



**UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DE PERNAMBUCO**  
**GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA AGRÍCOLA E**  
**AMBIENTAL**

**KÁTIA ELISABETE SILVA RIBEIRO**

**RELATÓRIO DE ESTÁGIO SUPERVISIONADO**  
**OBRIGATÓRIO**

**RECIFE**  
**2021**

**KÁTIA ELISABETE SILVA RIBEIRO**

**RELATÓRIO DE ESTÁGIO SUPERVISIONADO  
OBRIGATÓRIO**

**ANÁLISE DA CAPACIDADE DA TROCA DE CÁTIONS (CTC) EM  
FERTILIZANTES ORGÂNICOS**

Relatório apresentado ao Curso de Graduação em Engenharia Agrícola e Ambiental da Universidade Federal Rural de Pernambuco, como pré-requisito para obtenção de nota da disciplina Estágio Supervisionado Obrigatório, sob orientação da Professora Ralini Ferreira de Melo.

**RECIFE  
2021**

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação  
Universidade Federal Rural de Pernambuco  
Sistema Integrado de Bibliotecas  
Gerada automaticamente, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

---

- R484a      Ribeiro, Kátia Elisabete Silva  
              Análise da capacidade da troca de cátions (CTC) em fertilizantes orgânicos / Kátia Elisabete Silva Ribeiro. - 2021.  
              15 f. : il.
- Orientadora: Ralini Ferreira de Mello.  
              Inclui referências.
- Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) - Universidade Federal Rural de Pernambuco, Bacharelado em  
Engenharia Agrícola e Ambiental, Recife, 2021.
1. Capacidade de troca de cátions. 2. Potencial produtivo. 3. Produtores rurais. 4. Fertilizantes orgânicos. 5.  
Segurança alimentar. I. Mello, Ralini Ferreira de, orient. II. Título

**RELATÓRIO DE ESTÁGIO SUPERVISIONADO  
OBRIGATÓRIO**

**ANÁLISE DA CAPACIDADE DA TROCA DE CÁTIONS (CTC) EM  
FERTILIZANTES ORGÂNICOS**

---

Kátia Elisabete Silva Ribeiro

---

Ralini Ferreira de Mello

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço a Deus por ter me fortalecido ao ponto de superar as dificuldades e também por toda saúde que me deu e que permitiu alcançar esta etapa tão importante da minha vida.

A esta universidade e a toda sua direção, eu deixo uma palavra de agradecimento por todo ambiente inspirador e pela oportunidade de concluir este curso.

Aos queridos professores eu agradeço a orientação incansável, o empenho e a confiança que ajudaram a tornar possível este sonho. Em especial a professora Ralini Melo, pelos aconselhamentos e orientações que ultrapassaram os muros da instituição, e ao professor Abelardo Montenegro pela oportunidade de participar das atividades do LAS e com isso absorver todo conhecimento prático enquanto discente.

Ao Laboratório Nacional Agropecuário em Pernambuco – LANAGRO na pessoa de Lindomário Barros de Oliveira pela oportunidade de realizar a pesquisa.

À minha família e amigos, que nunca desistiram de mim e sempre me ofereceram amor, eu deixo uma palavra e uma promessa de gratidão eterna, especialmente a minha mãe que tanto se esforçou para contribuir com a minha formação.

A todas as pessoas que de alguma forma fizeram parte do meu percurso, eu agradeço com todo meu coração.

A todas as pessoas que de uma alguma forma me ajudaram a acreditar em mim eu quero deixar um agradecimento eterno, porque sem elas não teria sido possível.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Atividades desenvolvidas no laboratório .....	12
Figura 2 - . Diagrama de Ishikawa para incertezas .....	19

## **LISTA DE ABREVIATURAS**

ANDA - Associação Nacional para difusão de Adubos

CTC – Capacidade de Troca de Cátion

LANAGRO - Laboratório Nacional Agropecuário em Pernambuco

MAPA - Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento;

UFRPE - Universidade Federal Rural de Pernambuco.

## RESUMO

No mundo são consumidos cerca de 182 milhões de toneladas de fertilizantes e o Brasil ocupa a quarta posição no cenário mundial. Alguns elementos essenciais para o crescimento e para a manutenção da vegetação podem ser retirados durante uma colheita. Desta forma, é necessária a reposição desses elementos, tanto para a nutrição adequada das plantas quanto para a elevação do potencial produtivo, a qual abre espaço para os fertilizantes. A manutenção da produção das culturas depende de uma viável e eficiente indústria de fertilizantes no mundo, para ajudar a fornecer os nutrientes certos, na dose certa, na época certa e no local certo. Este trabalho descreve os principais aspectos e resultados obtidos nas análises do desempenho da CTC em fertilizantes orgânicos realizados no Laboratório Nacional Agropecuário em Pernambuco (LANAGRO) do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). Nesse contexto, objetivou-se com esse estudo acompanhar a realização de análises físico-químicas para fins de fiscalização de fertilizantes.

Palavras-chave: capacidade de troca de cátions, potencial produtivo, produtores rurais, fertilizantes orgânicos, segurança alimentar.



## 1. INTRODUÇÃO

Com o aumento da população mundial em valores exponenciais, é crescente a necessidade de encontrar solução para ampliar a produção, garantido a segurança alimentar e nutricional, sem aumentar as áreas agricultáveis.

Os fertilizantes estão definidos na legislação brasileira, de acordo com o Decreto 86.955 de 18 de fevereiro de 1982, como substâncias minerais ou orgânicas, naturais ou sintéticas, fornecedoras de um ou mais nutrientes das plantas (BRASIL, 1982). Têm como função repor ao solo os elementos retirados em cada colheita, com a finalidade de manter ou mesmo ampliar o seu potencial produtivo. Sua participação é fundamental para o aumento do rendimento físico da agricultura, isto é, sua produtividade.

Atualmente o consumo de fertilizantes no mundo é de aproximadamente 182 milhões de toneladas. O nitrogênio (N) é o nutriente mais consumido em toda a produção agrícola, que é liderada (60%) pela China, Índia, Estados Unidos e Brasil. A China, com quase 1.4 bilhão de habitantes, é o maior consumidor de nutrientes N, fósforo (P) e potássio (K), devido ao manejo intensivo das áreas agrícolas para a produção de alimentos. A Índia é o segundo maior consumidor de N e P e o quarto de K em razão da baixa concentração de nutrientes no solo indiano. Os EUA, um dos principais fornecedores de alimentos, combustíveis e fibras do mundo, é o terceiro maior consumidor de N e o quarto de P e K. O Brasil, superpotência agrícola devido à abundância de terras e água, é o quarto maior consumidor de N e o terceiro de P. Por possuir solos com deficiência de K, é o segundo maior consumidor do nutriente (SNA, 2017).

Para fazer uma recomendação de adubação é preciso estar de posse de uma análise química e física do solo, bem detalhada e feita a partir de uma amostra que reduza os riscos de erros. Contudo, mesmo que a equipe de campo realize um excelente trabalho de coleta, que a análise seja feita em um laboratório confiável e que o técnico responsável faça toda a interpretação e recomendação adequada para atingir os níveis ótimos de fertilidade do solo e que todo o trabalho de aplicação seja realizado com a máxima eficiência, se o fertilizante ou corretivo apresentar deficiências nas garantias, todo este trabalho terá sido em vão. O laboratório de análise de fertilizantes trabalha fazendo análises da composição química e física de diversos tipos de fertilizantes, sejam fertilizantes químicos, orgânicos, sólidos, líquidos, biofertilizantes e demais insumos cuja finalidade esteja ligada a adubação do solo. Embora as análises verifiquem se o teor dos nutrientes estão de acordo com as garantias, também são averiguadas a qualidade da matéria prima e a fabricação dos mesmos. Contudo, para que esta checagem seja correta, é preciso seguir critérios de amostragem dos fertilizantes,

assim como para a metodologia de análise, sendo que ambos no Brasil são normatizados pelo Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). (SENA et al. ;2014)

Com isso, objetivou-se com esse estudo acompanhar a realização de análises físico-químicas para fins de fiscalização de fertilizantes orgânicos.

## **2. OBJETIVOS**

### **2.1. Objetivo Geral**

Acompanhar a realização de análises físico-químicas para fins de fiscalização de fertilizantes orgânicos.

### **2.2 Objetivos Específicos**

- realizar a avaliação prévia do efeito da solubilização dos sais solúveis na análise de CTC de fertilizantes
- verificar o desempenho do método oficial de CTC.

## **3. REFERENCIAL TEÓRICO**

### **3.1. Descrição**

O trabalho foi desenvolvido no Ministério da Agricultura, pecuária e abastecimento (MAPA) que é responsável pela gestão das políticas públicas de estímulo à agropecuária, pelo fomento do agronegócio e pela regulação e normatização de serviços vinculados ao setor. Localizado na Av. General San Martin nº 1000, Bongi. CEP 50630-060, Recife/PE. O órgão tem por finalidade conceder certificado de registro a agentes de mercado para operar na produção, importação,exportação e comércio de fertilizantes, corretivos, inoculantes e biofertilizantes. Os ensaios foram realizados no Laboratório Nacional Agropecuário em Pernambuco (LANAGRO) sob a supervisão do auditor fiscal federal agropecuário e pesquisador Dr. Lindomário Barros de Oliveira.

### **3.2. Histórico**

Com o processo de industrialização do país, nos anos 1940, surgiram as primeiras fábricas de fertilizantes no Brasil. Dedicavam-se exclusivamente à mistura NPK com base em fertilizantes simples importados. Algumas das grandes empresas do setor já atuavam no

mercado no fim da década de 1940 e início da década de 1950. Dentre essas indústrias, podemos citar a Trevo (1930), Quimbrasil (1945), IAP (1945), Copas (1945), Manah (1947), Fertisul (1948), Elekeiroz (1949) e Solorrigo (1956). As importações atendiam à demanda interna de matérias primas para fertilizantes até o início da década de 1960, pois a produção local restringia-se à exploração de uma mina de fosfato pertencente ao Grupo Bunge (Serrana), descoberta nos anos 1940, no Estado de São Paulo, às unidades de amônia, ácido nítrico, nitrato de amônio e nitrocálcio da Petrobras e à atuação de alguns produtores pioneiros de superfosfato simples. Em 1971, teve início a utilização no país do gás natural como matéria-prima para a produção de amônia e uréia.

Diante desse cenário de produção e consumo, havia a necessidade de um órgão regulador e fiscalizador da produção, sendo assim, surgiu o Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (Mapa) foi criado pelo Decreto nº 1067, em 28 de julho de 1860, com o nome de Secretaria de Estado dos Negócios da Agricultura, Comércio e Obras Públicas integrando a estrutura formal do gabinete de Dom Pedro II. O Mapa é responsável pela gestão das políticas públicas de estímulo à agropecuária, pelo fomento do agronegócio e pela regulação e normatização de serviços vinculados ao setor. Este Ministério tem por finalidade, conceder certificado de registro a agentes de mercado para operar na produção, importação, exportação e comércio de fertilizantes, corretivos, inoculantes e biofertilizantes.

### **3.3. Fertilizantes**

O Brasil é importante produtor e exportador de produtos agrícolas e um dos principais países demandantes deste insumo. De acordo com a Associação Nacional para difusão de Adubos (ANDA) a quantidade de fertilizantes entregues ao mercado em março/2020 obteve incremento de 15,5% em comparação a março/2019. Ainda conforme a Associação, Mato Grosso concentra o maior volume no período analisado (25,6%), atingindo 1.918 mil toneladas, seguido de Goiás com 935 mil toneladas, Minas Gerais com 902 mil toneladas, São Paulo com 881 mil toneladas e Paraná com 837 mil toneladas. (CONAB, 2020). Com o crescimento do consumo de fertilizantes, cada vez mais novos produtos e marcas aparecem no mercado, oferecendo soluções para uma melhor nutrição para cada cultura.

Desta forma, é importante fazer uma análise dos fertilizantes adquiridos, não só para realmente saber se o teor dos nutrientes está de acordo com as garantias, mas também para averiguar a qualidade da matéria prima e a fabricação dos mesmos. Contudo, para que esta checagem seja correta, é preciso seguir critérios de amostragem dos fertilizantes, assim como para a metodologia de análise, sendo que ambos no Brasil são normatizados pelo MAPA – Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento, que os classifica da seguinte forma:

- Fertilizantes Minerais destinados à aplicação via solo
- Fertilizantes Minerais destinados à aplicação via foliar, hidroponia e fertirrigação
- Fertilizantes Orgânicos e Organominerais destinados à aplicação via solo
- Fertilizantes Orgânicos e Organominerais destinados à aplicação via foliar, hidroponia e fertirrigação.

Cujo nosso objeto de estudo foram os fertilizantes orgânicos.

### **3.2.1 Fertilizantes orgânicos**

Os fertilizantes orgânicos são insumos utilizados para manter a fertilidade do solo, sendo aplicados em grande volume e, geralmente, de forma periódica. São tradicionalmente utilizados, o esterco bovino e a cama de aviário, uma vez que possuem custo elevado e são de difícil obtenção em algumas regiões. São produtos que apresentam dificuldades para o seu transporte e armazenamento, devido à sua elevada umidade e à emissão de odores. A crescente demanda por fertilizantes orgânicos pode ser suprida por meio da utilização de resíduos e subprodutos resultantes da produção agropecuária, da atividade agroindustrial e do ambiente urbano. Centenas de milhões de toneladas de materiais orgânicos são gerados anualmente no Brasil. O aproveitamento desses materiais é fundamental para promover a sustentabilidade da agricultura nacional e a conservação do ambiente, reduzindo as perdas de nutrientes e otimizando o seu aproveitamento.

## **4. METODOLOGIA**

As amostras coletadas resultaram de fiscalizações de rotina do MAPA. As coletas foram feitas de acordo com os procedimentos da instituição no período de 01/12/2020 a 26/02/2021 sob a supervisão do responsável técnico Lindomário Barros de Oliveira. As análises física e química das amostras foram feitas seguindo métodos contidos no manual de métodos analíticos oficiais para fertilizantes e corretivos do próprio ministério. Foram selecionadas apenas as amostras de fertilizantes orgânicos para aplicação via solo, por representarem a maior parte do que se consome no País neste tipo de fertilizante. Os laboratórios e os estabelecimentos produtores de fertilizantes foram codificados para tornar a análise imparcial.

Figura 1. Atividades desenvolvidas no laboratório



Fonte: a autora

## 4.1 CAPACIDADE DE TROCA DE CÁTIONS (CTC)

### Princípio e aplicação

A determinação da Capacidade de Troca Catiônica (CTC) em produtos orgânicos se fundamenta, essencialmente, na ocupação dos sítios de troca do material com íons hidrogênio, provenientes de uma solução diluída de ácido clorídrico, eliminação do excesso de ácido, deslocamento dos íons hidrogênio adsorvidos com solução de acetato de cálcio e titulação do ácido acético formado. Aplicável aos fertilizantes orgânicos sólidos.

### 4.1.1 Equipamentos

- a) Funil de Büchner com 5 cm de diâmetro ou maior.
- b) Kitasato com capacidade de 1000 mL.
- c) Agitador tipo Wagner.
- d) Bomba de vácuo.
- e) Potenciômetro para medida de pH.

### 4.1.2. Reagentes

- a) Carvão ativado, purificado, p.a.
- b) Solução de ácido clorídrico com concentração de aproximadamente  $0,5 \text{ mol L}^{-1}$ : diluir 42 mL de HCl concentrado, p.a., em

água e completar o volume a 1000 mL em balão volumétrico.

c) Solução de acetato de cálcio monohidratado  $0,5 \text{ mol L}^{-1}$ : pesar 88,10 g do sal monohidratado ( $\text{CaC}_4\text{H}_6\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ , p.a.), transferir para béquer de 1000 mL e solubilizar com água até um volume de aproximadamente 900 mL. Ajustar o pH da solução a 7,0 pela adição cuidadosa de soluções de HCl ou NaOH diluídas, transferir para balão volumétrico de 1000 mL e completar o volume com água.

d) Ftalato ácido de potássio ( $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ ), p.a.- secar a  $120^\circ\text{C}$  por 2 horas e conservar em dessecador.

e) Solução de fenolftaleína a 1% (m/v) em etanol, p.a.

f) Solução de hidróxido de sódio (NaOH)  $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ , padronizada: pesar 4,00 g do reagente, dissolver em água e transferir para balão volumétrico de 1000 mL. Completar o volume com água e homogeneizar.

Padronização:

i. Tomar uma massa (G) de 0,5 g de ftalato ácido de potássio, pesada com aproximação de 0,1 mg, em erlenmeyer de 250-300 mL. Acrescentar cerca de 50 mL de água, agitar até completa dissolução e juntar 5 a 8 gotas da solução indicadora de fenolftaleína.

ii. Transferir a solução preparada de NaOH para uma bureta de 50 mL e titular a solução do erlenmeyer até obter a coloração levemente rosada do indicador.

iii. Anotar o volume gasto e calcular o valor da concentração (M) pela fórmula:

$$M = 1000G/204,23V, \text{ onde:}$$

G = massa de ftalato ácido de potássio, em gramas.

V = volume de NaOH gasto na titulação, em ml

iv. Repetir mais duas vezes e calcular a média dos valores encontrados para a concentração. Este valor médio será o valor final da concentração (M) da solução de NaOH, que será utilizado no cálculo da CTC.

## Extração

a) Pesar uma massa (G) de 2 g do fertilizante orgânico preparado (secado a 65°C e pulverizado), com precisão de 0,1 mg. Acrescentar 1 g de carvão ativado, pesado com a mesma precisão, e transferir para erlenmeyer de 250 mL.

b) Juntar 100 mL de HCl 0,5 mol L<sup>-1</sup>, medidos em proveta, tampar e agitar por 30 minutos no agitador tipo Wagner a 30-40 rpm.

c) Preparar o conjunto de filtração a vácuo, colocando sobre a placa do funil de Büchner um discode papel de filtro de porosidade fina (filtração lenta), de diâmetro suficiente para cobrir o fundo, com excesso de 2-3 mm.

d) Umedecer o papel de filtro, aplicar sucção moderada e transferir o conteúdo do erlenmeyer, recebendo o filtrado em kitasato de 1000 mL.

e) Lavar o retido com porções de água, procedendo a uma nova lavagem só após todo líquido da lavagem anterior ter sido drenado. Em caso de dificuldade na filtração, pelo entupimento dos poros do papel de filtro, pode-se utilizar um funil de Buchner de diâmetro maior, de modo que o retido fique mais espalhado, melhorando a velocidade da filtração.

f) Efetuar um número de lavagens suficiente para se ter um volume de 350 a 400 mL no kitasato.

g) Terminada a fase das lavagens, trocar o kitasato utilizado até aqui substituindo por outro de igual capacidade.

## Determinação e cálculo

a) Transferir 100 mL da solução de acetato de cálcio 0,5 mol L<sup>-1</sup> para béquer de 250 mL. Este volume de solução será distribuído sobre toda superfície do material orgânico retido no funil de Büchner em sucessivas porções de 10 a 15 mL, sob vácuo reduzido, para permitir uma lenta percolação. Uma nova porção de solução de acetato de cálcio só deverá ser adicionada após a porção anterior ter sido drenada para o kitasato.

b) Na sequência, lavar com porções de água até totalizar um volume

de aproximadamente 300 mL no kitasato.

c) Levar o kitasato ao sistema de titulação e titular com a solução 0,1 mol L<sup>-1</sup> de NaOH padronizada, utilizando a solução de fenolftaleína como indicador.

d) Simultaneamente, conduzir prova em branco em duplicata, com o carvão ativado, sem presença da amostra.

Calcular o valor da CTC, em mmol<sub>c</sub> kg<sup>-1</sup>, pela expressão:

$$CTC_{(\text{mmol}_{\text{c}}\text{kg}^{-1})} = 1000M(V_a - V_b)/G, \text{ onde:}$$

V<sub>a</sub> = volume da solução de NaOH 0,1 mol L<sup>-1</sup> gasto na titulação da amostra, em mL.

V<sub>b</sub> = volume médio da solução de NaOH 0,1 mol L<sup>-1</sup> gasto na titulação das provas em branco, em mL.

G = massa da amostra, em gramas.

M = concentração da solução de NaOH padronizada, em mol L<sup>-1</sup>.

**Observação:** As operações de titulação, na padronização da solução de NaOH, na verificação das provas em branco e nas determinações da CTC, podem ser conduzidas verificando-se o ponto final potenciométricamente, utilizando-se um medidor de pH. As soluções serão tituladas com o eletrodo inserido nas mesmas para acompanhamento da elevação do pH e o volume será registrado ao atingir-se o pH 7.

## CÁLCULO DA RELAÇÃO CTC/C

A relação CTC/C é dada pela razão numérica entre os valores encontrados para a capacidade de troca catiônica (CTC), em mmol<sub>c</sub> kg<sup>-1</sup>, e o carbono orgânico, em porcentagem em massa, ambos referidos à amostra em base seca. A unidade para CTC/C será

Esta relação é um parâmetro do grau de maturação e qualidade dos



fertilizantes orgânicos.

## CÁLCULO DA RELAÇÃO C/N

A relação C/N é calculada pela divisão dos resultados em porcentagem em massa obtidos para o carbono orgânico e o nitrogênio, ambos referidos à amostra em base seca. Assim, o resultado obtido para N na amostra “*in natura*” precisa ser convertido.

para base seca ( $N_s$ ). Aplica-se aos fertilizantes orgânicos mistos, compostos e vermicompostos.

$$N_s = (100N) / (100 - U_{65}), \text{ onde}$$

$N_s$ : teor de nitrogênio em base seca.

N: teor de nitrogênio na amostra “*in natura*”

$U_{65}$ : teor de  
umidade a 65 °C.

A relação será, portanto, calculada pelo quociente  $C/N_s$ .

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

O Ministério da Agricultura apresenta métodos oficiais para o controle de qualidade dos insumos agrícolas, em conformidade com a Instrução Normativa SDA nº 03, de 26 de janeiro de 2015 que regulamenta o método.

Utilizando-se duas amostras, uma com uma garantia acima de 800 mmolcKg<sup>-1</sup> e outra com uma garantia em torno de 300 mmolcKg<sup>-1</sup>. Foram utilizadas essas amostras numa faixa distinta de CTC para garantir que o método atende tanto uma amostra que tem uma alta capacidade de troca de cátions, quanto em outra com uma faixa de CTC menor. Foram realizados quatro ensaios com cinco repetições cada um.

O método ideal para avaliar e expressar a incerteza do resultado de uma medição deve ser: universal, internamente consistente e transferível. Conforme tabela de resultados (tabela 1) as amostras foram aprovadas quanto a repetibilidade, precisão intermediária e robustez, no

níveis 1 e 2.

Tabela 1. Tabela de resultados das amostras avaliadas

**Tabela de Resultados**

<b>Parâmetro</b>	<b>Crítérios</b>	<b>Resultado</b>	<b>Avaliação</b>
Linearidade (Valor mínimo de r permitido)	0,99	0,0000	Não Avaliado
Linearidade - Maior resíduo encontrado comparado ao valor máximo de % resíduo permitido	± 20	0	Não Avaliado
Repetibilidade - Nível 01 (Valor máximo de %CV permitido)	7	1	Aprovado
Repetibilidade - Nível 02 (Valor máximo de %CV permitido)	16	1	Aprovado
Precisão Intermediária - Nível 01 (Valor máximo de %CV permitido)	7	1,76	Aprovado
Precisão Intermediária - Nível 02 (Valor máximo de %CV permitido)	16	1,91	Aprovado
Robustez (Teste de Youden)	< 3X Sr da Reprod.	Método Robusto	Aprovado
Exatidão - Nível 01	< 20%	7	Aprovado
Exatidão - Nível 02	< 20%	7	Aprovado
Limite de Detecção - LD (1/5 de LQ)	<i>Não Aplicável</i>	60,00 mmolc/kg	<i>Não Aplicável</i>
Limite de Quantificação (Menor concentração estudada)	<i>Não Aplicável</i>	300,00 mmolc/kg	<i>Não Aplicável</i>
Resultado de Incerteza (%)	<i>Não Aplicável</i>	4,25	<i>Não Aplicável</i>

Quanto a consistência, foram executadas cinco repetições a cada ensaio realizado em ambas amostras, conforme apresenta a tabela 2.

Tabela 2. Repetibilidade

Operador 01 (dados da recuperação)	Nível 01					Média
	Replicata 1	Replicata 2	Replicata 3	Replicata 4	Replicata 5	
	279,9	275	280	285	280	279,9800
	Nível 02					Média
	Replicata 1	Replicata 2	Replicata 3	Replicata 4	Replicata 5	
	860	849,5	869,5	865	845	857,8000

Concentração no nível 01	Unidade de Concentração	mmolc/kg
	Valor	300
	Valor adimensional (ex. q/g)	0,0003
Concentração no nível 02	Unidade de Concentração	mmolc/kg
	Valor	925,5
	Valor adimensional (ex. q/g)	9,255E-07

Desvio Padrão em Nível 01	3,5358
Desvio Padrão em Nível 02	10,3235
CV Nível 01	1,2629
CV Nível 02	1,2035
Exatidão Nível 01 (%)	7
Exatidão Nível 02 (%)	7

Nome do Operador 01	Kátia Elisabete Silva Ribeiro
---------------------	-------------------------------

Dois avaliadores refizeram os ensaios a fim de garantir que os resultados se repetiriam e se manteriam consistentes. Onde as medições devem ser diretamente derivável dos componentes que para ela contribuem, assim como ser independente de como estes componentes estejam agrupados, ou da decomposição de componentes em subcomponentes. Na tabela 3 observa-se os resultados obtidos a partir dos ensaios realizados por operadores distintos e percebe-se que há uma linearidade entre esses resultados.

Tabela 3. Precisão intermediária

Operador 01 (dados repe)	Nível 01					Média Área
	Replicata 1	Replicata 2	Replicata 3	Replicata 4	Replicata 5	
	279,9	275	280	285	280	279,9800
	Nível 02					Média Área
	Replicata 1	Replicata 2	Replicata 3	Replicata 4	Replicata 5	
	860	849,5	869,5	865	845	857,8000

Média das 10 medidas em Nível 01						279,4700
Média das 10 medidas em Nível 02						871,4900

Operador 02	Nível 01					Média Área
	Replicata 1	Replicata 2	Replicata 3	Replicata 4	Replicata 5	
	275,1	270	285	280	284,7	278,9600
	Nível 02					Média Área
	Replicata 1	Replicata 2	Replicata 3	Replicata 4	Replicata 5	
	875	889,2	883,4	884,6	893,7	885,1800

Desvio Padrão em Nível 01 (10 replicatas)	4,9250
Desvio Padrão em Nível 02 (10 replicatas)	16,6545
CV em Nível 01	1,7623
CV em Nível 02	1,9110

Nome do Operador 01	Kátia Elisabete Silva Ribeiro
Nome do Operador 02	Lindomário Barros de Oliveira

Tabela 4. Exatidão

Operador 01 (dados da recuperação)	Nível 01					Média
	Replicata 1	Replicata 2	Replicata 3	Replicata 4	Replicata 5	
	279,9	275	280	285	280	279,9800
	Nível 02					Média
	Replicata 1	Replicata 2	Replicata 3	Replicata 4	Replicata 5	
	860	849,5	869,5	865	845	857,8000

Concentração no nível 01	300
Concentração no nível 02	925,5
Unidade de concentração	mmolc/kg
Desvio Padrão em Nível 01	3,54
Desvio Padrão em Nível 02	10,32
CV Nível 01	1,26
CV Nível 02	1,20
Exatidão Nível 01 (%)	7
Exatidão Nível 02 (%)	7

Nome do Operador 01	Kátia Elisabete Silva Ribeiro
---------------------	-------------------------------

Na tabela 4 pode-se confirmar a exatidão do método.

Ao relatar o resultado de medição de uma grandeza física é necessário garantir uma indicação quantitativa da qualidade do resultado, de modo que aqueles que o utilizam possam avaliar sua confiabilidade. Sem essa indicação, resultados de medição não podem ser comparados, seja entre eles mesmos ou com valores de referência fornecidos numa especificação ou numa norma. É, portanto, necessário que exista um procedimento que garanta a qualidade de um resultado de uma medição e este precisa ser de pronta aplicação, fácil compreensão e ampla aceitação para avaliar e expressar sua incerteza. Nesse estudo, aplicou-se Youden para se confirmar a robustez, isto é, o método precisa apresentar resultados coerentes mesmo quando alguns dos seus componentes sofrem pequenas alterações.

Tabela 5. Componentes que foram alterados a fim de demonstrar a robustez do método

Youden

Planejamento (realizar estudo no nível mais baixo)			
Variável	Fator	Valor de fator (A,B,C,D,E,F,G)	Valor de fator (a,b,c,d,e,f,g)
Massa (mg)	A,a	2000	2002
Massa do carvão (mg)	B,b	1000	1001
Tempo de agitação (min)	C,c	30	25
Água deionizada	D,d	1	0
Conc. HCl	E,e	0,5	0,54
Conc. CaOAc	F,f	0,5	0,51
Volume final do filtrado (mL)	G,g	300	315

Distribuição de Youden										
Fatores	A,a	Massa (mg)	A	A	A	A	a	a	a	a
	B,b	Massa do carvão (mg)	B	B	B	B	b	b	b	b
	C,c	Tempo de agitação (min)	C	C	C	C	c	c	c	c
	D,d	Água deionizada	D	D	D	D	d	d	d	d
	E,e	Conc. HCl	E	E	E	E	e	e	e	e
	F,f	Conc. CaOAc	F	F	F	F	f	f	f	f
	G,g	Volume final do filtrado (mL)	G	G	G	G	g	g	g	g
	Resultados Observados			s	t	u	v	w	x	y

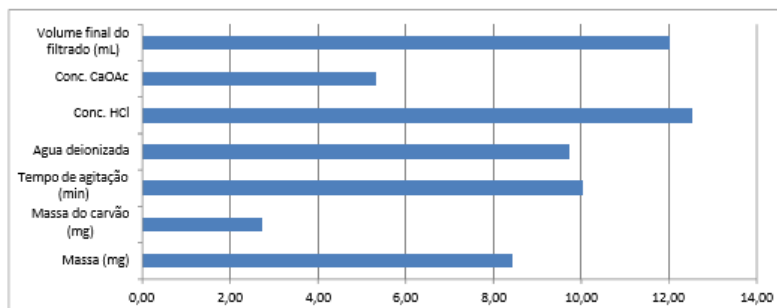
  

Distribuição de Youden (planilha montada com os valores de fatores e resultados dos experimentos)											
Fatores	A,a	Massa (mg)	2000	2000	2000	2000	2002	2002	2002	2002	
	B,b	Massa do carvão (mg)	1000	1000	1001	1001	1000	1000	1001	1001	1001
	C,c	Tempo de agitação (min)	30	25	30	30	25	25	30	30	25
	D,d	Água deionizada	1	1	0	0	1	1	0	0	1
	E,e	Conc. HCl	0,5	0,54	0,5	0,54	0,54	0,54	0,5	0,54	0,5
	F,f	Conc. CaOAc	0,5	0,51	0,51	0,51	0,5	0,51	0,51	0,51	0,5
	G,g	Volume final do filtrado (mL)	300	315	315	300	315	300	300	315	315
	Resultados Observados			219,8	179,9	190	184,8	177,1	186,3	190,8	186,6
Operador											

A massa da amostra foram utilizadas 2g e 2,2g; a massa do carvão 1g e 1,1g; o tempo de agitação variou entre 30 e 25 minutos; foram utilizadas águas ultrapurificadas e deionizadas; as concentrações de HCl foram de 0,5M e 0,54M; a concentração de CaOAc variou entre 0,5M e 0,51M e os volumes do filtrado entre 300ml e 315ml.

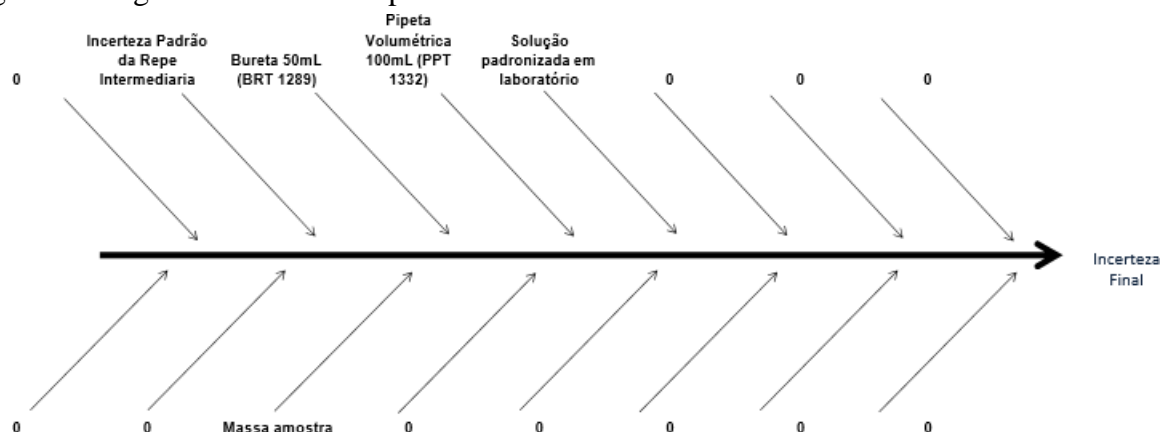
Tabela 6. Resultados do teste de Youden

Resultados				
Efeitos	Resultados	Resultados (valor absoluto)	Critério de Aceitação (< 3X Sr da Reprodutibilidade em Nível 01)	Avaliação do efeito (< Reprodutibilidade)
Massa (mg)	A,a	8,42	14,7750	Aprovado
Massa do carvão (mg)	B,b	2,73		Aprovado
Tempo de agitação (min)	C,c	10,03		Aprovado
Água deionizada	D,d	8,72		Aprovado
Conc. HCl	E,e	12,53		Aprovado
Conc. CaOAc	F,f	5,33		Aprovado
Volume final do filtrado (mL)	G,g	12,03		Aprovado



Com o teste de Youden comprova-se que os resultados avaliados foram aprovados após pequenas alterações.

Figura 2. Diagrama de Ishikawa para incertezas



Fonte: MAPA

## 6. CONCLUSÕES

De maneira geral, as amostras analisadas nesse estudo estão dentro dos limites que foram estabelecidos;

O método utilizado garantiu que é eficiente para uma larga faixa de confiabilidade, que pode ser reproduzido com garantia e que, mesmo havendo pequenas mudanças, seu resultado não será alterado.

## 7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Associação nacional para difusão de adubos - ANDA. Quantidade de fertilizantes entregues no mercado(Mercado Brasileiro de Fertilizantes). In: Anuário Estatístico - Setor de Fertilizantes, 2009. CD-ROM.

Brasil. Decreto 86.955 de 18 de fevereiro de 1982. Diário Oficial da União. Seção 1 - 24/2/1982. p 3241.

CONAB – Companhia Nacional de Abastecimento. Mercado de Insumos Agropecuários:

Fertilizantes e Máquinas Agrícolas. Disponível em <file:///C:/Users/katia/Downloads/MercadoZdeZInsumosZAgropecuariosZ-ZFertilizantesZeZMquinas%20(1).pdf> 2020.Acesso em 06 de março de 2021.

Manual de métodos analíticos oficiais para fertilizantes e corretivos – MAPA. Biblioteca Nacional de Agricultura – BINAGRI. p 1- 226. 2017.

Sociedade Nacional de Agricultura (SNA) Disponível em em:<<https://www.sna.agr.br/demanda-mundial-de-fertilizantes-chega-a-182-milhoes-de-toneladas/#:~:text=A%20demanda%20atual%20por%20fertilizantes,%C3%8Dndia%2C%20>

Estados%20Unidos%20e%20Brasil> Acesso em 02 de março de 2021.

RODELLA, A.A.; ALCARDE, J.C. Avaliação de materiais orgânicos empregados como fertilizantes. *Sci. agric. Piracicaba*. p 556-562. 1994.

SENA, M. C.; LEÃO, T. P.; BORRIES, G. F.V.; TURNES, O. Análise de formulações npk fiscalizadas pelo mapa, de 2008 a 2010. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*. v 38. p 1207-1214. 2014.