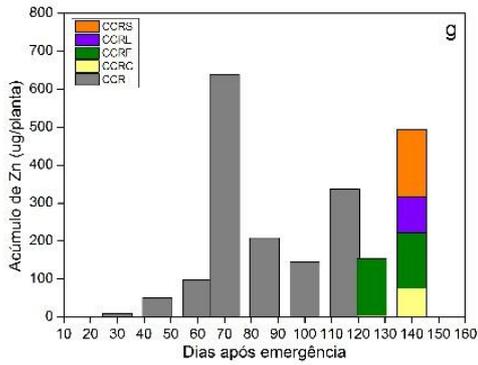
**Figura 7** – Marcha de absorção e acúmulo de cobre (a, b), ferro (c, d), manganês (e, f), zinco (g, h), cálcio (i, j), potássio (l, m) e magnésio (n, o) durante o crescimento vegetativo da cultura do cartamo em sistema de rotação de cultura com soja (à esquerda) e na cultura controle (à direita).

CCR (cartamo com rotação)     
  C (caule)     
  F (folha)     
  L (flor)     
  S (semente)

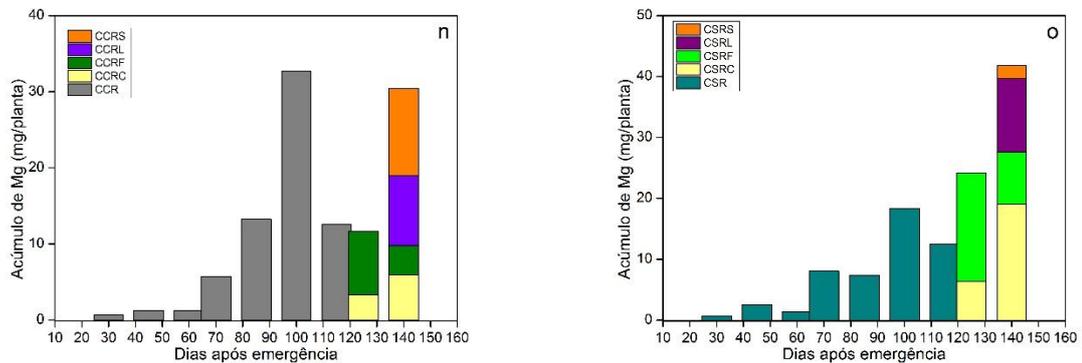
CSR (cartamo sem rotação)     
  C (caule)     
  F (folha)     
  L (flor)     
  S (semente)



Continuação da Figura 7.



Continuação da Figura 7.



CCRC: Cártamo com rotação de cultura CAULE; CCRF: Cártamo com rotação de cultura FOLHA; CCRL: Cártamo com rotação de cultura FLOR; CCRS: Cártamo com rotação de cultura SEMENTE; CSRC: Cártamo sem rotação de cultura CAULE; CSRF: Cártamo sem rotação de cultura FOLHA; CSRL: Cártamo sem rotação de cultura FLOR; CSRS: Cártamo sem rotação de cultura SEMENTE.

**Fonte:** próprio autor.

De acordo com os gráficos apresentados na Figura 7 podemos observar um aumento gradativo dos nutrientes na planta, ou seja, a marcha de absorção e o acúmulo de cada nutriente no cártamo durante o desenvolvimento da cultura. Vale ressaltar que para a oleaginosa estudada submetida à rotação de cultura com a soja, foi observado um incremento/absorção bastante significativo para Cu, Zn, K, Mg aos 100, 70, 115 e 100 DAE, respectivamente. Estes resultados demonstram o período que os elementos são mais exigidos pela planta. Diferentemente da cultura controle, cujo acúmulo de nutrientes foi gradativamente crescente durante todo o período de desenvolvimento da planta.

Outro fator bastante importante e que pode ser observado claramente nos resultados apresentados na Tabela 5 ou Figura 7 é o local/parte da planta na qual os nutrientes estão acumulados em maior quantidade. Os resultados mostram que a maior quantidade dos nutrientes absorvidos pela planta estão acumulados nas folhas. Estes resultados comprovam que para avaliar a diagnose nutricional de uma determinada cultura, a folha é a parte da planta que melhor informa ou reproduz com mais confiança o estado nutricional da cultura.

### 5.3.2 Sistema de rotação de cultura com milho

Na avaliação da altura da planta para o cártamo submetido à rotação de cultura com milho, foram observados resultados semelhantes aos obtidos para a rotação com a soja. No início do crescimento vegetativo a cultura da oleaginosa apresentou cerca de 25 cm, independente se estavam ou não submetidas à rotação de cultura. Porém, ao final do ciclo

vegetativo, a cultura de cártamo submetida à rotação de cultura com milho apresentou altura de 150 cm, superior aos 120 cm na cultivar controle.

A marcha de absorção e o acúmulo de nutrientes no cártamo cultivado com rotação de cultura de milho e no controle, também foram avaliados até o período de florescimento com coletas de toda parte aérea da planta (45, 60, 75, 90 DAE). Após o florescimento, as plantas foram coletadas (105, 120 e 135 DAE) e divididas em caule/folha, caule, folha e flor. Os teores de Cu, Fe, Mn, Zn, Ca, K e Mg até o período de florescimento estão apresentados na Tabela 6.

**Tabela 6** – Resultados (média  $\pm$  desvio padrão) da determinação ( $n=3$ ) de Cu, Fe, Mn e Zn ( $\mu\text{g/planta}$ ) e Ca, K, Mg ( $\text{mg/planta}$ ) na avaliação da marcha de absorção de nutrientes na espécie oleaginosa cártamo cultivadas em sistema de rotação de cultura com milho e no controle.

Elementos	*Espécie	Dias após a emergência (DAE)			
		45	60	75	90
Cu	CCR	13,50 $\pm$ 0,85	45,33 $\pm$ 0,29	125,80 $\pm$ 0,18	48,44 $\pm$ 0,01
	CSR	7,71 $\pm$ 0,07	32,32 $\pm$ 0,18	117,05 $\pm$ 0,06	25,17 $\pm$ 0,09
Fe	CCR	42,04 $\pm$ 2,13	157,36 $\pm$ 0,63	328,71 $\pm$ 1,62	91,91 $\pm$ 0,45
	CSR	66,49 $\pm$ 4,45	130,08 $\pm$ 2,85	94,23 $\pm$ 0,03	110,91 $\pm$ 0,87
Mn	CCR	66,84 $\pm$ 2,23	206,51 $\pm$ 1,37	142,81 $\pm$ 0,56	524,02 $\pm$ 0,28
	CSR	18,52 $\pm$ 0,71	56,50 $\pm$ 0,81	343,15 $\pm$ 1,96	121,78 $\pm$ 0,80
Zn	CCR	31,79 $\pm$ 0,04	105,79 $\pm$ 0,95	287,30 $\pm$ 1,23	247,07 $\pm$ 0,66
	CSR	29,34 $\pm$ 0,53	64,79 $\pm$ 0,09	199,01 $\pm$ 0,02	158,31 $\pm$ 0,39
Ca	CCR	12,96 $\pm$ 0,03	25,54 $\pm$ 0,21	54,64 $\pm$ 0,25	54,58 $\pm$ 0,12
	CSR	10,53 $\pm$ 0,01	18,42 $\pm$ 0,22	50,81 $\pm$ 0,34	38,87 $\pm$ 0,05
K	CCR	10,55 $\pm$ 0,74	29,80 $\pm$ 0,21	211,89 $\pm$ 1,08	86,67 $\pm$ 0,36
	CSR	34,79 $\pm$ 0,32	70,81 $\pm$ 1,39	97,07 $\pm$ 0,29	96,17 $\pm$ 0,25
Mg	CCR	4,24 $\pm$ 0,18	11,91 $\pm$ 0,03	21,72 $\pm$ 0,12	32,98 $\pm$ 0,05
	CSR	3,59 $\pm$ 0,12	6,19 $\pm$ 0,10	29,46 $\pm$ 0,08	20,97 $\pm$ 0,02

CCR: cártamo com rotação de cultura, CSR: cártamo sem rotação de cultura.

Para a espécie oleaginosa cultivada em rotação de cultura com o milho e no controle, o acúmulo de nutrientes seguiu a ordem: K > Ca > Mg > Mn > Fe > Zn > Cu até o florescimento, correspondente aos intervalo de 45 a 90 DAE.

Conforme pode ser observado na Tabela 6, o acúmulo máximo de nutrientes ocorreu, em grande parte, no período de 75 dias após a emergência. Somente Mn e Zn apresentaram

valores mais elevados aos 90 DAE para a cultura submetida à rotação com milho. Os intervalos de concentração determinados para os nutrientes foram:  $13,50 \pm 0,85 - 125,80 \pm 0,18$   $\mu\text{g/planta}$  (Cu),  $42,04 \pm 2,13 - 328,71 \pm 1,62$   $\mu\text{g/planta}$  (Fe),  $66,84 \pm 2,23 - 524,02 \pm 0,28$   $\mu\text{g/planta}$  (Mn),  $31,79 \pm 0,04 - 287,30 \pm 1,23$   $\mu\text{g/planta}$  (Zn),  $12,96 \pm 0,03 - 54,64 \pm 0,25$   $\text{mg/planta}$  (Ca),  $10,55 \pm 0,74 - 211,89 \pm 1,08$   $\text{mg/planta}$  (K),  $4,24 \pm 0,18 - 32,98 \pm 0,05$   $\text{mg/planta}$  (Mg) (com rotação de cultura);  $7,71 \pm 0,07 - 117,05 \pm 0,06$   $\mu\text{g/planta}$  (Cu),  $66,49 \pm 4,45 - 130,08 \pm 2,85$   $\mu\text{g/planta}$  (Fe),  $18,52 \pm 0,71 - 343,15 \pm 1,96$   $\mu\text{g/planta}$  (Mn),  $29,34 \pm 0,53 - 199,01 \pm 0,02$   $\mu\text{g/planta}$  (Zn),  $10,53 \pm 0,01 - 50,81 \pm 0,34$   $\text{mg/planta}$  (Ca),  $34,79 \pm 0,32 - 97,07 \pm 0,29$   $\text{mg/planta}$  (K),  $3,59 \pm 0,12 - 29,46 \pm 0,08$   $\text{mg/planta}$  (Mg) (controle).

Os desvios padrões relativo ( $n=3$ ) obtidos na determinação dos elementos nas amostras variaram de  $0,16 - 6,86$  % (Cu);  $0,37 - 7,39$  % (Fe);  $0,77 - 6,57$  % (Mn);  $0,14 - 5,09$  % (Zn);  $0,14 - 7,71$  % (Ca);  $0,99 - 7,63$  % (K) e  $0,75 - 6,58$  % (Mg).

Podemos observar nos resultados apresentados na Tabela 6 que os teores de K foram os mais elevados, caracterizando uma maior necessidade deste nutriente pela planta, semelhante ao ocorrido na safra anterior com o cártamo cultivado em rotação de cultura com a soja. Os teores mais elevados para K na cultura do cártamo foi observado aos 75 DAE quando a quantidade acumulada foi de  $211,89 \pm 1,08$   $\text{mg/planta}$  em rotação de cultura com o milho, bem superiores aos  $97,07 \pm 0,29$   $\text{mg/planta}$  aos obtidos na mesma coleta na cultura controle. Dentre os micronutrientes determinados, o Mn foi o que apresentou os teores mais elevados com  $524,02 \pm 0,28$   $\mu\text{g/planta}$  (com rotação de cultura) e  $343,15 \pm 1,96$   $\mu\text{g/planta}$  (controle) aos 90 e 75 DAE, respectivamente. Do lado oposto, o elemento exigido em menores quantidades foi o Cu, mesmo com os maiores teores ( $125,80 \pm 0,18$   $\mu\text{g/planta}$ ) determinados aos 75 DAE. É importante comentar que os teores mais elevados para todos os nutrientes, quando a planta era analisada em sua totalidade, não foi aos 90 DAE, e sim aos 75 DAE. Sabemos ainda que a absorção de nutrientes é diferente de acordo com a fase de desenvolvimento da cultura, intensificando na época de florescimento e na formação das sementes, por isso, além da quantidade absorvida de nutrientes, deve ser considerada também, a sua concentração nas diferentes fases do ciclo vegetativo [25].

De modo geral, os valores apresentados, mostram que a cultivar oleaginosa cultivada no sistema de rotação de cultura com milho foram superiores aqueles obtidos na planta cultivada no controle até os 90 DAE.

Após o início do florescimento as plantas foram divididas nos segmentos caule/folha, caule, folha, flor e semente, e os teores estão descritos na Tabela 7.

**Tabela 7** – Resultados (média  $\pm$  desvio padrão) da determinação ( $n=3$ ) de Cu, Fe, Mn e Zn ( $\mu\text{g/planta}$ ) e Ca, K, Mg ( $\text{mg/planta}$ ) na avaliação da marcha de absorção de nutrientes na espécie oleaginosa cártamo (caule/folha, caule, folha, flor e semente) cultivadas em sistema de rotação de cultura com milho e no controle.

Elemento	*Espécie	Dias após a emergência (DAE)			
		90	105	120	135
Cu	CCR	48,44 $\pm$ 0,01			
	CCRCF		19,88 $\pm$ 0,04	-	-
	CCRC		-	7,12 $\pm$ 0,06	125,57 $\pm$ 0,14
	CCRF		-	21,11 $\pm$ 0,10	43,90 $\pm$ 0,56
	CCRL		11,34 $\pm$ 0,01	-	-
	CCRS		-	5,65 $\pm$ 0,13	138,20 $\pm$ 0,08
	CSR	25,17 $\pm$ 0,09			
	CSRCF		9,54 $\pm$ 0,04	-	-
	CSRC		-	99,47 $\pm$ 0,21	65,26 $\pm$ 0,13
	CSRF		-	73,65 $\pm$ 0,25	31,25 $\pm$ 0,11
	CSRL		105,72 $\pm$ 0,19	-	-
	CSRS		-	9,80 $\pm$ 0,01	105,59 $\pm$ 0,20
Fe	CCR	91,91 $\pm$ 0,45			
	CCRCF		6249,23 $\pm$ 18,10	-	-
	CCRC		-	317,70 $\pm$ 0,89	505,45 $\pm$ 2,68
	CCRF		-	236,66 $\pm$ 3,76	7117,27 $\pm$ 45,79
	CCRL		233,17 $\pm$ 0,17	-	-
	CCRS		-	382,99 $\pm$ 1,67	1406,07 $\pm$ 9,59
	CSR	110,91 $\pm$ 0,87			
	CSRCF		1745,79 $\pm$ 1,70	-	-
	CSRC		-	1024,24 $\pm$ 2,17	641,90 $\pm$ 0,34
	CSRF		-	2084,57 $\pm$ 11,25	3141,97 $\pm$ 11,62
	CSRL		548,51 $\pm$ 0,89	-	-
	CSRS		-	3730,81 $\pm$ 8,92	1946,46 $\pm$ 5,74

Continuação da Tabela 7.

<b>Mn</b>	<b>CCR</b>	524,02 ± 0,28		
	<b>CCRCF</b>		1063,70 ± 1,67	-
	<b>CCRC</b>		-	54,70 ± 0,38
	<b>CCRF</b>		-	358,27 ± 4,80
	<b>CCRL</b>		207,20 ± 2,63	-
	<b>CCRS</b>		-	76,85 ± 0,39
	<b>CSR</b>	121,78 ± 0,80		165,27 ± 1,41
	<b>CSRCF</b>		476,55 ± 0,73	-
	<b>CSRC</b>		-	7,57 ± 0,05
	<b>CSRF</b>		-	448,08 ± 3,76
	<b>CSRL</b>		156,19 ± 0,21	-
	<b>CSRS</b>		-	176,84 ± 0,40
	<b>Zn</b>	<b>CCR</b>	247,07 ± 0,66	
<b>CCRCF</b>			319,84 ± 0,20	-
<b>CCRC</b>			-	63,51 ± 0,29
<b>CCRF</b>			-	112,39 ± 0,24
<b>CCRL</b>			123,97 ± 0,66	-
<b>CCRS</b>			-	67,71 ± 0,39
<b>CSR</b>		158,31 ± 0,39		171,29 ± 0,20
<b>CSRCF</b>			325,23 ± 1,07	-
<b>CSRC</b>			-	64,94 ± 0,39
<b>CSRF</b>			-	188,77 ± 1,25
<b>CSRL</b>			158,43 ± 0,34	-
<b>CSRS</b>			-	213,13 ± 0,39
<b>Ca</b>		<b>CCR</b>	54,58 ± 0,12	
	<b>CCRCF</b>		132,51 ± 0,12	-
	<b>CCRC</b>		-	22,82 ± 0,13
	<b>CCRF</b>		-	36,21 ± 0,59
	<b>CCRL</b>		36,97 ± 0,17	-
	<b>CCRS</b>		-	16,80 ± 0,12
	<b>CSR</b>	38,87 ± 0,05		36,96 ± 0,02
	<b>CSRCF</b>		132,10 ± 0,12	-
	<b>CSRC</b>		-	36,22 ± 0,15
	<b>CSRF</b>		-	111,33 ± 0,29
	<b>CSRL</b>		63,85 ± 0,09	-
	<b>CSRS</b>		-	69,72 ± 0,14

Continuação da Tabela 7.

<b>K</b>	<b>CCR</b>	86,67 ± 0,36		
	<b>CCRCF</b>		127,02 ± 0,06	-
	<b>CCRC</b>		-	26,88 ± 0,08
	<b>CCRF</b>		-	31,57 ± 0,12
	<b>CCRL</b>		21,36 ± 0,13	-
	<b>CCRS</b>		-	11,57 ± 0,16
	<b>CSR</b>	96,17 ± 0,25		
	<b>CSRCF</b>		260,08 ± 0,23	-
	<b>CSRC</b>		-	106,03 ± 0,37
	<b>CSRF</b>		-	103,11 ± 0,46
	<b>CSRL</b>		23,65 ± 0,19	-
	<b>CSRS</b>		-	35,72 ± 0,19
		<b>CCR</b>	32,98 ± 0,05	
<b>Mg</b>	<b>CCRCF</b>		30,90 ± 0,04	-
	<b>CCRC</b>		-	6,01 ± 0,05
	<b>CCRF</b>		-	9,73 ± 0,15
	<b>CCRL</b>		8,15 ± 0,08	-
	<b>CCRS</b>		-	3,77 ± 0,11
	<b>CSR</b>	20,97 ± 0,02		
	<b>CSRCF</b>		33,53 ± 0,03	-
	<b>CSRC</b>		-	10,19 ± 0,02
	<b>CSRF</b>		-	18,07 ± 0,08
	<b>CSRL</b>		10,76 ± 0,10	-
	<b>CSRS</b>		-	16,08 ± 0,02

CCR: cártamo com rotação de cultura; CSR: cártamo sem rotação de cultura; CCRCF: cártamo com rotação de cultura CAULE e FOLHAS; CCRL: cártamo com rotação de cultura FLOR; CCRC: cártamo com rotação de cultura CAULE; CCRF: cártamo com rotação de cultura FOLHAS; ; CCRS: cártamo com rotação SEMENTE CSRCF: cártamo sem rotação de cultura CAULE e FOLHAS; CSRL: cártamo sem rotação de cultura FLOR; CSRC: cártamo sem rotação de cultura CAULE; CSRF: cártamo sem rotação de cultura FOLHAS; CSRS: cártamo sem rotação SEMENTE.

Através dos dados apresentados na Tabela 7 é possível observar que a concentração mais elevada dos nutrientes encontra-se no segmento caule/folha da planta, indicando que é a parte onde mais acumula os nutrientes, com exceção ao Cu e o Fe que as maiores concentrações foram determinadas na semente .

Os desvios padrões relativo ( $n= 3$ ) obtidos na determinação dos elementos nas amostras variaram de 0,06 – 8,31% (Cu); 0,42 – 7,39% (Fe); 0,62 – 8,56% (Mn); 0,52 – 8,25% (Zn); 0,37 – 7,52% (Ca); 0,79 – 8,12% (K) e 0,35 – 9,03% (Mg).

Como descrito anteriormente, os teores mais elevados para os elementos estudados seguiu a ordem decrescente:  $K > Ca > Mg > Mn > Fe > Zn > Cu$  quando toda a planta era analisada. No entanto, observou-se uma alteração na ordem de acúmulo de Mn e Fe após 90 DAE, período em que as plantas foram segmentadas divididas em caule/folha, caule, folha, flor e semente. Os resultados apresentados mostraram que a ordem de acúmulo de nutriente passou a ser a seguinte:  $K > Ca > Mg > Fe > Mn > Zn > Cu$ . Nota-se que a ordem de acúmulo dos macronutrientes seguiu a ordem  $K > Ca > Mg$ , isso demonstra que as culturas exigem muito mais K em relação à Ca e Mg, e desta maneira é bastante importante que o solo apresente teores adequados desse nutriente para não limitar o crescimento e a produção da cultura. Os teores de macronutrientes em plantas podem variar conforme a composição do solo, dos insumos utilizados para adubação e também das quantidades requeridas por cada espécie [5].

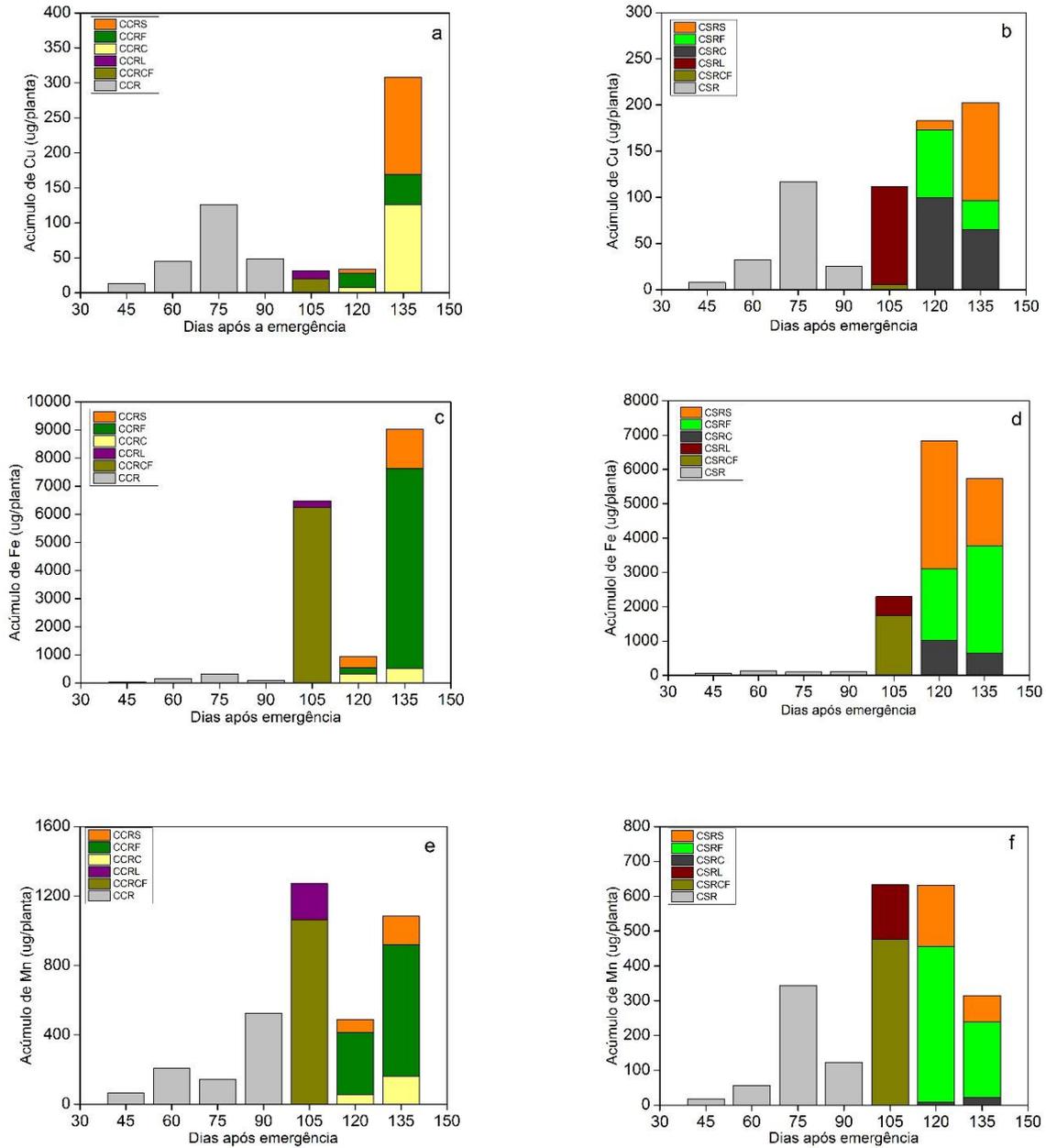
Nota-se que os resultados obtidos nas plantas cultivadas no sistema de rotação de cultura com milho foram superiores aqueles obtidos nas plantas cultivadas no controle até os 90 DAE, porém, não foram observados diferenças nos resultados obtidos entre 105 e 135 DAE.

A Figura 8 ilustra a marcha de absorção e o acúmulo de nutrientes durante toda a safra de 2015, ou seja, mostra o teor de Cu, Fe, Mn, Zn, Ca, K e Mg durante o crescimento vegetativo da cultivar oleaginosa e também após a divisão da planta em caule/folha, caule, folha, flor e semente.

**Figura 8** – Marcha de absorção e acúmulo de cobre (a, b), ferro (c, d), manganês (e, f), zinco (g, h), cálcio (i, j), potássio (l, m), magnésio (n, o) durante o crescimento vegetativo da cultura do cártamo em sistema de rotação de cultura com milho (à esquerda) e na cultura controle (à direita).

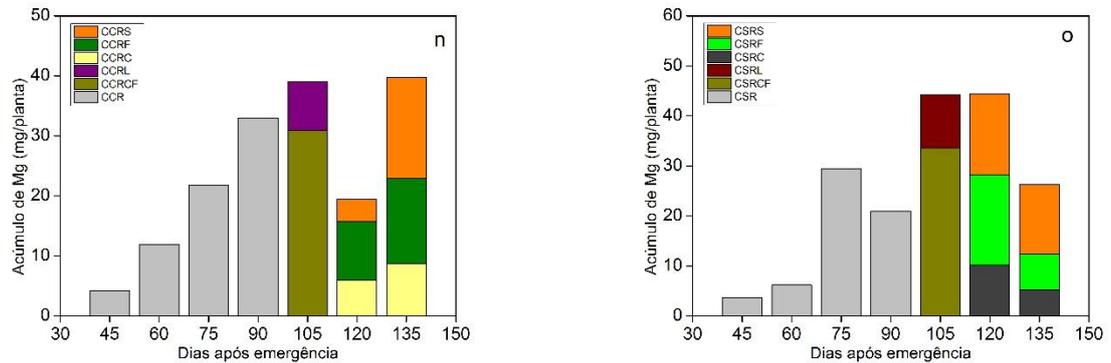
CCR (com rotação)   
  CF (caule/folha)   
  F (folha)   
  C (caule)   
  L (flor)   
  S (semente)

CSR (sem rotação)   
  CF (caule/folha)   
  F (folha)   
  C (caule)   
  L (flor)   
  S (semente)





Continuação da Figura 8.



CCR: cartão com rotação; CSR: cartão sem rotação; CCRCF: cartão com rotação de cultura CAULE e FOLHAS; CCRL: cartão com rotação de cultura FLOR; CCRC: cartão com rotação de cultura CAULE; CCRF: cartão com rotação de cultura FOLHAS; CCRS: cartão com rotação semente; CSRCF: cartão sem rotação de cultura CAULE e FOLHAS; CSRL: cartão sem rotação de cultura FLOR; CSRC: cartão sem rotação de cultura CAULE; CSRF: cartão sem rotação de cultura FOLHAS; CSRS: cartão sem rotação semente.

**Fonte:** próprio autor

De acordo com os gráficos apresentados na Figura 8, podemos observar um aumento/acúmulo lento dos nutrientes na planta até os 60 DAE. No entanto, somente à partir dos 75 DAE verificou-se um acúmulo significativo no acúmulo dos nutrientes, com exceção ao Fe, cujo acúmulo mais lento se persistiu até os 100 DAE.

Conforme pode ser visto os resultados obtidos dos nutrientes no cartão submetido à rotação de milho não apresentou considerável diferença daquele cultivado no sistema sem rotação. As maiores concentrações dos elementos foram determinados no segmento caule/folha, já mencionado na Tabela 7.

### 5.3.3 Avaliação estatística dos sistemas com rotação de cultura

Para avaliar os efeitos da rotação de cultura no acúmulo de nutrientes na espécie oleaginosa cartão, foi aplicado o teste-*t* de *Student* para comparar a distância entre o valor médio da amostra com o valor de referência, ou seja, comparar os resultados obtidos para Cu, Fe, Mn, Zn, Ca, K e Mg no sistema de rotação de cultura com soja e milho com os resultados do sistema controle. As Tabelas 8, 9, 10 e 11 apresentam os resultados estatísticos obtidos para as rotações de cultura com soja e milho.

**Tabela 8** – Resultados obtidos através de teste-*t* de *Student* para  $n_1 + n_2 - 2$  graus de liberdade por meio da comparação estatística do cártamo cultivado com rotação de soja e no controle.

Elemento	$t_{\text{tabelado}}$	Dias após emergência						
		30	45	60	70	85	100	115
		$t_{\text{calculado}}$						
<b>Cu</b>		1,9651	12,3896	210,7593	41,5205	124,3483	71,5849	171,3219
<b>Fe</b>		5,1640	6,9714	6,4550	35,4686	3,3627	10,0698	122,1421
<b>Mn</b>		6,7215	12,3015	52,1566	5,6411	265,3908	101,9486	534,4268
<b>Zn</b>	2,776	4,1497	30,9661	17,7999	108,8474	40,9660	75,3538	229,8095
<b>Ca</b>		9,9343	0,7762	53,3689	476,9367	174,2700	305,9556	192,1272
<b>K</b>		1,2297	18,9991	8,8422	34,8809	17,2869	60,0105	78,5465
<b>Mg</b>		1,3525	15,9585	3,2215	16,3592	71,6576	29,6974	0,4395

De acordo com o valor de  $t_{\text{tabelado}}$  (2,776), para  $n_1 + n_2 - 2$  graus de liberdade, grande parte dos valores obtidos para Cu, Fe, Mn, Zn, Ca, K e Mg nas amostras de cártamo em sistema de rotação de cultura com soja apresentaram resultados estatisticamente diferente, ao nível de 95% de confiança, em relação ao controle, uma vez que os valores obtidos para o  $t_{\text{calculado}}$  foram superiores ao  $t_{\text{tabelado}}$ . Apenas poucas exceções como Cu e K aos 30 DAE, Ca em 45 DAE e Mg aos 30 e 115 DAE, os resultados obtidos foram estatisticamente concordantes a nível de 95% de confiança, ou seja, não apresentou diferença significativa entre os resultados obtidos para a cultura controle e a submetida à rotação de cultura com soja.

**Tabela 9** – Resultados obtidos através de teste-*t* de *Student* para  $n_1 + n_2 - 2$  graus de liberdade por meio da comparação estatística do cártamo cultivado com rotação de soja e no controle na planta segmentada em caule, folha, flor e semente.

Elemento	Parte da planta	Dias após emergência	
		125	140
		$t_{\text{calculado}}$	
<b>Cu</b>	Caule	49,7738	324,4923
	Folha	90,9661	115,5567
	Flor		98,1910
	Semente		6,793
<b>Fe</b>	Caule	129,8230	224,74068
	Folha	14,4735	106,0514
	Flor		197,1839
	Semente		6,1237
<b>Mn</b>	Caule	254,9074	416,1871
	Folha	14,0442	106,6665
	Flor		996,1120
	Semente		43,5526
<b>Zn</b>	Caule	121,2993	69,0252
	Folha	23,9952	56,4109
	Flor		17,2960
	Semente		60,5360
<b>Ca</b>	Caule	57,7710	197,6532
	Folha	27,6230	1,0767
	Flor		64,8415
	Semente		210,8732
<b>K</b>	Caule	111,3858	57,5230
	Folha	94,2823	127,6309
	Flor		62,8572
	Semente		274,8036
<b>Mg</b>	Caule	165,9599	1603,1010
	Folha	131,1828	290,8769
	Flor		43,5323
	Semente		167,6031

De acordo com o valor de  $t_{\text{tabelado}}$  (2,776), para  $n_1 + n_2 - 2$  graus de liberdade, os valores obtidos para Cu, Fe, Mn, Zn, Ca, K e Mg nas amostras de cártamo com rotação de cultura e controle apresentaram resultados estatisticamente diferente, ao nível de 95% de confiança, uma vez que os valores obtidos para o  $t_{\text{calculado}}$  foram superiores ao  $t_{\text{tabelado}}$ . Com exceção para o Ca determinado na folha aos 140 DAE, uma vez que o resultado são concordante a nível de 95% de confiança.

**Tabela 10** – Resultados obtidos através de teste-*t* de *Student* para  $n_1 + n_2 - 2$  graus de liberdade por meio da comparação estatística do cártamo cultivado com rotação de milho e no controle.

Elemento	$t_{\text{tabelado}}$	Dias após emergência			
		45	60	75	90
		$t_{\text{calculado}}$			
<b>Cu</b>		11,7585	66,0199	79,8762	445,0923
<b>Fe</b>		8,5839	16,0199	250,6553	33,5923
<b>Mn</b>		35,7615	163,2538	170,2285	821,9828
<b>Zn</b>	2,776	7,9839	74,4185	124,3110	200,5396
<b>Ca</b>		133,0966	40,5480	15,7191	209,3117
<b>K</b>		52,0759	50,5283	177,8428	37,5423
<b>Mg</b>		5,2042	94,8950	92,9544	386,2821

**Tabela 11** – Resultados obtidos através de teste-*t* de *Student* para  $n_1 + n_2 - 2$  graus de liberdade por meio da comparação estatística do cártamo cultivado com rotação de milho e no controle nas planta desmembrada (caule/folha, caule, folha, flor e semente).

Elemento	Parte da planta	Dias após emergência		
		105	120	135
		$t_{\text{calculado}}$		
<b>Cu</b>	Caule/folha	316,5965		
	Caule		732,3831	546,7685
	Folha		337,9728	38,3921
	Flor	859,1843		
	Semente		55,1295	262,2119
<b>Fe</b>	Caule/folha	429,0612		
	Caule		521,7669	87,4847
	Folha		269,8325	145,7498
	Flor	602,7929		
	Semente		638,9648	83,7451
<b>Mn</b>	Caule/folha	557,9855		
	Caule		212,9841	613,4646
	Folha		25,5120	384,5733
	Flor	33,4873		
	Semente		310,0061	110,4157
<b>Zn</b>	Caule/folha	8,5765		
	Caule		5,0963	185,0491
	Folha		101,0320	101,1967
	Flor	80,3936		
	Semente		456,6728	91,5834
<b>Ca</b>	Caule/folha	4,1845		
	Caule		116,9277	132,4406
	Folha		197,9128	39,7819
	Flor	242,0411		
	Semente		497,0968	7,2106

Continuação da Tabela 11.

	Caule/folha	969,5806		
<b>K</b>	Caule		362,1499	8,0211
	Folha		260,6486	
	Flor	17,2289		
	Semente		168,3973	108,1799
<b>Mg</b>	Caule/folha	91,1059		
	Caule		134,4429	133,2306
	Folha		84,9724	174,8936
	Flor	35,3004		
	Semente		190,7057	77,7766

Observa-se nas Tabelas 12 e 13 que os resultados obtidos para Cu, Fe, Mn, Zn, Ca, K e Mg na cultura do cártamo submetida à rotação de cultura de milho é estatisticamente diferente, ao nível de 95% de confiança daqueles obtidos para o controle, uma vez que todos os valores obtidos para o  $t_{\text{calculado}}$  foram superiores ao  $t_{\text{tabelado}}$  (2,776) para  $n_1 + n_2 - 2$  graus de liberdade

De acordo com os resultados obtidos pode-se observar que a cultura antecessora (soja) influenciou positivamente na absorção de nutrientes pelo cártamo, uma vez que os teores determinados para os macro- e micronutrientes na espécie oleaginosa estudada são, em grande maioria, superiores do que aqueles determinados na cultivar controle.

#### 5.4 Produção de massa de matéria seca (MS)

A produção de matéria seca (MS) foi calculada levando em consideração a massa total média obtida por toda parte aérea das plantas coletadas. Vale ressaltar que durante o período que antecedeu o florescimento, compreendido até os 115 DAE para a rotação de cultura com soja e até os 90 DAE para a rotação de cultura com milho, a composição da massa amostral do cártamo era feita por toda parte aérea da planta para cálculo da MS. Após o florescimento, a parte aérea da planta foi dividida em caule, folha, flor e semente, e o acúmulo de MS era obtido individualmente para cada segmento da planta. Os resultados da fitomassa da oleaginosa na safra de 2014 e na de 2015 estão descritos nas Tabelas 12 e 13, respectivamente.

**Tabela 12** – Valores médios referentes à produção de matéria seca da espécie oleaginosa cártamo submetida ao sistema de rotação de cultura com a soja e no controle.

DAE	Espécie	Fitomassa (g/planta)				
		Parte aérea	Caules	Folhas	Flores	Sementes
30	CCR	0,2590	-	-	-	-
	CSR	0,2253	-	-	-	-
45	CCR	1,2620	-	-	-	-
	CSR	1,4891	-	-	-	-
60	CCR	2,5141	-	-	-	-
	CSR	3,0353	-	-	-	-
70	CCR	9,0750	-	-	-	-
	CSR	5,0730	-	-	-	-
85	CCR	8,76254	-	-	-	-
	CSR	6,1775	-	-	-	-
100	CCR	10,3522	-	-	-	-
	CSR	12,4721	-	-	-	-
115	CCR	16,5367	-	-	-	-
	CSR	7,6967	-	-	-	-
125	CCR	-	7,0001	6,0923	-	-
	CSR	-	8,9732	7,6634	-	-
140	CCR	-	12,1633	5,0531	5,3972	9,4302
	CSR	-	11,0070	3,4702	7,0531	4,0630

DAE: Dias após emergência; CCR: cártamo com rotação; CSR: cártamo sem rotação; g: grama.

O incremento de MS produzida na cultura de cártamo submetida à rotação de cultura com soja no início do crescimento vegetativo foi bastante elevado, alcançando nos primeiros 70 DAE aproximadamente 9 g de MS (Figura 11 a), quando a altura da planta já correspondia a 100 cm. No entanto, nessa mesma fase de crescimento as plantas que não foram submetidas à rotação de cultura atingiram 80 cm, produzindo uma quantidade de 5,0 g de MS (Figura 11 b). O incremento de MS produzida na cultura de cártamo submetida à rotação de cultura com soja teve o acúmulo máximo aproximadamente 32 g, enquanto o cártamo cultivado no controle foi de 25 g, ambas aos 140 DAE.

**Tabela 13** – Valores médios referentes à produção de matéria seca da espécie oleaginosa cártamo submetida ao sistema de rotação de cultura com milho e controle.

*DAE	Espécie	Fitomassa (g/planta)				
		Parte aérea	Caules e folhas	Caules	Folhas	Flores
45	CCR	1,0895	-	-	-	-
	CSR	1,0832	-	-	-	-
60	CCR	3,0156	-	-	-	-
	CSR	3,0833	-	-	-	-
75	CCR	11,9121	-	-	-	-
	CSR	11,5044	-	-	-	-
90	CCR	14,5252	-	-	-	-
	CSR	9,4188	-	-	-	-
105	CCR	-	18,7481	-	-	5,8960
	CSR	-	19,8170	-	-	8,7662
120	CCR	-	-	8,2031	2,4131	3,0871
	CSR	-	-	13,9102	5,4214	10,1810
135	CCR	-	-	13,9473	3,5912	8,6792
	CSR	-	-	8,2181	2,6313	6,1000

DAE: Dias após emergência; CCR: cártamo com rotação; CSR: cártamo sem rotação; g: grama.

Com relação aos valores apresentados na Tabela 13, podemos observar um aumento bastante significativo na produção de matéria seca entre 60 e 75 DAE para ambos os sistemas (com rotação de sistema e controle), o que inclui valores ( $\approx 12$  g) muito aproximados. No entanto, aos 90 DAE a produção de matéria seca produzida pela planta submetida à rotação de cultura com milho foi superior ao sistema controle. Após os 90 DAE e com a segmentação da planta em diferentes partes, podemos observar que o total de MS produzida foi de aproximadamente 26 aos 135 DAE e 29 g aos 120 DAE para a espécie em rotação de cultura e para a espécie controle, respectivamente.

Algumas divergências podem ocorrer na coleta das plantas, já que a mesma é realizada de maneira aleatória podendo haver diferenças no tamanho de cada planta.

O acúmulo máximo de MS influenciou, em grande parte, nas maiores concentrações dos nutrientes determinados. Pode-se observar na espécie submetida à rotação de cultura com soja o período correspondente ao acúmulo máximo de matéria seca foi similar ao dos nutrientes Cu, Fe e Mn, com maior produção de MS, mais tardiamente para Zn, Ca, K e Mg. Na cultura cultivada no sistema controle, nota-se resultados semelhantes ao período de acúmulo máximo

de MS, em conjunto com os teores mais elevados de Cu, Fe, Mn, Zn, Ca e Mg. O período decorrido da emergência até o máximo acúmulo de matéria seca foi similar ao decorrido para o máximo de Cu, Fe, K e Mg e ligeiramente mais cedo em relação ao decorrido para Mn, Zn e Ca para a espécie submetida à rotação de cultura com milho. Enquanto para o cártamo no controle o máximo acúmulo de MS foi linearmente com Fe, Ca e Mg, ligeiramente tardio em relação ao obtido para Cu e Mn e mais cedo para Zn e K.

## 6 CONSIDERAÇÕES FINAIS

A técnica de FAAS e FAES apresentou sensibilidade, coeficientes de correlação relativos, limite de detecção e de quantificação e desvios padrão relativos (%RSD) satisfatórios para a determinação de Cu, Fe, Mn, Zn, Ca, K e Mg em cártamo.

A avaliação do procedimento de preparo de amostra por via úmida em sistema aberto, apresentou boa exatidão e precisão, haja vista que os valores de recuperação obtidos foram entre 90,9 – 107,0 % com RSD inferiores à 7,7 %.

A ordem decrescente de acúmulo de nutrientes no cártamo submetido ao sistema de rotação de cultura com soja até o período de florescimento (115 DAE) foi  $K > Ca > Mg > Fe > Mn > Zn > Cu$ . No entanto, notou-se uma pequena inversão na ordem de alguns nutrientes na planta após a divisão desta em caule, folha, flor e semente, sendo a ordem  $K > Ca > Mg > Fe > Cu > Mn > Zn$  na planta.

O acúmulo de nutrientes na espécie oleaginosa submetida à rotação de cultura com milho foi de:  $K > Ca > Mg > Mn > Fe > Zn > Cu$  no período até o florescimento (90 DAE). No entanto, observou-se uma alteração no acúmulo de Mn e Fe após aos 90 DAE, período em que as plantas foram divididas em: caule/folha, caule, folha, flor e semente, sendo a ordem decrescente:  $K > Ca > Mg > Fe > Mn > Zn > Cu$ .

As maiores concentrações de Cu, K e Mg foram determinadas no caule, os micronutrientes Fe e Mn na folha e Zn na semente na espécie submetida à rotação de cultura com soja. Já na espécie cultivada no sistema de rotação de cultura com milho os maiores teores dos nutrientes foram determinados no segmento caule/folha, com exceção ao Fe que a maior concentração foi determinada na folha e Cu na flor.

O acúmulo máximo de MS foi obtido após o período de florescimento. Os caules de cártamo apresentam a maior contribuição na produção de matéria seca durante o ciclo vegetativo.

Os testes estatísticos, efetuados por meio do teste t de *Student*, revelou que os valores obtidos para Cu, Fe, Mn, Zn, Ca, K e Mg apresentaram diferença significativa, ao nível de 95% de confiança, para o cártamo cultivado com rotação de cultura, para a maioria dos testes.

Neste sentido, diante dos resultados apresentados é possível considerar que a rotação de cultura com a soja entre espécie oleaginosa alternativa com as convencionais pode proporcionar um ganho em produtividade, economia de insumos agrícolas, contribuir no controle de pragas e plantas daninhas e desponta como fonte de renda alternativa para o produtor rural no período de entressafra.

## 7 REFERÊNCIAS

1. Campanha Nacional de Abastecimento. 2º Levantamento Grãos. Novembro/2015. Disponível em: <<http://www.conab.gov.br>>. Acesso em: 02/12/2015.
2. AMBROSANO, L. **Avaliação de plantas oleaginosas potenciais para cultivo de safrinha**. Lavras - MG, Programa de Pós-Graduação em Agronomia/Fitotecnia - UFLA, 2012. Dissertação de mestrado, 81 p.
3. GIAYETTO, O.; FERNANDEZ, E. M.; ASNAL, W. E.; CERRIONI, G. A.; CHOLARKI, L.; Comportamiento de cultivares de cártamo (*Carthamus tinctorius L.*) en la region de Rio Cuarto, Cordoba (Argentina). **Investigación Agraria: Producción y Protección Vegettales**, v. 14, p. 203-215, 1999.
4. GERHARDT, I. F. S. **Divergência genética entre acessos de cártamo (*Carthamus tinctorius L.*)**. Botucatu – SP, Programa de Pós-Graduação em Ciências Agronômicas – UNESP, 2014. Dissertação de mestrado, 35 p.
5. MALAVOLTA, E.; VITTI, G. C.; OLIVEIRA, S. A.; **Avaliação do Estado Nutricional das Plantas: Princípios e Aplicações**, Potafos: Piracicaba, 1989.
6. VIDIGAL, S. M.; PACHECO, D. D.; COSTA, É, L.; FACION, C, E. Crescimento e acúmulo de macro e micronutrientes pela melancia em solo arenoso. **Ceres**, v. 56, n. 1, p. 112-118, 2009.
7. GURKAN, R.; ALTUNAY, N. Determination of total Sn in some canned beverages by FAAS after separation and preconcentration. **Food Chemistry**. v. 177. p. 102-110, 2015
8. DURUKAN, I.; ŞAHIN, Ç. A.; ŞATIROĞLU, N.; BEKTAŞ, S. Determination of iron and copper in food samples by flow injection cloud point extraction flame atomic absorption spectrometry. **Microchemical Journal**, v. 99, p. 159-163, 2011.
9. SOUZA, L. C. F.; PEDROSO, F. F.; PILETTI, L. M. M. S.; SECRETTI, M. L. Desempenho agrônômico da soja em sucessão de culturas com espécies de oleaginosas. **Journal of Agronomic Sciences**. Umuarama, v. 4, n. 1, p. 112-126, 2015.
10. LAZZAROTTO, J. J.; HIRAKURI, M. H. **Evolução e perspectivas de desempenho econômico associadas com a produção de soja no contexto mundial e brasileiro**. Embrapa Soja, Documentos 319, 2010.
11. PITOL, C. Biodiesel: Culturas, sistema de produção e rotação de culturas. **Tecnologia e Produção – Culturas: Safrinha e Inverno**, 2007.
12. MALAVOLTA, E. **Elementos de nutrição de plantas**. São Paulo, Editora Agronômica Ceres, 1980, 251 p.

13. SARIN, R.; SHARMAA, M.; KHANB, A.A. Studies on *Guizotia abyssinica L.* oil: biodiesel synthesis and process optimization. **Bioresource Technology**, v. 100, n. 18, p. 4187-4192, 2009.
14. OEIKE, E. A.; OPLINGER, E. S.; TEYNOR, T. M.; PUTNAM, D. H.; DOLL, J. D.; KELLING, K. A.; DURGAN, B. R.; NOETZEL, D. M. **Alternative Field Crops Manual. Safflower**, 1992. Disponível em: <<http://www.hort.purdue.edu/newcrop/afcm/safflower.html>>. Acesso em: 23 maio. 2015.
15. DAJUE, L.; MUNDEL, H. H. **Safflower (*Carthamus tinctorius L.*). Promoting the conservation and use of underutilized and neglected crops**. Gaterslaben: Institute of Plant Genetics and Group Plant Research: Rome: International Plant Genetic Resources Institute, 1996.
16. SILVA, C. J.; **Caracterização agrônômica e divergência genética de acessos de cártamo**. Botucatu – SP, Programa de Pós-Graduação em Ciências Agrônômicas – UNESP, 2013. Tese de doutorado. 51 f.
17. RAMADAN, M. F.; MORSEL, J. T. Determination of the Lipid Classes and Fatty Acid Profile of Niger (*Guizotia alyssinica Cass.*) Seed Oil. **Phytochemical Analysis**, v. 14, n. 6, p. 366-370, 2003.
18. CORONADO, L. M. **El cultivo del cártamo (*Carthamus tinctorius L.*) en México**. Ciudad Obregon-México: SGI, 2010, 96p.
19. MUNDEL, H. H; BLACKSHOW, R. E; BYERS, J. R; HUANG, H. C; JOHNSON, D. L; KEON, R. **Safflower production on the Canadian Prairies**. Lethbridge, Canada. 2004, 36p.
20. EMONGOR. V. Safflower (*Carthamus tinctorius L.*) the Underutilized and Neglected Crop: A Review. **Asian Journal of Plant Sciences**, v. 9, n. 6, p. 299-306, 2010.
21. BROCH, D. L.; PITOL, C.; RANNO, S. K.; BAES, I. M. B.; SILVA, O. M. Culturas oleaginosas de outono/inverno e integração lavoura/pecuária como alternativas para região sul de Mato Grosso do Sul. **Tecnologia e Produção - Soja e Milho 2008/2009**, p. 183–200, 2009.
22. LAVIOLA, B. G.; DIAS, L. A. S.; Teor e acúmulo de nutrientes em folhas e frutos de pinhão-manso. **Revista Brasileira de Ciências e Solo**, v. 32 p. 1969-1975, 2008.
23. COELHO, A. M.; FRANÇA, G. E. Nutrição e adubação: seja doutor do seu milho. **Arquivo do Agrônomo Potafos**, Piracicaba, n.2, p.1-9, 1995.
24. SOUZA, M. S.; ALVES, S. S. V.; DOMBROSKI, J. L. D.; FREITAS, J. D. B.; AROUCHA, E. M. M. Comparação de métodos de mensuração de área foliar para a cultura da melancia. **Pesquisa Agropecuária Tropical, Goiânia**, v. 42, n. 2, p. 241-245, 2012.

25. MALAVOLTA, E. VITTI, G. C.; OLIVEIRA, S. A. **Avaliação do estado nutricional das plantas: princípios e aplicações**. 2 ed. Piracicaba: Potafos, 1997. 319 p.
26. FAQUIN, V. **Diagnose do Estado Nutricional das Plantas**. 1. Ed. Lavras: UFLA/FAEPE, 2002. v. 1 p. 77.
27. RAIJ, B. van. **Fertilidade do solo e adubação**. Piracicaba: CERES/POTAFÒS, 1991. 343 p.
28. COSTA, J. M.; OLIVEIRA, E. F. **Fertilidade do solo e nutrição mineral de plantas**. 2º Ed. Campo Mourão: Coamo/Coodetec, 2001. 96 p.
29. MENGEL, K.; KIRKBY, E. A. **Principles of plant nutrition**. Bern: International Potash Institute, 1987. 687 p.
30. ARANTES, N. E.; SOUZA, P. I. de M de. **Cultura da soja nos cerrados**. Piracicaba, POTAFÒS, 1993. 535 p.
31. BORGES, I. D. **Marcha de absorção de nutrientes e acúmulo de matéria seca em milho**. Lavras – MG, Programa de Pós-Graduação em Agronomia – UFLA, 2006. Tese de doutorado, 115 p.
32. GONÇALVES, J. M.; **Acúmulo de nutrientes em soja transgênica no cerrado Goiano**. Goiânia – GO, Programa de Pós-Graduação em Agronomia – UFG, 2012. Dissertação de Mestrado, 62 p.
33. AUGOSTINHO, L. M. D.; PRADO, R. M.; ROZANE, D. E.; FREITAS, N. Acúmulo de massa seca e marcha de absorção de nutrientes em mudas de goiabeira 'Pedro Sato'. **Bragantia**, v. 67, n. 3, p. 577-585, 2008.
34. GRANJEIRO, L. C.; CECÍLIO FILHO, A.B. Acúmulo e exportação de macronutrientes pelo híbrido de melancia Tide. **Horticultura Brasileira**, v. 22, n. 1 p. 93-97, 2004.
35. SOUZA, M. S.; ALVES, S. S. V.; DOMBROSKI, J. L. D.; DE FREITAS, J. D. B.; AROUCHA, E. M. M. Comparação de métodos de mensuração de área foliar para a cultura da melancia. **Pesquisa Agropecuária Tropical**, v. 42, n. 2, p. 241-245, 2012.
36. SEVERINO, L. S.; CARDOSO, G. D.; VALE, L. S.; SATOS, J. W. Método para determinação da área foliar da mamoneira. **Revista Brasileira de Oleaginosas e Fibrosas**, v. 8, n. 1, p. 753-762, 2004.
37. MAUAD, M.; GARCIA, R. A.; SILVA, R. M. M. F.; SILVA, T. A. F.; SCHROEDER, I. M.; KNUDSEN, C. H.; QUARESMA, E. V. W. Produção de matéria seca e acúmulo de macronutrientes na parte aérea das plantas de niger. **Revista Brasileira Ciências e Solo**, v. 39, n. 2, p. 533-540, 2015.
38. PINHO, R. G. V.; BORGES, I. D.; PEREIRA, J. L. A. R.; DOS REIS, M. C. Marcha de absorção de macronutrientes e acúmulo de matéria seca em milho. **Revista Brasileira de Milho e Sorgo**, v. 8, n. 2, p. 157-173, 2009.

39. HARRIS, D. C. **Análise Química Quantitativa**. Rio de Janeiro: LTC, 2008.
40. KRUG, F. J. **Métodos de preparo de amostras fundamentos sobre preparo de amostras orgânicas e inorgânicas para análise elementar**. Piracicaba: F. J. Krug, 2008.
41. SKOOG, D. A.; WEST, D. M.; HOLLER, F. J. **Fundamentals of analytical chemistry**. 1ª Ed. Fort Worth: Saunders College Pub, 1996.
42. HOLLER, F. J.; SKOOG, D. A.; CROUCH, S. R.; **Princípios de Análise Instrumental**. Porto Alegre: Bookman, 2009.
43. DE OLIVEIRA, E. Sample preparation for atomic spectroscopy: evolution and future trends. **Journal of the Brazilian Chemical Society**, v. 14, n. 2, p. 174-182, 2003.
44. FLORES, É. M. M.; BARIN, J. S.; MESKO, M. F.; KNAPP, G. Sample preparation techniques based on combustion reactions in closed vessels — A brief overview and recent applications. **Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy**, v. 62, n. 9, p. 1051–1064, 2007.
45. PANICHEV, N.; MANDIWANA, K.; KATAEVA, M.; SIEBERT, S. Determination of Cr(VI) in plants by electrothermal atomic absorption spectrometry after leaching with sodium carbonate. **Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy**, v. 60, n. 5, p. 699–703, 2005.
46. FLORES, É. M. M.; SAIDELLES, A. P. F.; FLORES, E. L. M.; MESKI, M. F.; PEDROSO, M. P.; DRESSLER, V. L.; BITTENCOURT, C. F.; COSTA, A. B. Determination of copper in medicinal plants used as dietary supplements by atomic absorption spectrometry with direct flame solid analysis. **Microchemical Journal**, v. 77, n. 2, p. 113–118, 2004.
47. PERONICO, V. C. D.; RAPOSO Jr, J. L. Ultrasound-assisted extraction for the determination of Cu, Mn, Ca, and Mg in alternative oilseed crops using flame atomic absorption spectrometry. **Food Chemistry**, v. 196, p. 1287-1292, 2016, no prelo.
48. FRANCO, M. J.; CAETANO, I. C. S.; CAETANO J.; DRAGUNSKI, D. C. ETANO, I. C. S.; CAETANO J.; DRAGUNSKI, D. C. Determinação de metais em plantas medicinais comercializadas na região de Umuarama-PR. **Arquivos de Ciências da Saúde UNIPAR**, Umuarama, v. 15, n. 2, p. 121-127, 2011.
49. CADORE, S.; MATOSO, É.; SANTOS, M. C. A espectrometria atômica e a determinação de elementos metálicos em material polimérico. **Química Nova**, v. 31, n. 6, p. 1533-1542, 2008.
50. WELNA, M.; SZYMCZYCHA-MADEJA, A.; POHL, P. A comparison of samples preparation strategies in the multi-elemental analysis of tea by spectrometric methods. **Food Research International**, v. 53, p. 922 – 930, 2013.

51. MACHADO, I.; BERGMANN, G.; PISTÓN, M. A simple and fast ultrasound-assisted extraction procedure for Fe and Zn determination in milk-based infant formulas using flame atomic absorption spectrometry (FAAS). **Food Chemistry**, v. 194, p. 373-376, 2016, no prelo.
52. MANUTSEWEE, N.; AEUNGMAITREPIROM, N.; VARANUSUPAKUL, P.; IMYIM, A. Determination of Cd, Cu and Zn in fish na mussel by AAS after ultrasound-assisted acid leaching extraction. **Food Chemistry**, v. 101, n. 2, p. 817-824, 2007.
53. SMICHOWSKI, P.; GÓMEZ, J. Spectroscopic and chromatographic techniques and methodologies for the determination of metals, metalloids and ions in atmospheric aerosols. **Comprehensive Analytical Chemistry**, v. 70, p. 239-266, 2015.
54. ROBAINA, N. F.; BRUM, D. M.; CASSELLA, R. J. A. Application of the extraction induced by emulsion breaking for the determination of chromium and manganese in edible oils by electrothermal atomic absorption spectrometry. **Talanta**, v. 99, p. 104-112, 2012.
55. FERREIRA, C. C.; COSTA, L. M.; BARBEIRA, P. J. S. Methyl oleate as matrix simulacrum for the simultaneous determination of metals in biodiesel samples by flame atomic emission spectroscopy. **Talanta**, v. 138, p. 8-14, 2015.
56. SINGH, V.; AGRAWAL, H. M. Quantitative soil mineral analysis by EDXRF, XRD and AAS probes. **Radiation Physics and Chemistry**, v. 81, n. 12, p. 1796-1803, 2012.
57. BROWN, J. H.; GOMEZ, M. J.; BENZO, Z.; VAZ, J. E. Application of the response surface methodology for potassium determination in soils by AAS using the slurry technique. **Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems**, v. 35, n. 2, p. 239-247, 1996.
58. ARSLAN, Z.; TYSON, J. F. Determination of calcium, magnesium and strontium in soils by flow injection flame atomic absorption spectrometry. **Talanta**, v. 50, n. 5, p. 929-937, 1999.
59. RESANO, M.; RELLO, L.; FLÓREZ, M.; BELARRA, M. A. On the possibilities of high-resolution continuum source graphite furnace atomic absorption spectrometry for the simultaneous or sequential monitoring of multiple atomic lines. **Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy**, v. 66, n. 5, p. 321-328, 2011.
60. RAPOSO, J. L.; DE OLIVEIRA, S. R.; CALDAS, N. M.; GOMES NETO, J. A. Evaluation of alternate lines of Fe for sequential multi-element determination of Cu, Fe, Mn and Zn in soil extracts by high-resolution continuum source flame atomic absorption spectrometry. **Analytica Chimica Acta**, v. 627 p. 198-202, 2008.
61. SOUZA, M. O.; RIBEIRO, M. A.; CARNEIRO, M. T. W. D.; ATHAYDE, G. P. B.; CASTRO, E. V. R.; SILVA, F. L. F.; MATOS, W. O.; FERREIRA, R. Q. Evaluation and determination of chloride in crude oil based on the counterions Na, Ca, Mg, Sr and Fe, quantified via ICP-OES in the crude oil aqueous extract. **Fuel**, v. 154, p. 181-187, 2015.

62. CHAVES, E. S.; SANTOS, E. J.; ARAÚJO, R. G. O.; OLIVEIRA, J. V.; FRESCURA, V. L. A.; CURTIUS, A. J. Metals and phosphorus determination in vegetable seeds used in the production of biodiesel by ICP OES and ICP-MS. **Microchemical Journal**, v. 96, n. 1, p. 71-76, 2010.
63. SMICHOWSKI, P., MARRERO, J., GÓMEZ, D. Inductively coupled plasma optical emission spectrometric determination of trace element in PM<sub>2,5</sub> airborne particulate matter collected in an industrial area of Argentina. **Microchemical Journal**, v. 80, p. 9-17, 2005.
64. BORA, T.; AKSOY, Ç.; TUNAY, Z.; AYDIN, F. Determination of trace elements in illicit spice samples by using ICP-MS. **Microchemical Journal**, v. 123, p. 179-184, 2015.
65. REYES, M. N.M.; CAMPOS, R. C. Determination of copper and nickel in vegetable oils by direct sampling graphite furnace atomic absorption spectrometry. **Talanta**, v. 70, p. 929–932, 2006.
66. ALTUNAY, N.; GÜRKAN, R. A new cloud point extraction procedure for determination of inorganic antimony species in beverages and biological samples by flame atomic absorption spectrometry. **Food Chemistry**, v. 175, p. 507-515, 2015.
67. DEMIRTAS, I.; et al. Lead determination at ng/mL level by flame atomic absorption spectrometry using a tantalum coated slotted quartz tube atm trap. **Talanta**. V. 138. p. 218-224. 2015.
68. LYRA, F. H.; CARNEIRO, M. T. W. D.; BRANDÃO, G. P.; PESSOA, H. M.; DE CASTRO, E. V. Determination of Na, K, Ca and Mg in biodiesel samples by flame atomic absorption spectrometry (F AAS) using microemulsion as sample preparation. **Microchemical Journal**, v. 96, n. 1, p. 180-185, 2010.
69. FIETZ, C. R. Boletim Agrometeorológico - Dourados, MS. Embrapa Agropecuária Oeste, 2014.
70. CURRIE, L. A.; Nomenclature in evaluation of analytical methods including detection and quantification capabilities. **Analytica Chimica Acta**, v. 391, n. 2, p. 105–126, 1999.
71. Agilent Technologies. (2015). Flame Atomic Absorption spectrometry – Analytical Methods. Mulgrave, VIC, Australia.