



# XXXIII Congresso Brasileiro de Ciência do Solo

Solos nos biomas brasileiros: sustentabilidade e mudanças climáticas  
31 de julho à 05 de agosto - Center Convention - Uberlândia/Minas Gerais

## AValiação DA REPETITIVIDADE E REPRODUTIBILIDADE PARA CÁLCULO DE INCERTEZA NA ANÁLISE GRANULOMÉTRICA

Hosana Maria Andrade<sup>(1)</sup>; João Herbert Moreira Viana<sup>(2)</sup>; Guilherme Kangussu Donagemma<sup>(3)</sup>; Lucimara Fernanda da Paz<sup>(4)</sup> Bianca Matos de Melo<sup>(4)</sup>

<sup>(1)</sup> Estudante do curso de Química da Universidade Federal de Juiz de Fora – MG (Assistente do laboratório de Física de Solos, Embrapa Milho e Sorgo); <sup>(2)</sup> Pesquisador, Embrapa Milho e Sorgo, Rod. MG 424 km 45 Caixa Postal 285 - CEP 35701-970, Sete Lagoas - MG – Brasil jherbert@cnpm.embrapa.br; <sup>(3)</sup> Pesquisador, Embrapa Solos, Rua Jardim Botânico, 1.024 - Jardim Botânico, Rio de Janeiro, RJ - Brasil CEP 22460-000; <sup>(4)</sup> Estudante do curso de Meio Ambiente da Escola Técnica Municipal de Sete Lagoas, Bolsista PIBIC (Convênio Fapemig CNPq / Embrapa / FAPED); <sup>(4)</sup> Estudante do Curso Técnico em Meio Ambiente da Escola Técnica Municipal de Sete Lagoas, Bolsista BIC JR do Convênio Fapemig/CNPq/Embrapa/ FAPED

**Resumo** – A análise granulométrica é uma ferramenta básica para a caracterização dos solos, com uso em diversos campos, como a classificação e a determinação do uso e manejo dos solos. Sua exigência para a obtenção de financiamento agrícola e seguro rural torna necessário o conhecimento detalhado das incertezas analíticas associadas ao método, para evitar prejuízos relacionados a eventuais restrições de crédito. O objetivo deste trabalho foi avaliar preliminarmente a incerteza analítica associada ao método de análise granulométrica, com as modificações propostas para sua padronização. A avaliação foi feita em dois solos (um Latossolo Vermelho Amarelo e uma Argissolo Vermelho Amarelo). Foi usado o método da agitação lenta, com o agitador do tipo Wagner, e a quantificação das frações por peneiramento e pipetagem, após a sedimentação. Foram executadas 108 repetições, por três analistas diferentes. Os resultados indicam uma incerteza de 3% para o LVA, e de 2% para o PVA.

**Palavras-Chave:** controle de qualidade; análise de erro; conteúdo de argila.

### INTRODUÇÃO

A análise granulométrica é uma ferramenta básica para a caracterização de solos e geomateriais, com aplicação em diversos campos da atividade humana, como a agricultura, a engenharia civil e a geotecnia. Seus resultados têm variadas aplicações nestes ramos, e, na agricultura, sua aplicação inclui a determinação da aptidão agrícola dos solos. Essa avaliação é hoje usada como critério para a concessão de financiamento agrícola e do seguro rural, conforme a Instrução Normativa 2/2008 do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento, publicada no D.O.U. em 10/10/2008. Essa exigência torna necessário um melhor conhecimento das incertezas associadas a essa medida, de modo a subsidiar as decisões tomadas com base nesses resultados. A análise granulométrica visa a quantificação da distribuição por tamanho das partículas individuais de minerais do solo. A separação dessas frações é feita por meio de peneiramento, seguido por sedimentação, após os procedimentos de

dispersão. O procedimento operacional visa a ruptura dos agregados do solo e a individualização dessas partículas, por meio de uma combinação de energia mecânica e química, com formação de uma suspensão estabilizada, e a quantificação após a separação das frações. O estudo da repetitividade e da reprodutibilidade tem por objetivo a comparação do grau de concordância entre os resultados de medições sucessivas de um mesmo mensurando efetuadas sob as mesmas condições de medição e sob condições diferentes, respectivamente (INMETRO, 2007). Estas condições são denominadas condições de repetitividade: mesmo procedimento de medição; mesmo observador; mesmo instrumento de medição, utilizado nas mesmas condições; mesmo local; repetição em curto período de tempo. Para este ensaio, a reprodutibilidade foi considerada para a repetição dos ensaios por operadores diferentes, nas mesmas condições gerais e para uma mesma amostra homogeneizada. A repetitividade pode ser expressa quantitativamente em função das características da dispersão dos resultados. Este trabalho teve por objetivo determinar a repetitividade e a reprodutibilidade dos resultados da análise granulométrica, visando gerar dados para o estabelecimento de seus limites de confiança, para fins de controle de qualidade laboratorial. Neste trabalho foram avaliados dois solos, por três diferentes analistas.

### MATERIAL E MÉTODOS

Neste trabalho foram utilizados dois solos coletados na região de Sete Lagoas – MG, denominados LVAd Horizonte B (Latossolo Vermelho Amarelo distrófico típico) e PVAd Horizonte B (Argissolo Vermelho Amarelo distrófico). O método de análise granulométrica teve por base o Manual de Métodos da Embrapa (1997), com as modificações descritas abaixo. Inicialmente, realizou-se a separação da fração menor que 2,0 mm, seguida do quarteamento das amostras para garantir melhor homogeneização das mesmas. Procedeu-se à medição da umidade do solo para determinação do fator de correção de umidade. Preparou-se a solução de hidróxido de sódio 1 M. Pesou-se 25,000 g de amostra de TFSA em um béquer, em balança analítica com incremento e repetibilidade de 0,001 g. Transferiu-se a amostra para a garrafa do agitador, por meio de funil. Adicionou-se 100 ml de água

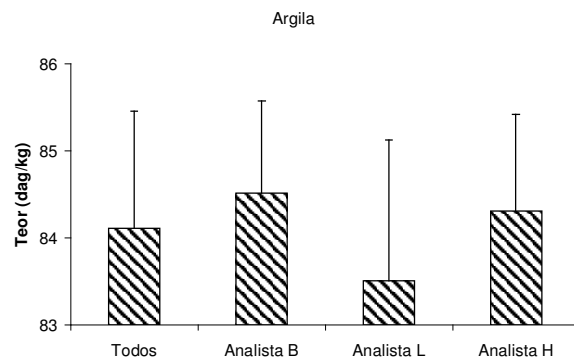
deionizada, lavando-se o funil usado para a transferência da amostra. Adicionou-se 25 ml de solução de hidróxido de sódio 1 M. O volume final foi de aproximadamente 200 ml. Montou-se as garrafas no agitador orbital tipo Wagner, após tampá-las com as rolhas de borracha. Apertou-se, acionou-se o agitador e procedeu-se à agitação por 16 horas. Decorrido o tempo, desligou-se o agitador e retirou-se as garrafas. Montou-se sobre um funil a peneira de 20 cm de diâmetro e malha 0,053 mm, apoiando-a em um suporte. Colocou-se o cilindro de sedimentação sob o funil. Retirou-se a garrafa do agitador e transferiu-se a amostra da garrafa para a peneira. Lavou-se a garrafa e a rolha com água deionizada para transferir todo o conteúdo. Lavou-se todo o material retido com água deionizada. Completou-se o volume do cilindro de sedimentação até a marca de 1 litro com água deionizada. Retirou-se a areia retida na peneira, transferiu-se para uma lata seca e limpa, previamente tarada e identificada, eliminou-se o excesso da água e levou-se para secagem na estufa a 105°C, por 24 horas. Retirou-se a amostra seca da estufa, deixou-se esfriar em dessecador, pesou-se em balança analítica com incremento e repetibilidade de 0,001 g. Anotou-se o resultado e transferiu-se para a planilha eletrônica, no arquivo adequado. Preparou-se a prova em branco (todos os reagentes exceto o solo). Colocou-se 25 ml da solução de hidróxido de sódio 1 M no cilindro de sedimentação e completou-se até a marca de 1 litro com água deionizada. Pipetou-se 25 ml da solução, transferiu-se para bquer seco e levou-se para secagem na estufa. Agitou-se a suspensão de cada amostra, inclusive da prova em branco, utilizando agitador magnético. Pipetou-se imediatamente 25 ml da suspensão de silte + argila, transferidos para um bquer seco, limpo e previamente tarado e identificado e levado para secagem na estufa a 105°C, por 24 horas. Aguardou-se o tempo de sedimentação de 3 horas e 40 minutos, após agitação da primeira amostra. Pipetou-se 25 ml da suspensão de argila, que foi transferido para um bquer seco, limpo, previamente tarado e identificado e levado para secagem na estufa a 105°C, por 24 horas. Retirou-se as amostras secas da estufa, deixando-as esfriar em dessecador e pesou-se em balança analítica. Anotou-se o resultado e transferiu para a planilha eletrônica, no arquivo adequado. Transferiu-se a areia total para a peneiras de diâmetro 20 cm e malha 0,212 mm, com o fundo já colocado, para a separação da areia grossa. Transferiu-se a areia fina que passou para o fundo para a mesma lata que foi usada anteriormente e pesou-se em balança analítica. Anotou-se o resultado e transferiu-se para a planilha eletrônica, no arquivo adequado. Após os cálculos foram feitas as análises estatísticas básicas, e avaliados os resultados.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

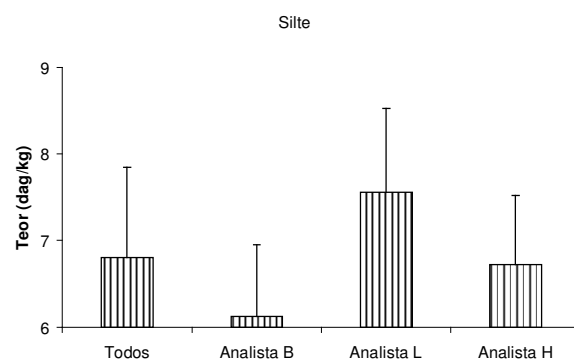
O teor médio de argila para o solo LVAd foi de 84,1 dag kg<sup>-1</sup>, com um desvio padrão de 1,4 dag kg<sup>-1</sup>, considerando-se todos os resultados, tendo a diferença entre os valores médios obtidos por cada analista e a média geral permanecido abaixo de 1 dag kg<sup>-1</sup> (Figura

1). Os valores das diferenças das demais frações foram menores (Figuras 2 a 4), em função dos menores valores absolutos das mesmas, mas com desvios proporcionalmente maiores. Para o solo PVAd, o teor médio de argila para o solo LVAd foi de 65,0 dag kg<sup>-1</sup>, com um desvio padrão de 1,8 dag kg<sup>-1</sup>, considerando-se todos os resultados. A diferença entre os valores médios obtidos por cada analista e a média geral também ficou abaixo de 1 dag kg<sup>-1</sup>, exceto para um analista (Figura 5). Os desvios padrão também se mantiveram na mesma ordem de grandeza. Para as demais frações, também houve diferenças menores em valor absoluto, mas com maiores desvios proporcionais (Figuras 6 a 8). Os gráficos de distribuição de frequências para o solo LVAd indicam uma tendência geral para uma distribuição normal dos resultados, compatível com o número de repetições elevado, mas mostram também que alguns poucos resultados estão fora da faixa de três desvios padrão (Figuras 9 a 12).

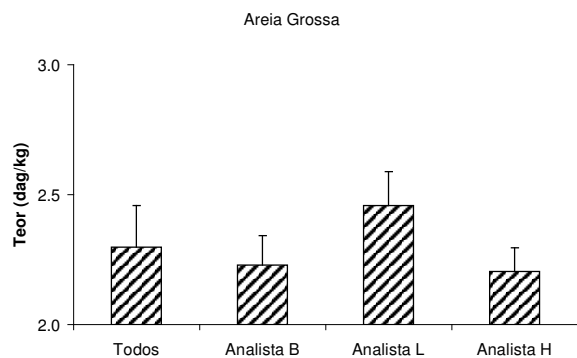
Os resultados indicam que, para os solos testados, os resultados apresentam uma variação de cerca de 3 dag/kg para o teor de argila (componente dominante), valor que pode ser tomado como uma primeira aproximação para a incerteza associada a essa análise, a ser corroborado pela avaliação de um conjunto maior de solos.



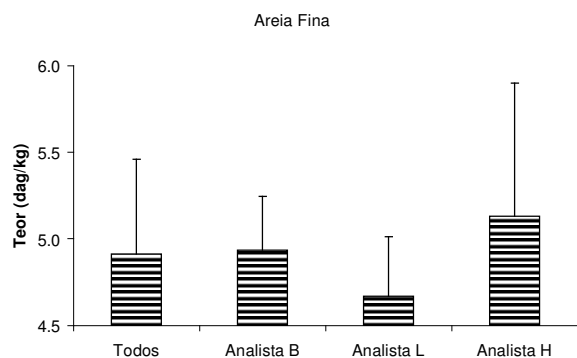
**Figura 1.** Teor médio de argila para o solo LVAd, para todos os resultados juntos e por analista. A barra indica um desvio padrão.



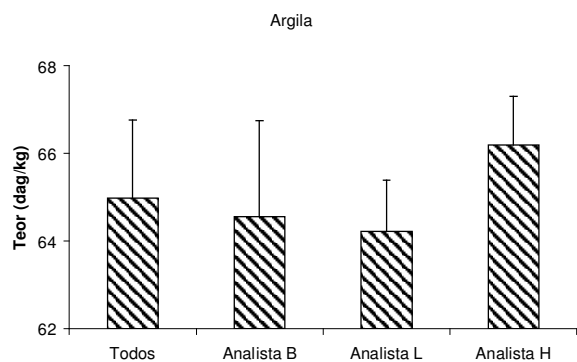
**Figura 2.** Teor médio de silte para o solo LVAd, para todos os resultados juntos e por analista. A barra indica um desvio padrão.



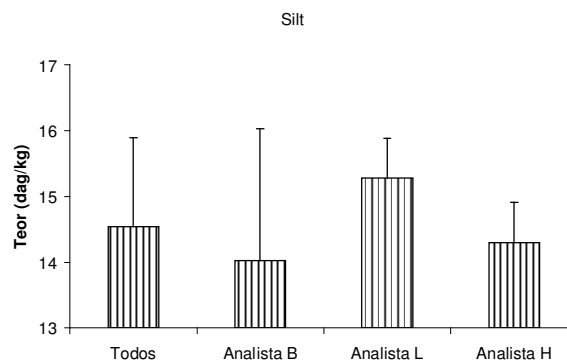
**Figura 3.** Teor médio de areia grossa para o solo LVAd, para todos os resultados juntos e por analista. A barra indica um desvio padrão.



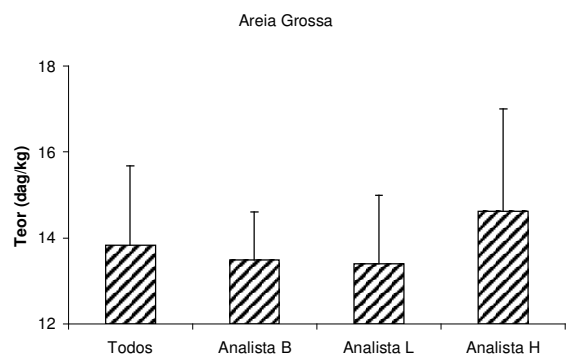
**Figura 4.** Teor médio de areia fina para o solo LVAd, para todos os resultados juntos e por analista. A barra indica um desvio padrão.



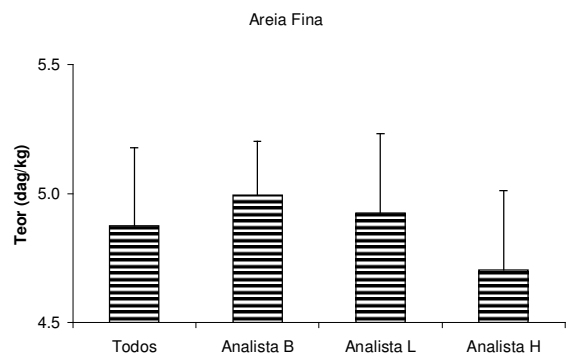
**Figura 5.** Teor médio de argila para o solo PVAd, para todos os resultados juntos e por analista. A barra indica um desvio padrão.



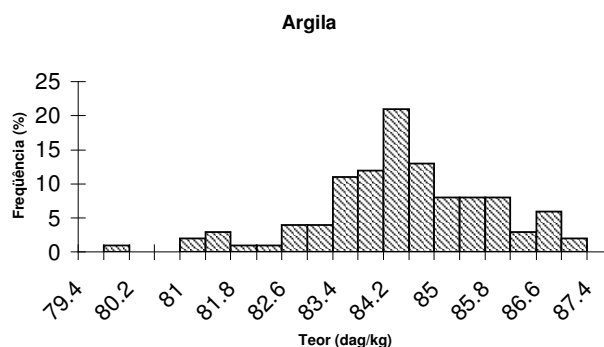
**Figura 6.** Teor médio de silte para o solo PVAd, para todos os resultados juntos e por analista. A barra indica um desvio padrão.



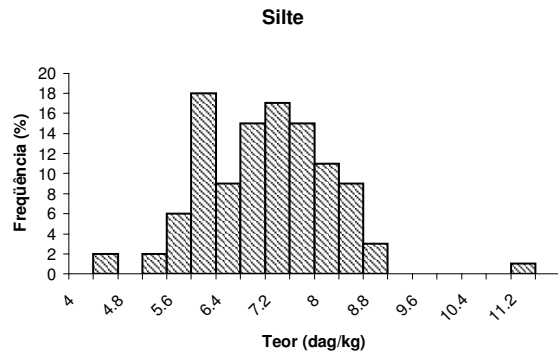
**Figura 7.** Teor médio de areia grossa para o solo PVAd, para todos os resultados juntos e por analista. A barra indica um desvio padrão.



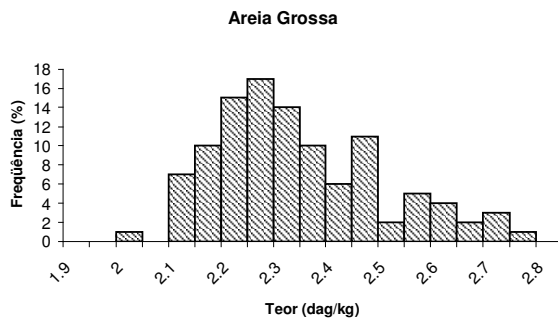
**Figura 8.** Teor médio de areia fina para o solo PVAd, para todos os resultados juntos e por analista. A barra indica um desvio padrão.



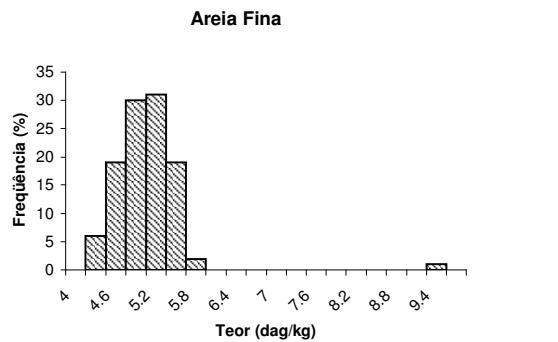
**Figura 9.** Distribuição de freqüência para os resultados de argila para o solo LVAd.



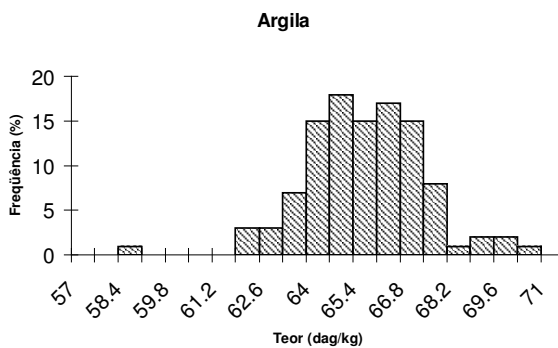
**Figura 10.** Distribuição de frequência para os resultados de silte para o solo LVAd



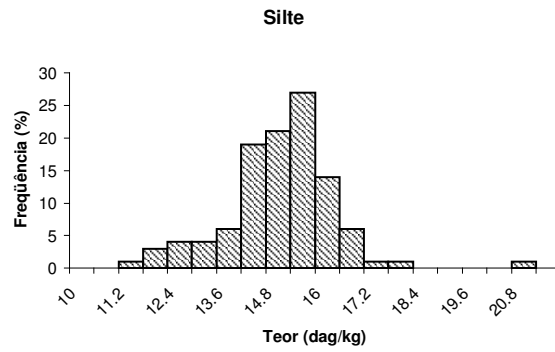
**Figura 11.** Distribuição de frequência para os resultados de areia grossa para o solo LVAd.



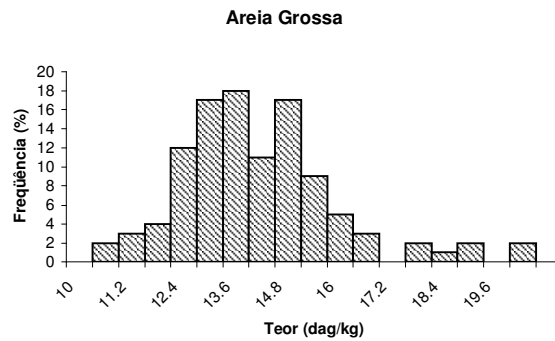
**Figura 12.** Distribuição de frequência para os resultados de areia fina para o solo LVAd.



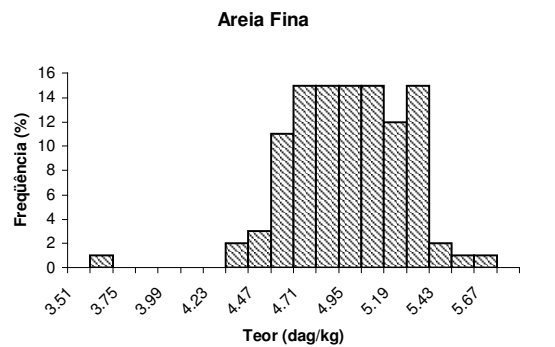
**Figura 13.** Distribuição de frequência para os resultados de argila para o solo PVAd.



**Figura 14.** Distribuição de frequência para os resultados de silte para o solo PVAd.



**Figura 15.** Distribuição de frequência para os resultados de areia grossa para o solo PVAd.



**Figura 16.** Distribuição de frequência para os resultados de areia fina para o solo PVAd.

**CONCLUSÕES**

1.Os resultados obtidos indicam que a incerteza está na faixa de 3 dag/kg, considerando o componente dominante nesses solos (argila).

2.Os solos testados apresentaram comportamento semelhante, quanto aos valores absolutos de desvios.

**AGRADECIMENTOS**

Os autores agradecem o apoio financeiro da Fapemig e do CNPq.

**REFERÊNCIAS**

EMBRAPA. Manual de métodos de análise de solo - 2º edição revista atualizada .Centro Nacional de Pesquisa de solos, Rio de Janeiro. 1997. 212 p.

INMETRO. Vocabulário internacional de termos fundamentais e gerais de metrologia: portaria INMETRO no 029 de 1995 /

INMETRO, SENAI – Departamento Nacional. 5. Ed. –  
Rio de Janeiro:Ed. SENAI, 2007.