

INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E  
TECNOLOGIA GOIANO – IF GOIANO - *CAMPUS* RIO VERDE  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO *STRICTO SENSU* EM CIÊNCIAS  
AGRÁRIAS - AGRONOMIA

AVALIAÇÃO DE EQUIPAMENTOS E PREPARO DE  
AMOSTRAS PARA A CLASSIFICAÇÃO DE GRÃOS DE  
SOJA

Autor: José Ronaldo Quirino  
Orientador: Prof. Dr. Osvaldo Resende

RIO VERDE – GO  
Setembro – 2017

INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E  
TECNOLOGIA GOIANO – IF GOIANO - *CAMPUS* RIO VERDE  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO *STRICTO SENSU* EM CIÊNCIAS  
AGRÁRIAS – AGRONOMIA

AVALIAÇÃO DE EQUIPAMENTOS E PREPARO DE  
AMOSTRAS PARA A CLASSIFICAÇÃO DE GRÃOS DE  
SOJA

Autor: José Ronaldo Quirino  
Orientador: Prof. Dr. Osvaldo Resende  
Coorientadora: Dra. Fátima C. Parizzi

Tese apresentada como parte das exigências para obtenção do título de DOUTOR EM CIÊNCIAS AGRÁRIAS - AGRONOMIA, ao Programa de Pós-Graduação *Stricto Sensu* em Ciências Agrárias – Agronomia, do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Goiano – *Campus* Rio Verde - Área de Concentração Ciências Agrárias.

Rio Verde – GO  
Setembro – 2017

Sistema desenvolvido pelo ICMC/USP  
Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)  
**Sistema Integrado de Bibliotecas – Instituto Federal Goiano**

Q8a      Quirino, José Ronaldo  
Avaliação de equipamentos e preparo de amostras para  
classificação de grãos de soja / José Ronaldo Quirino;  
orientador Osvaldo Resende; co-orientadora Fátima  
Chieppe Parizzi. -- Rio Verde, 2017.  
87 p.

Tese (Doutorado em Ciências Agrárias – Agronomia) -  
- Instituto Federal Goiano, Câmpus Rio Verde, 2017.

1. Amostradores de grãos. 2. Homogeneizadores de grãos. 3. Amostra de trabalho. 4. Amostragem de grãos. 5. Classificação de grãos. I. Resende, Osvaldo, orient. II. Fátima Chieppe Parizzi, co-orient. III. Título.

**INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA  
GOIANO – CAMPUS RIO VERDE  
DIRETORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS  
AGRÁRIAS-AGRONOMIA**

**AVALIAÇÃO DE EQUIPAMENTOS E PREPARO DE  
AMOSTRAS PARA A CLASSIFICAÇÃO DE GRÃOS DE SOJA**

Autor: José Ronaldo Quirino  
Orientador: Dr. Osvaldo Resende

TITULAÇÃO: Doutor em Ciências Agrárias-Agronomia - Área de Concentração em  
Produção Vegetal Sustentável no Cerrado

APROVADA em 28 de setembro de 2017.

Prof. Dr. José Henrique da Silva Taveira	Dra. Fátima Chieppe Parizzi	Prof. <sup>a</sup> Dra. Elisabete Pianco de Sousa
Avaliador externo	Avaliadora externa	Avaliadora externa
UEG / Santa Helena	MAPA	IFAP – Campus Macapá

Prof. Dr. Daniel Emanuel Cabral de Oliveira  
Avaliador externo  
IF Goiano – Campus Iporá

Prof. Dr. Osvaldo Resende  
Presidente da banca  
IF Goiano – Campus Rio Verde

## AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador, Doutor Osvaldo Resende, pela orientação, pela amizade, pelo exemplo de humildade, conhecimento, confiança, pela compreensão em todo o curso e pela disponibilidade nos atendimentos.

À minha Empresa Caramuru Alimentos S/A. através do Diretor de Armazéns, Jarbas Carlo, e da Diretora de Recursos Humanos, Margareti Scarpelini, por ter me autorizado a dividir o tempo entre o trabalho e os estudos.

Aos meus diretores, Sr. Jarbas Carlo e Célio Garcia, por não terem medido esforços para me disponibilizar, pela dedicação que tiveram pra que eu pudesse fazer este curso e também pelo apoio financeiro em todas as etapas de montagem e condução dos experimentos.

Ao Sr. Jarbas Carlo, pela amizade, pelo exemplo de líder e de pessoa que me ensinou muito na liderança de pessoas com relacionamento simples e instruindo a delegar com confiança e ética.

Aos meus irmãos Elivania Santos Rosa (Tatu), Tiago Abreu (Zucão), Carlos André (Tecão) e Elinei, pelo incansável auxílio e sugestões na montagem e no levantamento de dados em todas as fases do experimento.

Aos colegas da Caramuru, extensivo a todos os colaboradores das unidades, que foram muitos, que se dedicaram à montagem e condução deste trabalho e pelo que me ensinaram em todos estes anos de convivência.

Aos doutores, pelas sugestões da tese e participação na comissão julgadora.

Aos professores do Programa de Pós-Graduação em Ciências Agrárias – Agronomia do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Goiano – *Campus* Rio Verde, pelas contribuições e auxílio na minha formação como acadêmico e profissional, em especial professor Alan Carlos, Professora Juliana Salles, Professor Frederico,

Ao Professor Dr. Lazaro José Chaves da UFG – Escola de Agronomia, pela ajuda nas horas que precisava, auxiliando com sugestões para melhoria do trabalho.

Um agradecimento a todos os colegas do mestrado e doutorado do Laboratório de Pós-Colheita de Produtos Vegetais, em especial aos colegas Natália, Jaqueline, Daniel e Kelly, pelo auxílio em todas as fases do experimento e discussões e por terem dividido experiências e práticas durante essa trajetória.

Ao Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Goiano – *Campus* Rio Verde, pela oportunidade de aperfeiçoamento.

De coração, a todos, o meu muito obrigado!

## BIOGRAFIA DO AUTOR

JOSÉ RONALDO QUIRINO, filho de Heleno Quirino Neto (Heleno Catuta) e Carmelinda Borges Neto, nasceu em Goiandira, Goiás, no dia 24 de março de 1961. Ingressou para o curso de Agronomia na Universidade Federal de Goiás no ano de 1982. No ano de 2006, iniciou-se no Programa de Pós-Graduação em Agronomia *Stricto Sensu*, pela Universidade Federal de Goiás, Campus Goiânia, realizando pesquisa para a dissertação de mestrado na área Produção Vegetal em pós-colheita de grãos, na área de aeração natural e aeração com resfriamento artificial. Concluiu em agosto de 2008 com a defesa da dissertação “Resfriamento artificial de grãos de milho em armazém graneleiro horizontal”. Atua há 23 anos na área de armazenagem e classificação de grãos na Empresa Caramuru Alimentos S/A. Em agosto de 2014, iniciou o doutorado no Programa de Pós-Graduação *Stricto Sensu* em Ciências Agrárias - Agronomia. Concluiu em 28 de setembro de 2017 com a defesa da tese “Comparação de procedimentos, equipamentos e preparo de amostras para a classificação de grãos de soja”.

À minha mulher Maida, grande companheira, que, durante todos estes momentos de cursos de mestrado e doutorado, buscou entender, estimular e incentivar nos momentos mais difíceis, mas sempre incitando mais tempo à família. Ao meu Pai Heleno Quirino Neto, que, se estivesse aqui, certamente seria o mais feliz por este momento, pois, apesar de ter somente a quarta série primária, sempre teve a visão que estudar era o melhor caminho para evolução pessoal e profissional e nunca mediu esforços para esta realização. À minha mãe Carmelinda, pelas orações e pela minha ausência. Aos meus filhos Gustavo Henrique, Giovana e Junior, pela compreensão da ausência pela dedicação aos estudos e ao trabalho. Ao meu irmão Netinho, minha irmã Lúcia, tios, e tias, especialmente tia Nega, Maria, tia Eunice e tio Bento, meus sobrinhos, sogra Maria, cunhados, todos os meus primos, a meus professores Batatinha, Edward, Lorini e Jarbas Carlo, que me ensinaram ciências, vida e ética e foram sempre o espelho pra eu chegar até aqui. E ao meu enteado “in memoriam” Jonata Carvalho, que tinha grande potencial para atuação na área de armazenagem.

**Dedico**

## ÍNDICE

	Página
ÍNDICE DE TABELAS.....	viii
ÍNDICE DE FIGURAS .....	x
LISTA DE SÍMBOLOS, SIGLAS, ABREVIATURAS E UNIDADES .....	xii
RESUMO.....	xiii
ABSTRACT.....	xv
1. INTRODUÇÃO.....	1
1.1 A soja.....	2
1.2 Processo de amostragem.....	3
1.3 Qualidade da soja.....	5
2. Referências bibliográficas .....	7
OBJETIVOS .....	10
Geral.....	10
Específicos .....	10
CAPÍTULO I .....	11
COMPARAÇÃO DO DESEMPENHO DE EQUIPAMENTOS DE AMOSTRAGENS DE GRÃOS DE SOJA EM UNIDADES ARMAZENADORAS .....	11
Resumo .....	11
Abstract.....	12
1.1 INTRODUÇÃO .....	12
1.2 MATERIAL E MÉTODOS .....	14
1.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	18
1.4 CONCLUSÃO .....	27
1.5 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	27

CAPÍTULO II.....	33
COMPARAÇÃO ENTRE EQUIPAMENTOS DE HOMOGENEIZAÇÃO E REDUÇÃO DE AMOSTRAS DE GRÃOS DE SOJA EM UNIDADES ARMAZENADORAS .....	33
Resumo .....	33
Abstract.....	34
2.1 INTRODUÇÃO .....	34
2.2 MATERIAIS E MÉTODOS .....	37
2.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	42
2.4 CONCLUSÃO .....	45
2.5 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	45
CAPÍTULO III.....	49
AVALIAÇÃO DO TAMANHO DE AMOSTRAS DE TRABALHO E HOMOGENEIZADORES DURANTE A CLASSIFICAÇÃO DE GRÃOS DE SOJA AVARIADOS .....	49
Resumo .....	49
Abstract.....	50
3.1 INTRODUÇÃO .....	51
3.2 MATERIAIS E MÉTODOS .....	53
3.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	59
3.4 CONCLUSÃO .....	65
3.5 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	65
CONCLUSÃO GERAL.....	69

## ÍNDICE DE TABELAS

	Página
<b>CAPÍTULO I</b>	
Tabela 1. Medidas de diâmetro útil, número de aberturas, área por abertura interna e externa, área total externa e interna total e massa estimada por coleta dos caladores compostos utilizados.....	15
Tabela 2. Resumo da análise de variância para as variáveis impurezas, grãos quebrados, vagens, grãos imaturos e teor de água.....	18
<b>CAPÍTULO II</b>	
Tabela 1. Médias, coeficiente de variação e p-valor pelo teste “t” para grãos avariados (% soja preta) coletados nas amostras após a homogeneização nos diversos equipamentos avaliados.....	42
<b>CAPÍTULO III</b>	
Tabela 1: Massas de soja (kg) de tegumento amarelo por incremento, massa de soja (kg) com tegumento preto por incremento e massas inseridas para cada abertura do calador manual de 2,10m (14 aberturas) nas diluições com 4%, 8%, 12% e 16% de grãos avariados.....	54
Tabela 2: Análise de variância para equipamentos homogeneizadores, nível de grãos avariados (diluições) e massa de amostra de trabalho para a classificação dos grãos.....	59
Tabela 3. Valores médios das diluições das amostras de trabalho (4%, 8%,	

12% e 16%) homogeneizadas nos equipamentos caixote, balde, homogeneizador tipo Boerner, quarteador multicanais redutor 16:1 e quarteador multicanais redutor 4:1.....	60
Tabela 4: Valores do Teste t de student bicaldal (p-valor) para as diluições das amostras de trabalho (4%, 8%, 12% e 16%) homogeneizadas nos equipamentos caixote, balde, homogeneizador tipo Boerner, quarteador multicanais redutor 16:1 e quarteador multicanais redutor 4:1.....	63

## ÍNDICE DE FIGURAS

	Página
<b>CAPÍTULO I</b>	
Figura 1. Esquema do fluxo de ar e grãos no calador mecânico durante a operação de amostragem.....	15
Figura 2. Calador tipo pelicano usado no experimento e suas dimensões.....	16
Figura 3. Representação esquemática dos procedimentos para a amostragem dos grãos de soja: A) pontos de coleta nos veículo para retirada de amostra; B) equipamentos utilizados para amostragem; C) homogeneização e divisão das amostras.....	17
Figura 4. Teor de impurezas dos grãos coletados pelos equipamentos durante a amostragem em veículos no recebimento de cargas de soja em unidades armazenadoras.....	19
Figura 5: Teor de grãos quebrados coletados pelos equipamentos durante a amostragem em veículos no recebimento de cargas de soja em unidades armazenadoras.....	20
Figura 6. Vagens coletadas pelos equipamentos durante a amostragem em veículos no recebimento de cargas de soja em unidades armazenadoras.....	21
Figura 7. Grãos imaturos coletados pelos equipamentos durante a amostragem em veículos no recebimento de cargas de soja em unidades armazenadoras.....	23
Figura 8. Teor de água dos grãos coletados pelos equipamentos durante a amostragem em veículos no recebimento de cargas de soja em unidades armazenadoras.....	25
 <b>CAPÍTULO II</b>	

Figura 1. Amostras de grãos de soja com tegumento preto (A) e com tegumento amarelo (B).....	38
Figura 2. Ilustração dos equipamentos avaliados para homogeneização e diluição de amostras: (A) balde; (B) caixote de madeira; (C) homogeneizador tipo Boerner; (D) quarteador multicanais redutor 16:1; e (E) quarteador multicanais redutor 4:1.....	39
Figura 3. Esquema de homogeneização, diluição e dimensões de canaletas do quarteador de dezesseis canais (A); quarteador de quatro canais (B); e homogeneizador Boerner (C).....	40
Figura 4. Representação esquemática dos procedimentos de uma repetição para a homogeneização dos grãos de soja.....	41

### CAPÍTULO III

Figura 1. Amostras de grãos de soja com tegumento preto (A) e com tegumento amarelo (B).....	54
Figura 2. Ilustração dos equipamentos avaliados para homogeneização e diluição de amostras: (A) balde; (B) caixote de madeira; (C) homogeneizador tipo Boerner; (D) quarteador multicanais redutor 16:1; e (E) quarteador multicanais redutor 4:1.....	55
Figura 3: Esquema de homogeneização e diluição dos quarteadores de dezesseis canais (Figura A), quatro canais ( Figura B) e Boerner (Figura C) e as dimensões de canaletas de cada equipamento.....	56
Figura 4: Representação esquemática dos procedimentos de uma repetição para a homogeneização dos grãos de soja.....	58
Figura 5: Evolução dos coeficientes de variação (CV) entre as repetições nas análises do teste t para as massas de amostras de trabalho e porcentagem de grãos avariados, homogeneizadas e diluídas nos equipamentos: balde, caixote, Boerner, multicanal 4:1 e multicanal 16:1.....	61
Figura 6: Coeficiente de variação entre as médias para cada massa de trabalho (0,025 kg; 0,050 kg; 0,075 kg; 0,100 kg e 0,125 kg) na determinação dos níveis de grãos avariados.....	62

## LISTA DE SÍMBOLOS, SIGLAS, ABREVIATURAS E UNIDADES

N°.....	Número
%.....	Porcentagem
m.....	Metros
cm.....	Centímetro
mm.....	Milímetros
kg.....	Quilograma
g.....	Gramas
CV.....	Coefficiente de Variação
D.....	Diluição
b.u.....	Base única
<i>t</i> .....	Teste t
F.....	Teste F
Fv.....	Fonte de Variação
et al.....	E outros, e colaboradores
GL.....	Grau de Liberdade
SQ.....	Soma Quadrado
Qm.....	Quadrado médio
Fc.....	F calculado
H.....	Homogeneizadores
M.....	Massa
C°.....	Graus célsius
CGC/MAPA.....	Cadastro Geral de Classificação do Ministério da Agricultura e Abastecimento

## RESUMO

QUIRINO, JOSÉ RONALDO, Instituto Federal Goiano – Campus Rio Verde – GO, Setembro de 2017. **Avaliação de equipamentos e preparo de amostras para classificação de grãos de soja.** Orientador: Dr. Osvaldo Resende, Coorientadora: Dra. Fátima Chiepe Parizzi.

A soja é o principal produto do agronegócio na geração do crescimento econômico Brasileiro. No complexo soja, tanto para as indústrias, como para as exportadoras de grãos, a caracterização da qualidade dos grãos é parte fundamental para os processos de comercialização, industrialização e exportação da soja. A amostragem e a homogeneização de grãos, envolvendo ações de retirada de amostra, diluição e confecção da amostra de trabalho, têm importância essencial na representatividade e na classificação do lote comercializado. Assim, objetivou-se com o presente trabalho avaliar os procedimentos e os equipamentos utilizados para amostragem, homogeneização e diluição(redução) de amostras de trabalho, na determinação da qualidade da soja no recebimento e na expedição dos grãos. Os experimentos foram conduzidos nas Unidades Armazenadoras da Caramuru Alimentos S/A e no Laboratório de Pós-Colheita de Produtos Vegetais do IF Goiano Campus Rio Verde. Foi feita a avaliação dos equipamentos para amostragem, montados segundo o delineamento em blocos ao acaso, tendo nas parcelas os equipamentos para amostragem (sonda pneumática, calador composto manual 1,8 m de latão com três estágios; calador composto manual 2,1 m em alumínio com três estágios; calador composto manual 2,10 m de latão com um estágio, amostrador tipo pelicano) e nos blocos os caminhões utilizados (quatorze caminhões amostrados), com três repetições. Para a análise dos

homogeneizadores de grãos, foram avaliados os cinco sistemas de homogeneização (caixote, balde, Boerner, quarteador multicanal redutor 16:1 e quarteador multicanal redutor 4:1), uma percentagem de grãos avariados (8%) e massa de trabalho de 0,0125 kg conforme regulamento técnico da soja, em delineamento inteiramente casualizado (DIC), com nove repetições. Já na avaliação do tamanho da amostra de trabalho, o experimento foi instalado em esquema fatorial 3 x 4 x 5 (três homogeneizadores, quatro diluições: 4, 8, 12 e 16% de grãos avariados e cinco massas de grãos para trabalho: 0,025; 0,050; 0,075; 0,100 e 0,125 kg), em DIC, com três repetições. Houve influência dos equipamentos de amostragem na determinação de impurezas, grãos quebrados e vagens verdes. Não houve diferença estatística para os caladores na determinação do teor de impureza, sendo que o amostrador tipo pelicano coletou maiores percentuais de vagens e grãos imaturos nos veículos. Os equipamentos Boerner, quarteador multicanal 16:1 e multicanal 4:1 foram semelhantes na homogeneização e redução da amostra de grãos de soja. Os equipamentos caixote e balde apresentaram o pior desempenho na homogeneização dos grãos por comprometerem o resultado da análise qualitativa do produto. As amostras de trabalho podem ser utilizadas com massas entre 0,025 e 0,125 kg para a classificação de grãos de soja avariados. Os homogeneizadores e diluidores do tipo Boerner, quarteador multicanal 16:1 e quarteador multicanal 4:1 são semelhantes na redução e homogeneização de amostras de grãos de soja para diferentes diluições e tamanhos de amostras, apresentando tendência de menor afastamento das médias preparadas para maiores massas de trabalho.

**Palavras chaves:** homogeneizadores, amostra de trabalho, caladores, amostragem de grãos.

## ABSTRACT

QUIRINO, JOSÉ RONALDO, Instituto Federal Goiano (Goiano Federal Institute) – Rio Verde Campus – Goiás State (GO), Brazil, September 2017. **Equipment evaluation and sample preparation for soybean grain classification.** Advisor: Dr. Resende, Osvaldo. Co-advisor: Dr. Parizzi, Fátima Chiepe.

Soybean is the main agribusiness product in generating the Brazilian economic growth. In the soybean complex, the characterization of grain quality is fundamental part of soybean commercialization, industrialization, and export processes. Grain sampling and homogenization, which involves the actions of sample withdrawal, dilution, and the working sample preparation, are essential in the representativeness and classification of the commercialized batch. Thus, this paper aims to evaluate the procedures and equipment used for sampling, homogenization, and dilution (reduction) of working samples, in determining the soybean grain quality at its reception and dispatch. The experiments were carried out at the Storage Units of Caramuru Alimentos S/A and in the Post-Harvest Vegetable Products Laboratory of the Goiano Federal Institute, Rio Verde Campus, Goiás State, Brazil. Sampling equipment was evaluated and were set up observing the randomized block design, with sampling equipment in each plot (pneumatic probe, 1.8 m brass manual composite calender with three stages; 2.1 m aluminum manual composite calender with three stages; 2.10 m brass manual composite calender with one stage; and pelican type sampler) and used trucks in blocks (fourteen sampled trucks) with three replicates. For analyzing the grain homogenizers, five homogenization systems (crate; bucket; Boerner; 16:1 multichannel reducer and; and 4:1 multichannel reducer), a percentage of damaged grains (8%), and working mass of

0.0125 kg were evaluated, in accordance to soybean technical regulation, in a completely randomized design (CRD) with nine replicates. To evaluate the working sample size, the experiment was installed in 3x4x5 factorial scheme (three homogenizers, four dilutions of 4, 8, 12, and 16% damaged grains, and five grain masses for working of 0.025; 0.050; 0.075; 0.100; and 0.125 kg), in CRD with three replicates. Sampling equipment affected the determination of impurities, broken grains, and green pods. There was no statistically significant difference for the calenders in determining the impurity content, and the pelican-type sampler collected higher percentages of pods and immature grains in the vehicles. The Boerner, 16:1 multichannel splitter, and 4:1 multichannel splitter equipment were similar in the homogenization and reduction of the soybean sample. The crate and bucket equipment presented the worst performance in the grain homogenization because they compromised the result of the product qualitative analysis. Working samples can be used with masses between 0.025 and 0.125 kg for classification of damaged soybean grains. Boerner type, 16:1 multichannel splitter, and 4:1 multichannel splitter homogenizers and diluents are similar in the reduction and homogenization of soybean grain samples for different dilutions and sample sizes; however, there is a trend for lower spacing of the prepared media for larger working masses.

**Keywords:** Homogenizers. Working samples. Calenders. Grain sampling.

## 1. INTRODUÇÃO

O Brasil está entre os maiores produtores de soja do mundo e se destaca na exportação tanto de grãos como de derivados da soja (farelo e óleo). Já os Estados Unidos (EUA) são os maiores exportadores de grãos, com menor participação de derivados, e a Argentina se especializou na exportação de farelo e óleo de soja (Sampaio et al., 2012; USDA, 2017).

O mercado é competitivo, demandando produtos de alta qualidade, com consumidores cada vez mais exigentes. A qualidade final dos produtos da soja exige, como principal fator, matéria-prima de qualidade. O atributo matéria-prima, além de influenciar nos custos para a padronização, apresenta forte influência no tempo de validade, com forte impacto na rentabilidade das indústrias e exportadoras de grãos.

Para a aferição desta qualidade, deve-se ter um padrão de referência que estabeleça as definições e limites dos defeitos a serem considerados na avaliação da qualidade de um determinado lote comercializado para exportação e/ou industrialização.

A classificação e o estabelecimento do padrão de qualidade de soja grãos no Brasil são regulamentados por normas estabelecidas pelo Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento - MAPA, que define os defeitos dos grãos e estabelece os limites máximos permitidos para efeito de enquadramento em tipos específicos. Entre os principais defeitos da soja, citam-se grãos avariados - grãos queimados, ardidos, mofados, fermentados, danificados por insetos, imaturos e chochos - e também grãos esverdeados e grãos quebrados (BRASIL, 2007a).

A acurácia da classificação, além do conhecimento das definições de cada defeito, é também fortemente influenciada pelos procedimentos de amostragens de grãos e pela preparação da amostra para o trabalho de análise. Na amostragem, deve-se retirar uma porção representativa do material que mantenha fidedignamente as

características qualitativas destes lotes analisados. Erros na amostragem ocasionam interpretações errôneas do real atributo do lote, prejudicando sempre uma das partes envolvidas na comercialização e aumentando custos industriais, logísticos, estadias e outros (Glória, 2008).

Adjacente à utilização de equipamentos adequados para amostragem, deve-se atentar para o preparado e a diluição da amostra, tornando-a homogênea e em um volume adequado para o trabalho de análise, para que seja representativa do lote negociado.

A Instrução Normativa (IN) MAPA nº 11/ 2007 (BRASIL, 2007a) descreve que a amostra de trabalho deve ser de no mínimo de 0,125 kg. No entanto, as empresas do setor de grãos utilizam para classificação tamanhos de amostras distintos, com variadas massas, para agilizar especialmente os processos de recebimento e de expedição dos grãos sem, contudo, ter informações satisfatórias da influência destes volumes na eficiência da classificação.

Diante do exposto, neste trabalho buscou-se avaliar os procedimentos e equipamentos de amostragem (caladores manuais, calador mecânico e coletor manual), na captação de defeitos e impurezas e matérias estranhas nas cargas dos veículos; avaliar o desempenho dos equipamentos de homogeneização (caixote, balde, divisor tipo Boerner e quarteador) empregados na homogeneização e diluição das amostras de trabalho; e também avaliar o tamanho da amostra de trabalho (massa) e sua influência na identificação segura da qualidade do lote avaliado.

## 1.1 A soja

No Brasil, segundo a Companhia Nacional de Abastecimento (Conab, 2017), na safra 2015/16, a produção atingiu 186,61 milhões de toneladas de grãos. A cultura da soja ocupa a maior área plantada e a maior produção de grãos no país, totalizando 95,43 milhões de toneladas, o que representa 51% do volume dos grãos produzidos no Brasil.

Conceição & Conceição (2014) ressaltam que o setor agrícola brasileiro desempenha um papel importante no que se refere à contribuição para o crescimento no contexto internacional e para o desenvolvimento do país, com destaque para o complexo soja, abrangendo as operações do processo industrial e da exportação, principalmente de grãos, farelo e óleo.

Segundo a Associação Brasileira das Indústrias de Óleos Vegetais - ABIOVE (2017), as indústrias brasileiras de soja apresentaram, no ano de 2016, a capacidade de moagem de 190.330 toneladas de soja por dia, sendo o Estado de Goiás responsável por 14% desta capacidade, esmagando 27.211 toneladas de soja por dia. O volume total processado pelas Indústrias Nacionais em 2016 foi de 39,53 milhões de toneladas e o total de exportações feitas pelo Brasil em 2016 foi de 51,58 milhões de toneladas, cujos principais destinos da soja em grãos foram Ásia, especialmente a China, e União Europeia.

## 1.2 Processo de amostragem

A determinação das características da massa de grãos, por meio de uma amostra, envolve as etapas de coleta (amostragem), preparo (subamostragem) e análise (classificação) para aceitação ou não do lote. Estes procedimentos constituem o plano amostral das empresas. Cada parte destas etapas fornece informações importantes e estão sujeitas a variações e a erros, contribuindo para a variabilidade total associada às análises (Whitaker, 1977; Glória, 2008).

Glória (2008) define a amostragem como a obtenção, por meio de uma limitada quantidade de grãos (amostra), de informações sobre um ou vários parâmetros de interesse, visto não ser possível avaliar toda a massa de grãos. Desta forma, a amostragem assume destaque já que é responsável por gerar um resultado representativo de um lote para uma classificação mercadológica.

Segundo Parizzi, (2009; 1999), a classificação de grãos é feita pela determinação das características intrínsecas e extrínsecas do produto, com base em padrões previamente elaborados, sendo um instrumento disponível para indústria e exportadoras no controle de qualidade de um produto agrícola.

Whitaker et al. (2011), estudando amostragem para determinação de micotoxinas em grãos, relatam que, para cada plano de amostra, os riscos de erros são definidos pelo método de amostragem, tamanho da amostra, preparação da subamostra, número de análises e método de análise, além disso de reforçarem que o tamanho da amostra também interfere na variabilidade e que quanto maior a amostra, menor será a variação.

Paulsen et al. (2007) relatam que apenas uma pequena amostra, sujeita a vieses e variabilidade, representa um carregamento de produto, e o resultado é uma estimativa

das propriedades de todo o lote. Segundo os autores, existem diversas fontes de variação como: 1) distribuição desigual de grãos e impurezas; 2) procedimento de amostragem inadequado ou insuficiente; e 3) medições imprecisas.

As Instruções Normativas do Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento IN MAPA nº 15/2004 (BRASIL, 2004), IN MAPA nº 11/ 2007 (BRASIL, 2007a) e IN MAPA nº 37/2007 (BRASIL, 2007b) referem-se aos requisitos de qualidade da soja, estabelecendo os procedimentos para a amostragem de grãos em veículos, em equipamentos de movimentação de grãos e em unidades armazenadoras, sem, contudo, definir as exigências específicas quanto aos equipamentos mais adequados para amostragem, homogeneização e diluição no preparo das amostras de trabalho.

A IN MAPA nº 29/2011 (BRASIL, 2011) define que um sistema de amostragem compreende um conjunto de equipamentos e normas operacionais que visam à obtenção de amostras representativas de uma carga ou lote de mercadorias que estão sendo avaliadas. Essa norma exige que, nas unidades armazenadoras a granel, sejam utilizados amostradores do tipo calador composto, que possibilitam a obtenção de subamostras em diferentes alturas da carga, recomendando a utilização de calador tipo pneumático e amostradores de fluxo. Em relação à homogeneização de amostras, a referida norma estabelece que todas as unidades armazenadoras devem ter um sistema de homogeneização sem, contudo, discriminar que tipos de equipamentos são mais adequados.

A IN MAPA nº 54/2011 aprova os requisitos e critérios para credenciamento, junto ao CGC/MAPA, de pessoas jurídicas para executar serviços de classificação de produtos vegetais e seus subprodutos com base nos padrões oficiais de classificação, e estabelece que estas empresas devem ter equipamentos próprios e compatíveis com as atividades executadas que devem estar aferidos e calibrados e em perfeito estado de conservação. Além disso, para homogeneização, estabelece como obrigatório um homogeneizador e quarteador de no mínimo 16 canais.

Nos procedimentos adotados em outros países exportadores ou importadores de soja, as exigências estabelecidas pela legislação argentina, descritas na norma XXXII da Resolução da Secretaria de Agricultura, Ganadería y Pesca (SAGyP) nº 1075/94 (SENASA, 1994), contemplam os procedimentos e equipamentos para amostragem, determinando que a homogeneização e a divisão da amostra sejam feitas com o equipamento Boerner ou outro que produza resultados similares.

Na classificação oficial de grãos nos Estados Unidos, quando executada pelo United States Department of Agriculture (USDA) nas situações de exportação, as operações de homogeneização e redução das amostras são feitas utilizando o homogeneizador tipo Boerner, conforme procedimento descrito no Manual de Inspeção de Grãos (USDA/FGIS/, 2013).

Para os países da União Europeia, o regulamento (ISO, 2009) descreve que a amostragem é um procedimento que exige um método e equipamentos adequados para a tarefa. A análise das características de um lote ou interpretação dos resultados são desnecessárias se a amostra não for representativa do lote original. Complementarmente, ressalta que os erros de amostragem, definidos como a diferença entre as características da amostra e as do lote avaliado, ocorrem principalmente em função da heterogeneidade da amostra, dos erros associados aos equipamentos utilizados na amostragem e também do método de amostragem.

A amostragem de grãos a granel com a utilização de equipamentos como calador composto manual com um, dois ou três estágios ou mesmo com as sondas pneumáticas, pode resultar em números e posições insuficientes para obtenção de uma amostra representativa. Os equipamentos utilizados na preparação da amostra como baldes e caixotes, por ter interferência e vícios do operador, podem prejudicar as exigências na acurácia do processo.

O amostrador tipo pelicano é usado durante a movimentação do material na linha de amostragem de grãos. Este amostrador é útil para amostras de rações, amostragens de grãos, farelos, enquanto os veículos estão sendo descarregados (FAO, 2017).

Brasil (2007a) recomenda que a coleta das amostras em equipamentos de movimentação ou grãos em movimento quando das operações de carga, descarga ou transilagem deve ser feita com equipamento apropriado, sem citar nome. A IN MAPA 54/2011 regulamenta as empresas credenciadas no MAPA, fazendo referência aos equipamentos exigidos, no entanto, apenas para classificação de produtos nos casos em que são obrigatórios.

### 1.3 Qualidade da soja

Na indústria processadora, alguns fatores são decisivos no custo de produção, tais como a escala de produção e a eficiência da logística, que são fundamentais na

aquisição de matéria-prima, e os custos médios de produção menores por unidade produzida (Sediyama et al., 2013), que envolvem, obrigatoriamente, a qualidade da soja utilizada pelas indústrias.

Wagner & Esbensen (2014) relatam que grãos são mercadorias significativamente heterogêneas, com grande quantidade de diferentes variedades e que o procedimento de amostragem de grãos aponta que a qualidade pode ser afetada pela variação de tipos de solo, disponibilidade de nutrientes no local, data de semeadura, efeito de bordadura e especialmente pelo teor de água dos grãos, que é afetado em função das condições climáticas na ocasião da colheita e entrega nos armazéns. Dawlal et al. (2012) descrevem que a qualidade de grãos está diretamente relacionada com a nutrição das plantas, com as condições ambientais e com as características industriais.

Condições de estresse por altas temperaturas, seca, percevejos podem ocasionar desuniformidade na maturação e formação de grãos enrugados, descoloridos, grãos imaturos de coloração esverdeada (Mandarino, 2012). Presença de vagens verdes e grãos imaturos pode estar associada à senescência retardada da planta de soja (Harbach, 2016) e também ao tipo de crescimento da planta, que pode afetar a uniformidade da maturação e aumentar a incidência de vagens verdes e grãos imaturos.

No campo, as condições de stress hídrico, excesso de chuvas, altas temperaturas, danos por percevejos, na cultura da soja contribuem para a maturação desuniforme da soja (Mandarino, 2012). Também nos últimos anos há predominância de plantio de cultivares com hábito de crescimento indeterminado. Estes fatores favorecem o amadurecimento desuniforme nas plantas e a formação de vagens secas e verdes na mesma planta. As vagens são consideradas impurezas conforme IN MAPA nº 11/2007 (BRASIL, 2007a) e, ao serem debulhadas pelo sistema de trilha da colhedora, geram grãos imaturos na massa de produto.

Grãos imaturos têm formato oblongo e irregular, além de se apresentarem intensamente verdes por não terem atingido seu desenvolvimento fisiológico completo (BRASIL, 2007b). Estes grãos contêm maior teor de água que os grãos maduros e apresentam altos teores de clorofila, que é um potente agente oxidante, e produzem óleo com coloração verde e alto conteúdo de ácidos graxos livres (Mandarino, 2012).

Tanteerarm & Steinberg (1989), estudando a qualidade da soja colhida em quatro estágios de maturação, concluíram que a qualidade do óleo bruto e do farelo de obtidos de soja madura foi superior aos obtidos dos grãos imaturos. O teor de óleo bruto permaneceu constante durante a maturação e por seis meses de armazenamento. No

entanto, o óleo de grãos imaturos apresentou alto teor de FFA (Ácidos graxos livres) e coloração esverdeada. Durante o armazenamento por seis meses, o teor de FFA recuperado dos grãos verdes (imaturos) aumentou e permaneceu na cor verde inalterada.

## 2.Referências bibliográficas

ABIOVE - Associação Brasileira de Indústrias de Óleos Vegetais. **Estatística. São Paulo: ABIOVE.** Disponível em: <<http://www.abiove.org.br/site/index.php?page=estatistica&area=NC0yLTE>> Acesso em: 22 mar. 2017.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 15, de 9 de junho de 2004. Estabelece os requisitos e procedimentos para certificação das condições higiênico-sanitárias da soja em grãos destinados a comercialização interna, à exportação e importação. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília, 11 jun. 2004, nº111, Seção 1, p. 8.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 11, de 15 de maio de 2007. Estabelece o Regulamento Técnico da soja. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília, 16 mai. 2007a, nº 93, Seção 1, p. 13-15.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 37, de 27 de junho de 2007b. Altera a Instrução Normativa n. 11, de 15 de maio de 2007. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília, 30 jul. 2007b, nº 145, Seção 1, p. 9.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 29, de 8 de junho de 2011. Aprova os requisitos técnicos obrigatórios e recomendados para certificação de unidades armazenadoras. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília, 8 de jun. 2011, nº 15, Seção 1, p. 12-32.

BRASIL. Ministério da Agricultura, pecuária e abastecimento. Instrução Normativa n 54, de 24 de novembro de 2011. Aprova os requisitos e prazos para autorizar credenciamento para serviços de classificação de produtor vegetais, **Diário Oficial da Republica Federativa do Brasil**, Brasília, 24 de nov. nº 54, Seção 1, p. 5 e 6.

COMPANHIA NACIONAL DE ABASTECIMENTO - CONAB. **Séries Históricas.** Disponível em: <

[http://www.conab.gov.br/conteudos.php?a=1252&t=&Pagina\\_objcmsconteudos=1#A\\_objcmsconteudos](http://www.conab.gov.br/conteudos.php?a=1252&t=&Pagina_objcmsconteudos=1#A_objcmsconteudos)>. Acesso em 30 ago. 2017.

CONCEIÇÃO, J.C.P.R.; CONCEIÇÃO, P. H. Z. Agricultura: Evolução e importância para a balança comercial brasileira. **Instituto de pesquisa econômica aplicada – Textos para discussão**. Brasília: IPEA, mar. 2014. 29p.

DAWLAI, P.; BARROS, E.; MORAIS, G.J. Evaluation of maize cultivares for their susceptibility towards micotoxigenic fungi storage conditions. **Journal of Stored Products Research**, v.48, jan, 2012, p. 114-119.

FAO – FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION (2017). Manual of Good Practices for the Feed Industry – Section 5 – Methods of Sampling and Analysis. **FAO**. P. 53-58. Acessado site: <http://www.fao.org>, abril 2017.

GLÓRIA, E.M. da. A qualidade de grãos da América Latina para exportação. In: SCUSSEL, V. M.; ROCHA, M. W. da; LORINI, I.; SABINO, M.; ROSA, C. A. da R.; CARVAJAL, M. M. (1 Ed.). **Atualidades em micotoxinas e armazenagem qualitativa de grãos II**. Florianópolis: Imprensa Universitária, 2008. cap. X, p.421-426.

HARBACH, C. J.; ALLEN, T. W.; BOWEN, C. R.; DAVIS, J. A.; HILL, C. B.; LEITMAN, M.; LEONARD, B. R.; MUELLER, D. S.; PADGETT, B. R.; PHILLIPS, X. A.; SCHNEIDER, R. W.; SIKORA, E. J.; HARTMAN, G. L. Delayed senescence in soybean: Terminology, research update and survey results from grower. **Plant Health Progress**, n.2, p. 76-83. 2016.

ISO - INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARTIZATION. **Cereals and cereal products - Sampling**. ISO 24333, First edition, Geneve, Switzerland, 2009. 36p.

MANDARINO, J.M.G. Grãos verdes: influencia na qualidade dos produtos à base de soja - série sementes. Londrina: Embrapa soja, 2012. 5p. (Embrapa soja. Circular Técnica, 90).

PARIZZI, F.C. Curso de classificação e análise de grãos, 23. 2004, Viçosa, MG. **Apostila**. Viçosa: Centreinar, 2009. 131p.

PARIZZI, F.C. Classificação de produtos de origem vegetal. **In: BORÉM, F.M. (Ed.)** Lavras: UFLA/FAEPE, Vol. 1, 1999. 61p.

PAULSEN, M.R.; WATSON, S.A.; SINGH, M. Measurement and maintenance of corn quality. In: WHITE, J. P. & JOHN. L. A. **CORN: Chemistry and technology**. Minnesota: AACC, p. 159-219, 2007.

SAMPAIO, L.M.B.; SAMPAIO, Y.; BERTRAND, J.P.; Fatores determinantes da competitividade dos principais países exportadores de complexo soja no mercado internacional. **Organizações Rurais & Agroindustriais**, Lavras, v.14, n.2, p. 227-242, 2012.

SEDIYAMA, A.F.; CASTRO JUNIOR, L. G.; CALEGARIO, C. L. L; SIQUEIRA, P. H. L.; Análise da estrutura, conduta e desempenho da indústria Brasileira de soja no Brasil no período de 2003 a 2010. **RESR**, Piracicaba, SP, v. 51, n. 1, p. 161-182, jan/mar, 2013.

SENASA. INSTITUTO ARGENTINO DE SANIDAD Y CALIDAD VEGETAL - **Norma XXII. Muestreo em granus.** Disponível em: <http://www.senasa.gov.ar/Archivos/File/File4230-ry-1075-94.pdf> Acessado em 03 jul. 2014.

TANTEERATARM, K.; STEINBERG, M.P. Effect of soybean maturity on storage stability and process quality. **Journal of Food Science**, v. 54, n. 3, p. 593-597. 1989.

USDA - U.S.DEPARTMENT OF AGRICULTURE; GRAIN INSPECTION, PACKERS AND STOCKYARDS ADMINISTRATION; FEDERAL GRAIN INSPECTION SERVICE. **Grains Inspection handbook.** Book II, chapter I, jul, 2013. Disponível em: [http://www.gipsa.usda.gov/fgis/handbook/grain-insp/grbook2/general\\_info.pdf](http://www.gipsa.usda.gov/fgis/handbook/grain-insp/grbook2/general_info.pdf) Acessado em 03 abril 2017.

USDA - **Oilseed: World Markets and trade nov. 2017.** Disponível em: <https://www.fas.usda.gov/data/oilseeds-world-markets-and-trade> acessado em 04/12/2017.

WAGNER, C.; ESBENSEN, K. H. A critical assessment of HGCA grain sample guide. **Tosforum**, Issue 2. P. 16-21, 2014.

WHITAKER, T.B. Sampling granular foodstuffs for aflatoxin. **Pure and Applied Chemistry**, Raleigh: NC, v. 49, n. 5024, p. 1709-1717, Pergamom Press 1977.

WHITAKER, T. B. et al. Sampling procedures to detect mycotoxins in agricultural commodities. **New York: springer**, 2011, 58p.

## OBJETIVOS

### Geral

Avaliar os procedimentos e os equipamentos utilizados para amostragem, homogeneização e diluição de amostras de trabalho, na determinação da qualidade da soja no recebimento e na expedição dos grãos em unidades armazenadoras.

### Específicos

Avaliar os amostradores de grãos (calador composto manual de 1,80 m três estágios; calador composto manual de 2,10 m três estágios; calador composto manual de 2,10 m de um estágio; calador mecânico e calador tipo pelicano) na determinação do teor de impurezas, grãos quebrados, vagens e grãos imaturos na descarga de veículos.

Analisar o desempenho de equipamentos utilizados para homogeneização e diluição de amostras para a classificação de grãos de soja em unidades armazenadoras dentro dos padrões oficiais da soja.

Verificar a utilização de homogeneizadores mecânicos usados na comercialização de grãos no Brasil em função do tamanho das massas de amostras de trabalho usadas para determinação da qualidade e para diversos níveis de grãos avariados, durante a classificação de grãos de soja.

## CAPÍTULO I

### COMPARAÇÃO DO DESEMPENHO DE EQUIPAMENTOS DE AMOSTRAGENS DE GRÃOS DE SOJA EM UNIDADES ARMAZENADORAS

#### Resumo

A avaliação dos atributos de qualidade da soja faz-se necessária, tanto na recepção, quanto na expedição. Por isso, na amostragem das cargas, os equipamentos utilizados na coleta de amostras assumem relevância para a acurácia da classificação. Neste contexto, objetivou-se comparar os diversos tipos de caladores de grãos, manuais e mecânico, utilizados na amostragem de cargas de soja durante o recebimento em unidades armazenadoras. Os equipamentos utilizados foram os caladores manuais de 1,80 m e três estágios de abertura, 2,10 m e três estágios, 2,10 m e um estágio de abertura, amostrador mecânico (pneumático) e o calador tipo pelicano. Os parâmetros analisados foram as percentagens de impurezas, de grãos quebrados, percentagens de vagens, grãos imaturos e teor de água. A significância do efeito dos tratamentos foi determinada pelo Teste F, e as médias comparadas pelo teste Tukey ( $p < 0,05$ ). Os resultados obtidos mostraram que os equipamentos utilizados para amostragem de grãos de soja em veículos, durante o recebimento em unidades armazenadoras, influenciam na determinação do teor de grãos quebrados, vagens e grãos imaturos. Entretanto, não houve diferença para o tipo de equipamento de amostragem estudado na determinação do teor de impureza, tendo o amostrador tipo pelicano coletado maiores percentuais de vagens e grãos imaturos nos veículos amostrados.

Palavras Chaves: Classificação, caladores, impurezas, vagens e grãos imaturos.

## Abstract

The soybean quality attributes evaluation is needed, both in its reception and in its expedition. Therefore, during the load sampling, the used equipment for the samples' collection has a great relevance to the classification accuracy. In this context, this paper aimed to compare the various types of grain calanders, manual and mechanical, used in the sampling of soybean loads, during their reception by storage units. The used equipment were the manual calenders, measuring 1.8 m length and three opening stages; 2.10 m length and three opening stages; and 2.1 m length and one opening stage, besides the mechanical sampler (pneumatic) and the pelican type calender. The analyzed parameters were impurity content, levels of broken grains, pods content, immature grains, and moisture content. The significance of the treatment effect was determined by F Test and the averages compared by Turkey test ( $p < 0.05$ ). Results showed that the equipment used for the soybean grain samplings in vehicles, during their reception by storage units, affect on the determination of broken grains, and pods and immature grains. However, there was no difference on the equipment type for the studied sampling to determine the impurity content; the pelican sampler collected greater percentages of pods and immature grains from the sampled vehicles.

**Keywords:** Classification. Calenders. Impurities. Pods and immature grains.

## 1.1 INTRODUÇÃO

A soja destaca-se na economia do Brasil (Oliveira et al., 2012), pois corresponde a 48,04% da produção total de grãos do país (CONAB, 2017). O Brasil é o segundo maior produtor mundial de soja, atrás apenas dos Estados Unidos (Almeida et al., 2015; Marcandalli et al., 2011), o maior exportador desta oleaginosa. Para os municípios produtores, a soja apresenta relevante papel econômico e social, como a melhoria do Índice de Desenvolvimento Humano (ABIOVE, 2017).

Conforme Freitas (2011), as perdas qualitativas e quantitativas são originadas durante o processo de pós-colheita da soja e são frequentes. Já Alencar et al. (2009) relatam que a qualidade dos grãos é um parâmetro relevante para a comercialização e o processamento, podendo afetar o preço dos produtos pela depreciação atribuída à má qualidade. Os baixos níveis dos padrões de qualidade podem comprometer a

competição de mercado da soja Brasileira (Conceição & Conceição, 2014; França Neto et al., 2001).

A classificação de grãos é a determinação das características intrínsecas e extrínsecas do produto, com base em padrões previamente elaborados, sendo um instrumento disponível para indústria e exportadoras no controle de qualidade de um produto agrícola (Parizzi, 2009).

Em uma análise, a amostragem é geralmente a maior fonte de erro, podendo as imprecisões ocorridas nesse processo resultar em interpretações errôneas do real atributo do lote. A amostra deve ser obtida de modo que todos os grãos que compõem o lote tenham a mesma oportunidade de serem selecionados (Whitaker, 2003). A amostra representativa é importante para não prejudicar qualquer uma das partes envolvidas na comercialização (Gloria, 2008), além de contribuir para minimizar as perdas, custos na armazenagem, na logística, entre outros.

A amostragem de cargas é indispensável para a obtenção de valores confiáveis de impurezas, defeitos dos grãos, grãos quebrados, vagens, grãos imaturos e teor de água. A determinação destes fatores é essencial na aplicação de descontos dos excessos e também auxiliam na programação para segregação nas descargas nas moegas, fluxo de grãos nos transportadores, na secagem e na programação do uso de máquinas de pré-limpeza e limpeza para retirada destes defeitos.

Os equipamentos comumente utilizados na coleta de amostras em veículos, para determinação de defeitos em grãos, são os caladores compostos (manuais), os caladores mecânicos (pneumáticos) e os caladores tipo pelicano, que podem ser utilizados tanto na recepção de grãos, na armazenagem e também na expedição.

Nos caladores compostos, que podem variar em número de compartimentos, número de estágios de abertura e em tamanho, a amostra penetra em cada compartimento por gravidade e por isso tem melhor desempenho se introduzido com inclinação de  $10^\circ$  em relação à vertical (USDA, 2009). Esta recomendação é importante, especialmente para grãos com maiores teores de água, que, conforme Silva et al. (2006), têm valores dos ângulos de atrito interno e de repouso, devido à maior força de coesão entre as partículas ou componentes que compõem a massa. O maior teor de água promove aumento da rugosidade da superfície dos grãos, ocasionando maior resistência ao deslizamento de uma partícula contra a outra, aumentando o ângulo de repouso, coeficiente de atrito estático e dinâmico, dificultando o deslizamento, conforme observado em trigo verde (Al-Mahasneh et al., 2007), em amendoim (Aydin, 2007) e

em girassol (Gamea, 2013). Não foram encontradas informações sobre esta propriedade física para a soja.

No Brasil, os caladores compostos (manuais) são obrigatórios em todas as unidades armazenadoras a granel, conforme IN MAPA nº 29/2011 (BRASIL, 2011).

Os caladores mecânicos (pneumáticos) são utilizados para coletar amostras em veículos que têm a superfície exposta. Este tipo de sonda mecânica consiste em uma haste de 2,0 m de comprimento, composta por dois tubos, sendo um externo, no qual há um fluxo de ar direcionado para baixo, cujo ar, inicialmente, envolve a amostra que é coletada pela ponteira, e outro fluxo de ar pelo tubo interno, de menor diâmetro, que succiona ascendentemente a amostra coletada, que é direcionada para o recipiente de coleta (USDA, 2009). Nos Estados Unidos, o calador mecânico por sucção (aspiração), devido ao risco de superestimar as matérias estranhas e as impurezas, não é autorizado para o comércio de grãos (USDA, 2009).

Já o calador tipo pelicano é indicado para amostragem de grãos em fluxo de queda livre, sendo utilizado frequentemente durante a descarga do material.

Assim, objetivou-se com este trabalho comparar os diversos tipos de caladores, manuais e mecânico, utilizados na amostragem de cargas de soja durante o recebimento em unidades armazenadoras.

## 1.2 MATERIAL E MÉTODOS

O experimento foi conduzido durante a safra de 2014/15 nas unidades armazenadoras de grãos de soja da empresa Caramuru Alimentos S/A, localizadas nas cidades de Portelândia - GO ( 17°23'56,83''S e 52°40'41,73''W) e Morrinhos - GO, (17°43'40,08''S e 49°3'51,67'' W).

Utilizou-se o delineamento em blocos ao acaso com cinco tratamentos (amostradores de grãos) e 14 blocos (caminhões amostrados nas unidades armazenadoras) em três repetições.

Os tratamentos consistiram nos seguintes equipamentos: a) calador composto manual com comprimento de 1,80 m com 12 aberturas, divididas em três estágios (1,80 - 3E); b) calador composto manual com 2,10 m de comprimento, 14 aberturas e três estágios (2,10 - 3E); c) calador composto manual de 2,10 m de comprimento, 14 aberturas e um estágio (2,10 - 1E) (Tabela 1); d) calador mecânico com ponteira de 37 mm de diâmetro; e e) calador tipo pelicano.

Tabela 1: Medidas de diâmetro útil, número de aberturas, material construtivo e volume estimado por coleta dos amostradores utilizados.

Equipamento	Diâmetro do cilindro (m)	Material construtivo	Volume estimado por coleta (m <sup>3</sup> )
Calador 2,10m 3E	0,0287	Alumínio	0,00116267
Calador 1,80m 3E	0,0312	Latão	0,00118133
Calador mecânico	0,0442	Aço SAE 1020	--
Tipo pelicano	--	Chapa de aço	0,00117315
Calador 2,10m 1E	0,0312	Latão	0,001380

O amostrador mecânico (pneumático) é um equipamento composto por um sistema de coleta por fluxo de ar, no qual há penetração da haste na massa de grãos pelo acionamento do comando hidráulico que posiciona o local e especifica o número de pontos amostrados. A haste coletora dispõe de dois tubos, um com diâmetro interno de 44,2mm, outro com diâmetro externo de 66,2mm e comprimento de 1,90 m. O ventilador promove um fluxo de ar descendente entre os tubos externo e interno, que, ao atravessar a massa de grãos coletada pela ponteira (diâmetro de 37 mm), desloca os grãos, de forma ascendente pelo tudo interno, que apresenta outro fluxo de ar que succiona a massa até o tubo coletor, por onde a amostra é conduzida até o reservatório de grãos (Figura 1).

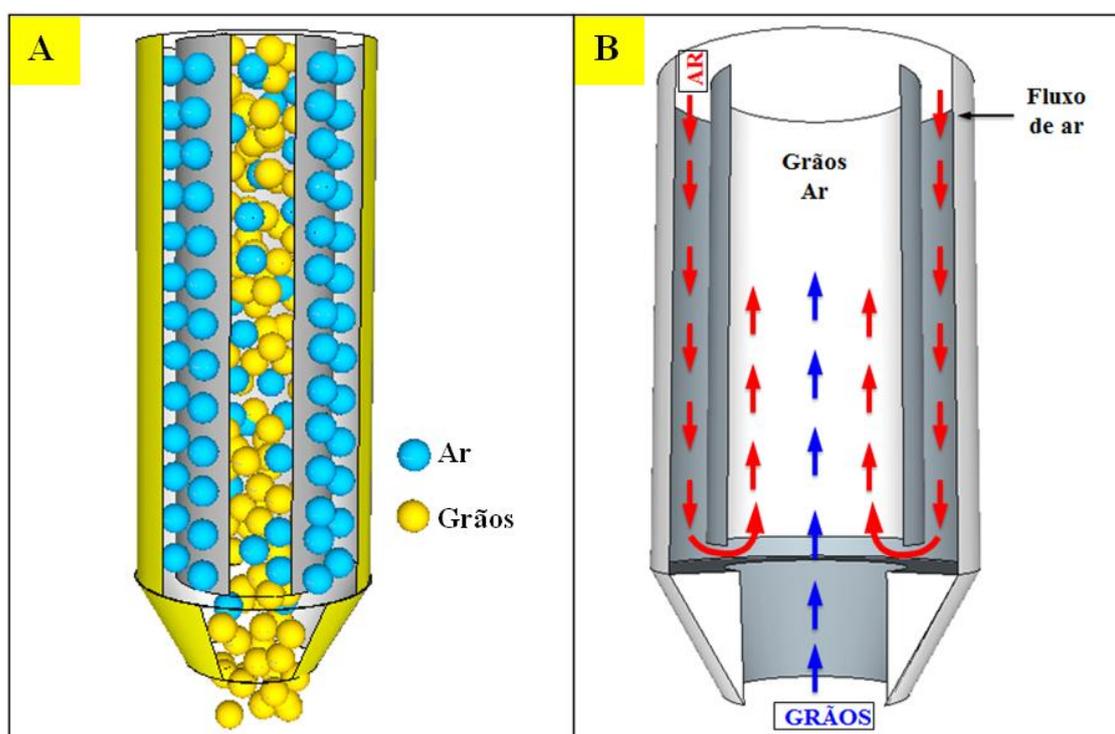


Figura 1: Esquema do fluxo de ar e grãos no calador mecânico durante a operação de amostragem.

As amostras obtidas com os caladores compostos e mecânico foram retiradas em locais predeterminados na carga do veículo, em formato de zig-zag, demarcados previamente com tubos de policloreto de vinila (PVC), com diâmetro de 0,10 m. As amostras retiradas foram, posteriormente, homogeneizadas e divididas em triplicatas para cada repetição. O número de pontos de amostragens para cada equipamento variou de 8 a 11 de acordo com a massa da carga do veículo, conforme Instrução Normativa MAPA nº 11/2007 (BRASIL, 2007a), tendo a sequência do uso dos caladores sido aleatória.

O amostrador tipo pelicano, Figura 2, apresentava as seguintes dimensões: 0,099 m de largura, 0,10 m de comprimento, 0,077 m de altura menor e 0,16 m para altura maior, totalizando área de coleta total de  $0,01\text{m}^2$  e recolhia uma massa estimada de 0,879 kg. Foram coletadas amostras em triplicatas para cada ponto de descarga (boca de descarga) durante a queda livre do produto na abertura das “bocas” e também durante o primeiro descarregamento com o rodo, feito pelo descarregador dos caminhões nas moegas. As coletas foram feitas pelas “bocas” de descargas instaladas nas carrocerias dos caminhões para este fim. A Figura 3 mostra os procedimentos para a amostragem dos grãos de soja.

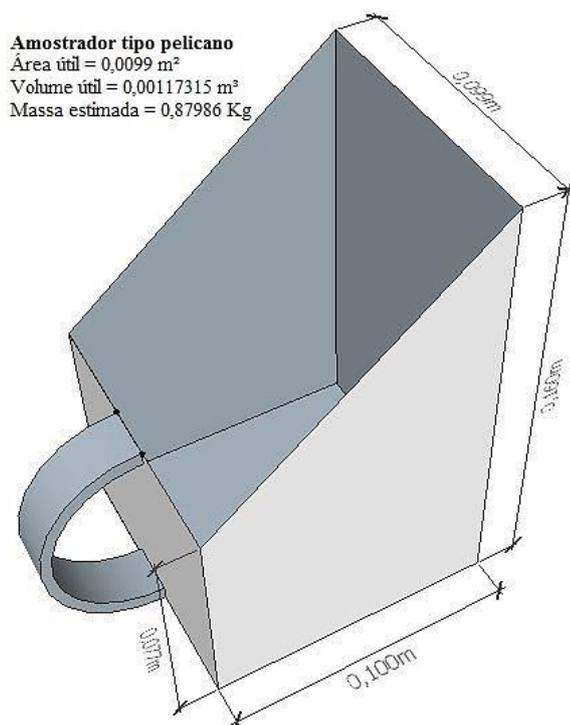


Figura 2: Amostrador tipo pelicano usado no experimento e suas dimensões e capacidades.

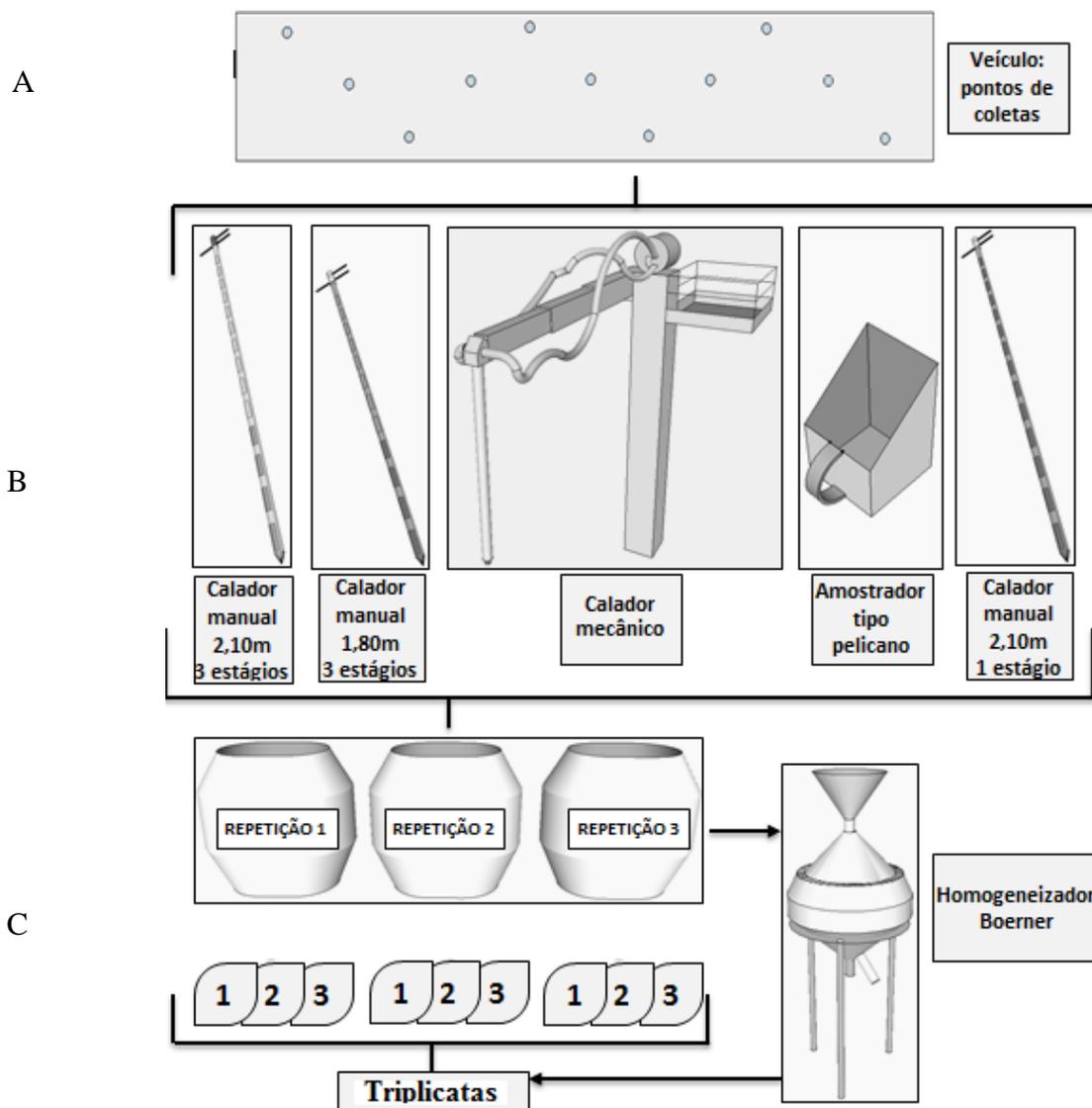


Figura 3. Representação esquemática dos procedimentos para a amostragem dos grãos de soja: A) pontos de coleta nos veículo para retirada de amostra; B) equipamentos utilizados para amostragem; C) homogeneização e divisão das amostras.

A homogeneização e a divisão das amostras foram feitas em homogeneizador tipo Boerner, no qual, primeiramente, as amostras foram passadas três vezes no equipamento (CANADA, 2016) e, posteriormente, divididas, para cada repetição, em triplicata, com massa mínima de 0,125 kg (BRASIL, 2007a).

As subamostras de cada repetição foram colocadas em peneiras retangulares (0,4 x 0,3 m), de crivos circulares com diâmetro de 3,0 mm e movimentadas manualmente durante 30 segundos (BRASIL, 2007a), para a separação das vagens, grãos imaturos,

matérias estranhas e impurezas. Em seguida, as amostras isentas de impurezas foram colocadas em peneiras com crivos oblongos (4 x 12 mm) para identificação dos grãos quebrados. As massas aferidas em cada repetição foram transformadas em percentagem em função da massa inicial de cada subamostra. As amostras utilizadas para determinação do teor de água foram retiradas separadamente, por equipamento, em cada veículo amostrado. A análise desse parâmetro foi feita conforme ASAE (2003).

A significância do efeito dos tratamentos foi determinada pelo Teste F, e as médias, comparadas pelo teste Tukey ( $p < 0,05$ ). Foi utilizado para a execução das análises o programa SISVAR 5.6, conforme Ferreira, (2014).

### 1.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

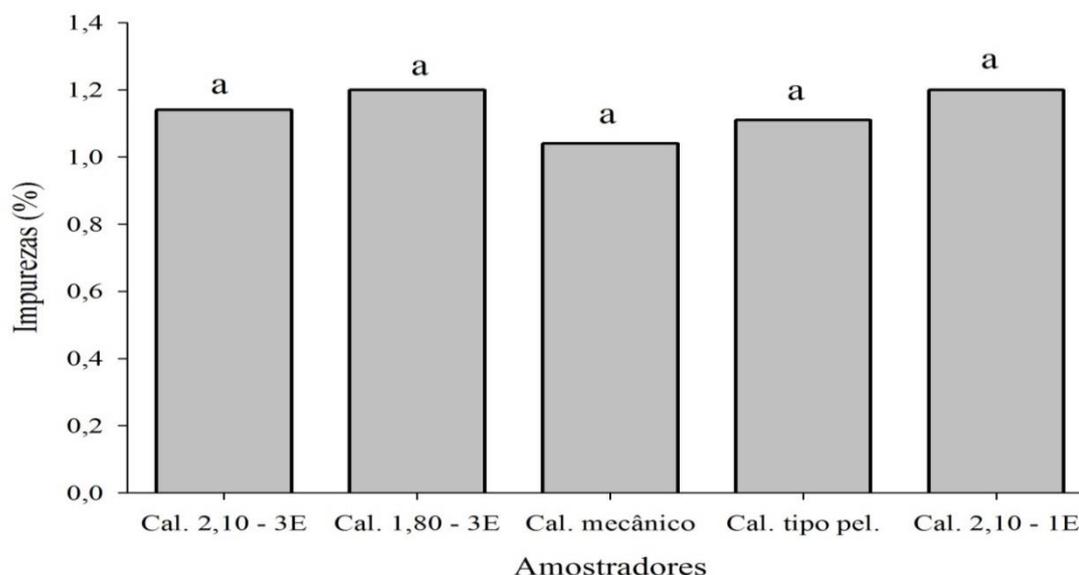
A Tabela 2 apresenta o resumo da análise de variância para as variáveis coletadas durante as amostragens dos veículos na recepção dos grãos nas unidades armazenadoras.

Tabela 2. Resumo da análise de variância para as variáveis impurezas, grãos quebrados, vagens, grãos imaturos e teor de água.

FV	GL	Quadrados médios				
		Impurezas e Mat. estranha	Quebrados	Vagens	Imaturos	T. de água
Tratamento	4	0,17 <sup>ns</sup>	21,20 <sup>**</sup>	0,49 <sup>**</sup>	0,59 <sup>**</sup>	7,21 <sup>**</sup>
Bloco	14	6,28 <sup>**</sup>	1045,68 <sup>**</sup>	0,94 <sup>**</sup>	9,35 <sup>**</sup>	191,79 <sup>**</sup>
Erro	191	0,11	1,19	0,03	0,06	0,50
Médias		1,14	9,62	0,24	0,61	14,51
CV (%)		29,62	11,35	75,46	41,02	4,89

<sup>\*\*</sup>Significativo a 1% pelo teste de F. <sup>ns</sup>Não Significativo. FV: fonte de variação. CV: coeficiente de variação. GL: Grau de liberdade.

Estão exibidos respectivamente os teores de impurezas (Figura 4), grãos quebrados (Figura 5), vagens (Figura 6), grãos imaturos (Figura 7) e teor de água das amostras (Figura 8) coletadas pelos equipamentos durante a amostragem em veículos no recebimento de grãos de soja em unidades armazenadoras.



Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem entre si a 5% de significância pelo teste de Tukey.

Figura 4. Teor de impurezas dos grãos coletados pelos equipamentos durante a amostragem em veículos no recebimento de cargas de soja em unidades armazenadoras.

Para o teor de impurezas e matérias estranhas, não houve diferença entre todos os tratamentos, tendo sido observados valores muito próximos nos teores de impurezas coletados nos veículos para todos os equipamentos utilizados (Figura 4). A média geral para o teor de impurezas foi de 1,14%, e para os equipamentos testados os valores foram próximos, mas superiores a 1,0%, o que permite descontos nas cargas analisadas pelas empresas receptoras de grãos.

Os valores relativamente altos nos CV da percentagem de impurezas e matérias estranhas podem ser devidos a diferenças nas presenças destes defeitos nas cargas analisadas, ou seja, uns veículos apresentavam maiores percentagens de impurezas e outros, menores níveis. O mesmo fato pode ter ocorrido também, para as percentagens de vagens e grãos imaturos.

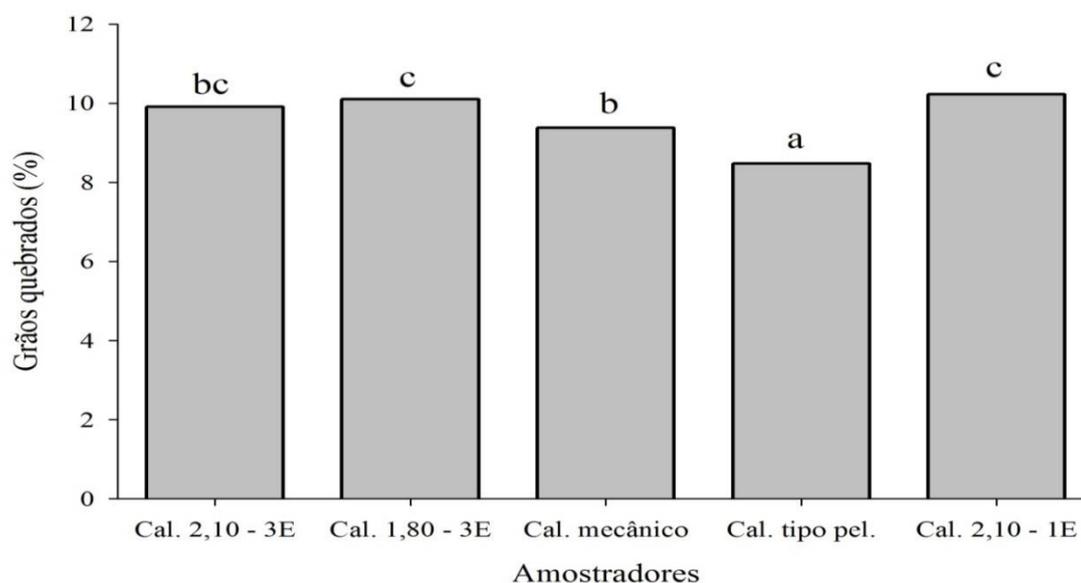
As impurezas são definidas como todos os materiais que passam nas perfurações circulares de 3,0 mm nas peneiras ou que ficam retidos, mas que não sejam grãos de soja, inclusive vagens não debulhadas. Já matéria estranha é todo material que está presente na amostra que não seja originada da cultura da soja. As cascas (tegumentos) da soja retidas na peneira 3,0 mm não foram consideradas impurezas.

Os grãos partidos e quebrados são partes de grãos, inclusive cotilédones, retidos na peneira de 3,0 mm de diâmetro. Para a soja destinada à indústria e à exportação, o

limite máximo de tolerância de impurezas e matérias estranhas na amostra é de 1% e para grãos quebrados e partidos, o limite é de 30% (BRASIL, 2007a).

O conhecimento do percentual de impurezas e fragmentos e suas relações são essenciais para os cálculos dos processos de secagem, limpeza, aeração, classificação e armazenamento dos grãos (Gratão et al., 2013; Figueiredo Neto et al., 2012). As impurezas ocupam os espaços intergranulares, diminuindo a porosidade do produto agrícola, sendo este o principal fator que afeta os processos de secagem e aeração de grãos (Cavalcante Mata e Duarte, 2002).

Na soja, quando colhida com teor de água entre 13 e 15% b.u., ocorrem menos danos mecânicos e perdas na colheita. Grãos colhidos com teor de água superior a 15% b.u. são mais propensos à incidência de danos mecânicos latentes, que podem se manifestar durante o beneficiamento; grãos colhidos com teor de água abaixo de 12% b.u. são muito suscetíveis a danos mecânicos imediatos e, conseqüentemente, à quebra (EMBRAPA, 2014; Pinto et al., 2012).



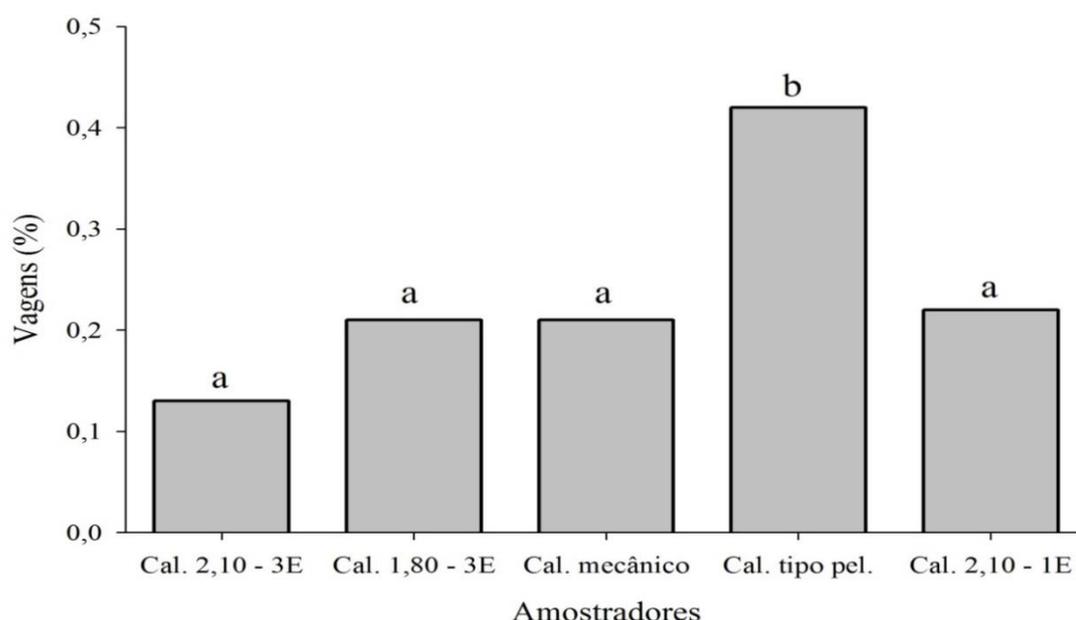
Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem entre si a 5% de significância, pelo teste de Tukey.

Figura 5. Teor de grãos quebrados coletados pelos equipamentos durante a amostragem em veículos no recebimento de cargas de soja em unidades armazenadoras.

O amostrador tipo pelicano exibiu o menor teor de grãos quebrados coletados, seguido pelo calador mecânico e pelos caladores compostos (Figura 5). As maiores médias de coleta de grãos quebrados pelos caladores compostos podem ter ocorrido pela quebra ocasionada em grãos que se posicionam entre os cilindros interno e externo, que,

ao serem girados para fechamento, provocam ruptura, principalmente em produtos com maior teor de água, pois quanto maior o teor de água menor a força necessária para provocar a ruptura e a quebra dos grãos (Vursavus e Özgüven, 2004; Ribeiro et al., 2007; Aydin, 2007).

A percentagem de grãos quebrados e partidos presentes nos veículos amostrados apresentou média geral de 9,62%, expressivamente inferior ao limite máximo de tolerância para o defeito na amostra, de 30%, (BRASIL, 2007a). Acima deste valor já há descontos por parte das unidades receptoras.



Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem entre si a 5% de significância, pelo teste de Tukey.

Figura 6. Vagens coletadas pelos equipamentos durante a amostragem em veículos no recebimento de cargas de soja em unidades armazenadoras.

Para o calador tipo pelicano, houve maior teor de vagens coletadas nas amostras e diferença em relação aos demais caladores na coleta desta impureza (Figura 6). O calador tipo pelicano obteve média de 0,42%, que corresponde a 37% de vagens em relação à média de impureza total coletada pelo equipamento. Considerando a média geral de vagens coletada (0,24%), o calador tipo pelicano coletou três vezes mais o valor obtido pelo calador 2,10 - 3E (0,13%) e duas vezes mais que os demais equipamentos de amostragem (0,21%) utilizados neste estudo.

O calador mecânico obteve baixos níveis de coleta de vagens, Figuras 6, comparativamente ao calador pelicano. Este equipamento tem como princípio de

funcionamento a velocidade terminal dos materiais e, assim, o fluxo de ar utilizado pode ter sido insuficiente para transportar os defeitos em função do maior teor de água e das maiores dimensões físicas (Couto et al., 2003).

Apesar de não diferir dos demais caladores manuais e do calador mecânico, o calador com comprimento de 2,10 m – 3E obteve menor teor na coleta de vagens, com percentual médio de 0,13% (Figura 6). Pode-se inferir que, pelo fato de sua composição ser de alumínio, ele necessita de menor diâmetro do tubo interno para garantir maior resistência, resultando em menor volume de coleta, mesmo contendo 14 aberturas (Tabela 1). Atrelado a isso, foi observado, durante o experimento, que ele exibia menor volume de material amostrado e constantes embuchamentos, exigindo constantes paralisações da operação para desobstrução, que, conseqüentemente, reduzia o rendimento de coleta.

De modo geral, nas unidades armazenadoras tem sido observado aumento substancial da presença de vagens de soja nas cargas recebidas das lavouras. Isso tem ocorrido ao longo dos anos em todas as principais regiões produtoras de soja no Brasil e também no Centro-Sul dos Estados Unidos, onde é comum observar plantas com folhas verdes, hastes verdes e/ou vagens verdes em lavouras de soja madura (Griffin et al., 2010).

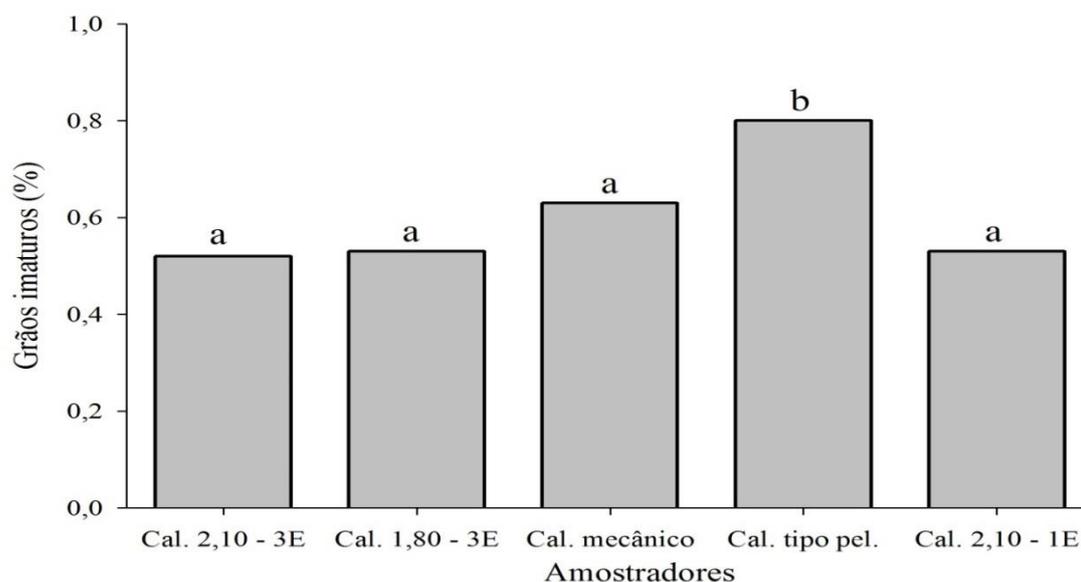
As causas associadas à presença de hastes verdes na cultura da soja são diversas (Harbach et al., 2016; Da Silva, et al., 2013). Hastes verdes são frequentes quando as plantas de soja exibem senescência retardada, podendo ser acompanhadas por outras partes da planta, como folhas, pecíolos, vagens e sementes (Harbach et al., 2016).

O tipo de crescimento da planta pode influenciar na presença de vagens verdes. Em cultivares de crescimento determinado, o florescimento se inicia na parte média da planta e prossegue em direção ao topo e à base, cessando o crescimento da gema apical no início da floração. Em cultivares de crescimento indeterminado, a floração se inicia pela parte mais baixa e prossegue indo para o topo, mas as gemas apicais continuam a crescer por várias semanas após a floração, e a maturação de vagens e sementes pode diferir consideravelmente (Boudreaux & Griffin, 2011).

Outro fator associado ao aparecimento de vagens verdes nas unidades armazenadoras corresponde à ocorrência da doença da haste verde nas plantas no momento da colheita (Boudreaux et al., 2011). Lustosa et al. (1999) relatam que o ataque de percevejos ocasiona retardamento da senescência das plantas de soja, provocando maior retenção de hastes verdes nas plantas.

A eficiência das máquinas de pré-limpeza pode variar em função das características do produto a ser processado, especialmente forma e granulometria dos grãos, que interferem nas perfurações das peneiras, como também a quantidade e o tipo de impurezas (vagens verdes de soja, por exemplo), o teor de água do grão e o padrão da limpeza desejada para beneficiamento ou armazenagem (Kepler Weber, 2016).

Vagens verdes, debulhadas ou não debulhadas, são consideradas impurezas para as cargas de grãos de soja, conforme (BRASIL, 2007a). Ressalta-se que as vagens verdes, durante a operação de colheita, podem ser debulhadas pelos mecanismos de trilha da colhedora, culminando na liberação de grãos imaturos na massa colhida, com subsequente prejuízo à qualidade dos grãos no processamento, armazenamento e comercialização (Sinnecker, 2005).



Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem entre si a 5% de significância, pelo teste de Tukey.

Figura 7. Grãos imaturos coletados pelos equipamentos durante a amostragem em veículos no recebimento de cargas de soja em unidades armazenadoras.

Pelos resultados, o amostrador tipo pelicano foi o mais satisfatório, comparativamente aos demais, na coleta de grãos imaturos presentes nas amostras analisadas (0,8%) e se diferenciou dos demais caladores, Figura 7, pela maior coleta de vagens verdes e grãos imaturos.

Grãos imaturos são aqueles com formato oblongo e coloração verde em decorrência de um desenvolvimento fisiológico incompleto. Segundo Zorato et al. (2007), estes grãos apresentam alto teor de clorofila nos cotilédones e podem apresentar

tegumento enrugado, especialmente depois do processo de secagem (BRASIL, 2007b). Grãos imaturos ingressam na somatória dos demais defeitos com limite de descontos de 8%. Neste trabalho, a média de grãos imaturos foi de 0,61%, (Figura 7, Tabela 2).

Devido a esta imaturidade fisiológica, os grãos podem apresentar alto teor de água, comprometendo a integridade da massa de grãos durante a secagem, armazenamento e subsequente processo industrial. Presença de clorofila nos grãos imaturos prejudica a qualidade e o volume de óleo extraído dos grãos, aumentando os custos de refino de óleo (Junqueira et al., 2014; Rangel et al., 2011).

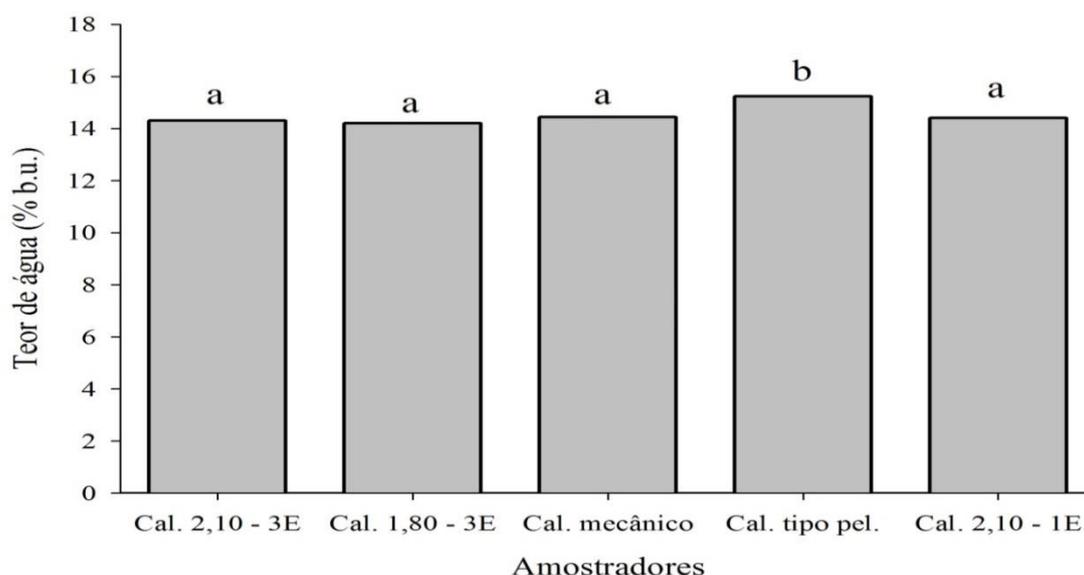
Alto teor de água nos grãos imaturos favorece o desenvolvimento de fungos pelo aumento da atividade respiratória (Junqueira et al., 2014), que compromete a armazenabilidade dos grãos. Assim, conhecer a porcentagem de grãos imaturos na massa de grãos pela amostragem é fundamental para definição de estratégias no armazenamento (Mandarino, 2012).

Vagens e grãos imaturos apresentam maior teor de água que os grãos normais presentes nas cargas e, conseqüentemente, podem expor maior área projetada conforme diversos pesquisadores (Aydin, 2007; Siqueira et al., 2013). Assim, grãos imaturos e vagens apresentam maior área de contato com a massa de grãos e sofrem menor pressão, o que promove o deslizamento sobre a massa descarregada, tendendo a apresentar maior acúmulo nas laterais das cargas nos veículos e nos armazéns. Isso pode levar a uma maior porcentagem de vagens e grãos imaturos coletados pelo tipo pelicano na descarga dos grãos nas moegas (Figuras 6 e 7).

Em relação aos caladores manuais utilizados nas amostragens, o comprimento, o número de estágios e o número de aberturas não apresentaram diferenças nas coletas de impurezas, grãos quebrados, grãos imaturos e vagens (Figuras 4, 5, 6, 7 e 8). Na recepção de grãos em unidades armazenadoras, a amostragem com caladores manuais apresenta limitações, pois quando há intenso fluxo de veículos carregados de grãos para descarga, mesmo que haja revezamento de mão de obra na operação, ao final da jornada de trabalho são comuns o cansaço, a diminuição no rendimento de trabalho e a perda de qualidade na amostragem.

Neste trabalho, não houve diferença na coleta de impurezas, grãos imaturos e vagens entre o calador mecânico e os demais caladores compostos. Assim, o calador mecânico é uma opção aceitável para coleta de amostras, especialmente para maiores unidades armazenadoras coletoras, intermediárias e terminais.

Outro fator importante é a manutenção dos caladores mecânicos, que, feita por pessoas despreparadas, pode alterar as medidas e a capacidade do equipamento e pode perder a eficiência na coleta de alguns tipos de defeitos, ocorrendo prejuízo para as partes envolvidas. Também manutenções periódicas para verificação de desgastes, limpezas dos sistemas de dutos e mangueiras, troca de óleo hidráulico são fundamentais para o bom desempenho deste equipamento.



Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem entre si a 5% de significância pelo teste de Tukey.

Figura 8. Teor de água dos grãos coletados pelos equipamentos durante a amostragem em veículos no recebimento de cargas de soja em unidades armazenadoras.

Os teores de água dos grãos de soja foram maiores que 14 (% b.u.) para todos os equipamentos de amostragem, tendo se refletido em descontos (Figura 8). Ressalta-se que as amostras retiradas com o amostrador do tipo pelicano apresentaram maior teor de água dos grãos, diferindo dos demais equipamentos testados. Tal ocorrência pode ser atribuída à presença de grãos imaturos, que podem influenciar no teor de água de equilíbrio da carga e também diretamente no teor de água da amostra.

As amostras obtidas com o calador mecânico, mesmo submetidas ao fluxo de ar utilizado para o transporte dos grãos, não apresentaram diferenças no teor de água em relação aos caladores compostos. Este fato pode ser atribuído ao baixo teor de água dos grãos e à distância reduzida entre o ponto de coleta e o reservatório do calador mecânico (1,92 m e 4,0 m) nas unidades armazenadoras de Portelândia e Morrinhos, respectivamente (Figura 8).

A ocorrência da doença da haste verde provoca atraso na maturação das sementes, gera aumento na colheita de materiais verdes, resultando em maior teor de água e maior descontos na carga durante o recebimento (Boudreaux & Griffin, 2011).

Carvalho e Novembre (2012) relatam que o teor de água recomendado para colheita mecanizada de sementes de soja para minimizar perdas e ocorrência de danos mecânicos é de 12 a 15,9 (% b.u.) e que, mesmo as cultivares com alto teor de lignina no tegumento, que oferecem maior resistência aos danos mecânicos e infecção por patógenos, colhidas mecanicamente com teor de água acima de 20,2 (% b.u.), perderam qualidade. Observa-se que todas as cargas de grãos analisadas estavam com teor de água de satisfatório para a colheita mecânica (Figura 8). Isso pode ser concluído pelos valores apresentados de teor de impurezas e grãos quebrados nas amostras (Figura 5).

O teor de água nos grãos de soja, conforme IN MAPA 11/2007 (BRASIL, 2007a), deve ser obrigatoriamente determinado, com amostra livre de matérias estranhas e impurezas, sendo recomendado teor de água de 14% (b.u.). As unidades armazenadoras estabelecem teor de água máximo de 14 (% b.u.). Esta informação é importante, pois estabelece os descontos de massa de água durante a secagem e também gera subsídios para melhorar os parâmetros de qualidade na colheita, beneficiamento e armazenagem.

O grão de soja é sensível a práticas inadequadas de manejo na colheita, processamento e armazenamento. A perda de qualidade é acompanhada por modificações deteriorativas, especialmente a elevação dos ácidos graxos livres pela ação das lipases, potencializada em condições de elevado teor de água e alta temperatura (Soares et al., 2005).

Smaniotto et al. (2014), estudando a evolução da qualidade de grãos de soja armazenados por 180 dias em diferentes teores de água e duas temperaturas de armazenagem, verificaram que as sementes armazenadas com teor de água inicial de 14 (% b.u.) foram as que tiveram maiores perdas durante o período de armazenagem e as sementes armazenadas com 12 (% b.u.) se mantiveram com maior qualidade. Desta forma, verifica-se que 14 (% b.u) não é um teor de água satisfatório para armazenagem, principalmente em regiões quentes como o Centro-Oeste, o Norte e o Nordeste do Brasil.

Assim, é importante que a unidade armazenadora utilize método de amostragem que ofereça segurança na coleta e classificação do produto, gerando os descontos

necessários e otimizando as operações unitárias do pré-processamento dos grãos. A verificação da eficiência dos equipamentos de amostragem é de fundamental importância, já que devem fornecer as informações reais do lote, referentes aos atributos teor de água, teor de impurezas, tipos de impurezas, grãos quebrados e matérias estranhas. Essas informações podem alterar o planejamento do uso de peneiras e fluxos de entrada de grãos nas máquinas e nas operações pós-colheita da unidade armazenadora.

#### 1.4 CONCLUSÃO

Não há diferença entre os equipamentos de amostragem na determinação do teor de impureza e matérias estranhas.

Os tipos de equipamentos utilizados na amostragem de grãos de soja em veículos, durante o recebimento em unidades armazenadoras, influenciam na determinação do teor de grãos quebrados, vagens e grãos imaturos.

Os caladores manuais compostos favoreceram a retirada de amostras contendo maiores percentuais de grãos quebrados nas cargas amostradas.

O amostrador tipo pelicano é o mais eficiente na coleta de vagens e grãos imaturos.

Quando ocorre excesso visível de vagens nas cargas de veículos, pode-se utilizar complementarmente o amostrador tipo pelicano para maior captação de vagens das cargas dos veículos.

#### 1.5 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABIOVE - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DAS INDÚSTRIAS DE ÓLEOS VEGETAIS. disponível em <<http://www.abiove.org.br/site/index.php?page=estatistica&area=NC0yLTE>>. Acesso em 29 jul.mai. 2017.

ALENCAR, E. R.; FARONI, L. R. D.; LACERDA FILHO, A. F.; PETERNELLI, A. L.; COSTA, A.R. Qualidade de grãos de soja armazenados em diferentes condições. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e ambiental**, Campina Grande, n. 5, p. 606-613, 2009.

AIDYN, C. Some engineering properties of peanut and kernel. **Journal of Food Engineering**, n. 79, p. 810-816, 2007.

AL-MAHASNEH, A. M.; RABABAH, T. M. Effect of moisture content on some physical properties of green wheat. **Journal of Food Engineering**, n. 79, p. 1467-1473, 2007.

ALMEIDA, M. S.; AMARAL, M.; MORABITO, R. Um estudo sobre a localização de terminais intermodais na rede de escoamento da soja. **Production**. São Carlos, UFSC, mai. 2015. 9p.

ASAE – American Society of Agricultural Engineers. **ASAE Standards**. ASAE S352.2, 2003, P. 593.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 29, de 8 de junho de 2011. Aprova os requisitos técnicos obrigatórios e recomendados para certificação de unidades armazenadoras. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília, 8 de jun. 2011, nº 15, Seção 1, p. 12-32.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 11, de 15 de maio de 2007. Estabelece o Regulamento Técnico da soja. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília, 16 mai. 2007a, nº 93, Seção 1, p. 13-15.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 37, de 27 de junho de 2007. Altera a Instrução Normativa n. 11, de 15 de maio de 2007. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília, 30 jul. 2007b, nº 145, Seção 1, p. 9.

BOUDREAUX, J.M.; GRIFFIN, J.L. Application timing of harvest aid herbicides affects soybean harvest and yield. **Weed Technology**, v. 25, p. 38-43. 2011

CANADA. **Canadian Grain Commission approved sample dividing equipment 5**. Disponível em: <<http://www.grainscanada.gc.ca/quality-qualite/sg-eg-eng.htm>>. Acesso em 24 fev. 2016.

CAVALCANTE MATA, M. E. R. M.; DUARTE, M. E. M.; Porosidade intergranular de produtos agrícolas, **Revista brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande, n.1, p. 79-93, 2002.

CARVALHO, T. C.; NOVENBRE, A. D. L. C. Qualidade de sementes de soja colhidas de forma manual e mecânica com diferentes teores de água. **Ciências Agrárias**, Londrina, n.1, p. 155-166, jan./mar. 2012.

- CONAB-COMPANHIA NACIONAL DE ABASTECIMENTO. **Acompanhamento da safra brasileira de grãos 2015/16: décimo levantamento**. Brasília: CONAB, Julho. 2017. Disponível em: <<http://www.conab.gov.br>>. Acesso em 29 julho. 2017.
- CONCEIÇÃO, J.C.P.R.; CONCEIÇÃO, P. H. Z. Agricultura: Evolução e importância para a balança comercial brasileira. **Instituto de Pesquisa Econômica Aplicada – Textos para discussão**. Brasília: IPEA, mar. 2014. 29p.
- COUTO, S. M.; MAGALHÃES, A. C.; QUEIROZ, D. M.; BASTOS, I. T. Parâmetros relevantes na determinação da velocidade terminal de frutos de café. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, Campina Grande, n.1, p. 141-148, 2003.
- DA SILVA, A. J.; CANTARELI, M. G.; DA SILVA, A. L. Haste verde e retenção foliar na cultura da soja. **Summa Phytopathologica**, Botucatu, n. 3, p. 151-156, 2013.
- EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA(EMBRAPA). **Tecnologias de produção de soja - Região Central do Brasil, 2014**. Londrina: Embrapa Soja, 2013. 265p. (Sistema de produção/EMBRAPA soja, n. 16).
- FERREIRA, D. F.; Sisvar: a Guide for its Bootstrap procedures in multiple comparisons. *Ciênc. agrotec.* [online]. 2014, vol.38, n.2 [citado 2015-10-17], pp. 109-112. Disponível em: ISSN [1413-7054](http://dx.doi.org/10.1590/S1413-70542014000200001). <http://dx.doi.org/10.1590/S1413-70542014000200001>.
- FRANÇA NETO, J.B.; KRZYZANOWSKI, F. C.; HENNING, A. A. Efeito da colheita mecânica da soja nas características físicas, fisiológicas e químicas das sementes em três estados do BRASIL. **Revista Brasileira de Sementes**, n.1, p. 140-145, 2001.
- FIGUEIREDO NETO, A.; DANTAS, B. F.; SILVA, J. C.; SILVA, M. F. Resistência ao fluxo de ar das vagens de amendoim com diferentes percentuais de impurezas. **Nucleus**, n.1, p. 85-91, abr. 2012.
- FREITAS, M. C. M. A cultura da soja no Brasil: O crescimento da produção brasileira e o surgimento de uma nova fronteira agrícola. **Enciclopédia Biosfera**, Goiânia, n. 12; p. 1-12, 2011.
- GAMEA, G. R. Physical properties of sunflower seeds components related to kernel pneumatic separation. **International Journal of Engineering & Technology**, n. 01, p. 103-114, feb. 2013.
- GLÓRIA, E.M.da. A qualidade de grãos da América Latina para exportação. In: SCUSSEL, V. M.; ROCHA, M. W. da; LORINI, I.; SABINO, M.; ROSA, C. A. da R.; CARVAJAL, M. M. (1 Ed.). **Atualidades em micotoxinas e armazenagem**

**qualitativa de grãos II.** Florianópolis: Imprensa Universitária, 2008. cap. X, p.421-426.

GRATÃO, P. T. S.; DEVILLA, I. A.; SERVULO, A. C. O.; DE JESUS, F. F.; FERREIRA, D. A. Perda de pressão estática em uma coluna de grãos de quinoa. **Revista brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, Campina Grande, n.8, p. 848-854, 2013.

GRIFFIN, J. L.; BOUDREAUX, J. M.; MILLER, D. K. Herbicides as harvest Aids. **Weed Science**, v. 58, jul.-sep. p. 355-358. 2010.

HARBACH, C. J.; ALLEN, T. W.; BOWEN, C. R.; DAVIS, J. A.; HILL, C. B.; LEITMAN, M.; LEONARD, B. R.; MUELLER, D. S.; PADGETT, B. R.; PHILLIPS, X. A.; SCHNEIDER, R. W.; SIKORA, E. J.; HARTMAN, G. L. Delayed senescence in soybean: Terminology, research update and survey results from grower. **Plant Health Progress**, n.2, p. 76-83. 2016.

JUNQUEIRA, P. C.; OLIVEIRA, M. A.; LORINI, I.; HENNING, A.A.; MANDARINO, J. M. G.; LEITE, R. S. Efeito das vagens e grãos verdes da colheita em características de qualidade da soja durante o armazenamento. In. Conferência Brasileira de Pós-Colheita de Grãos, 6., 2014. Maringá. **Anais**. Abrapós: Londrina 2014. p. 200-206.

KEPLER WEBER. Tecnologia em limpeza. Disponível em: [http://www.kepler.com.br/armazenagem/cooperativa/maquinas\\_com\\_caixa\\_de\\_peneiras\\_aberta](http://www.kepler.com.br/armazenagem/cooperativa/maquinas_com_caixa_de_peneiras_aberta). Acessado em 22/08/2016.

LUSTOSA, P. R.; ZANUNCIO, J. C.; GERMANO, L. D. L.; PICANÇO, M. Qualidade da sementes e senescência de genótipos de soja sob dois níveis de infestação de percevejos (Pentatomidae). **Pesquisa Agropecuária brasileira**, Brasília, n. 8, p. 1347-1351, ago. 1999.

MANDARINO, J.M.G. Grãos verdes: influência na qualidade dos produtos à base de soja - série sementes. Londrina: **Embrapa soja**, 2012. 5p. (Embrapa soja. Circular Técnica, 90).

MARCANDALLI, L. H.; LAZARINNI, E.; MALASPINA, I. C. Épocas de aplicação de dessecantes na cultura da soja: Qualidade fisiológica de sementes. **Revista brasileira de Sementes**, n. 2, p. 241-250, 2011.

OLIVEIRA, A.; SILVEIRA, J. M. F.; ALVIM, A. M. Cartagena protocol, biosafety and grain segregation: the effects on the soybean logistics in Brazil. **Journal of Agricultural Research and Development**, v. 2(1), p. 17-30, mar. 2012.

- PARIZZI, F.C. Curso de classificação e análise de grãos, 23. 2004, Viçosa, MG. **Apostila**. Viçosa: Centreinar, 2009. 131p.
- PINTO, T. L. F.; MONDO, V. H. V.; GOMES-JUNIOR, F. G.; CICERO, S. M. Análise de imagem na avaliação de danos mecânicos em sementes de soja. **Pesquisa Agropecuária Tropical**, Goiânia, n. 3, p. 310-316, jul./set. 2012.
- RANGEL, M. A. S.; MINUZZI, A.; PIEREZAN, L.; TEODÓSIO, T. K. C.; ONO, F. B.; CARDOSO, P. C. Presença e qualidade de sementes esverdeada de soja na região sul do Estado do Mato Grosso do Sul. **Acta Scientiarum. Agronomy**, Maringá, n. 1, p.127-132, 2011.
- RIBEIRO, D. M.; CORRÊA, P. C.; FURTADO, B. F.; GONELI, A. L. D.; RESENDE, O. Propriedades mecânicas dos grãos de soja em função do teor de água. **Engenharia Agrícola**, Jaboticabal, n. 2, p. 493-500, 2007.
- SINNECKER, P.; BRAGA, N.; MACCHIONE, L. A.; LANFER-MARQUEZ, U.M. Mechanism of soybean (*Glycine max* L. Merrill) degreening related to maturity stage and postharvest drying temperature. **Postharvest Biology and Technology**, v. 38, p. 269-279. 2005.
- SILVA, F. S.; CORRÊA, P. C.; JUNIOR-CALIL, C.; GOMES, F. C. Ângulo de repouso, atrito interno e efetivo de grãos de café com pergaminho. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande, n.1, p. 17-23, 2006.
- SOARES, T. A.; BIAGGIONE, M. A.; FRANÇA NETO, J. B. Análise de acidez como índice de qualidade em grãos de soja. **Energia Agricultura**, Botucatu, n.1, p. 91-102, 2005.
- SMANIOTTO, T. S.; RESENDE, O.; MARÇAL, A.K. A. F.; OLIVEIRA, D. E. C.; SIMOM, G.A. Qualidade fisiológica das sementes de soja armazenadas em diferentes condições. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, Campina Grande, n. 4, p. 446-453, 2014.
- SIQUEIRA, V. C.; RESENDE, O.; CHAVES, T. H. Shape and size of jatropha beans (*Jatropha curcas* L.) during drying at different temperatures. **Revista Ceres**, Viçosa, n.6, p.820-825, 2013.
- USDA - UNITED STATES DEPARTMENT OF AGRICULTURE. **Inspecting Grain-Practical Procedures for Grain Handlers**. Washington, DC: USDA, 2009. 90p.
- VURSAVUŞ, K.; ÖZGÜVEN, F. Mechanical behavior of apricot pit under compression loading. **Journal of Food Engineering**, Londres, n. 2, p. 255-261, 2004.

ZORATO, M. F.; PESKE, S. T.; TAKEDA, C.; FRANÇA NETO, J. B. Presença de sementes esverdeadas em soja e seus efeitos sobre seu potencial fisiológico. **Revista Brasileira de Sementes**, n.1, p. 11-19. 2007.

WHITAKER, T. B. Standardisation of micotoxin sampling procedures: an urgent necessity. **Food Control**, Raleigh, v. 14, p. 233-237, 2003.

## CAPÍTULO II

### COMPARAÇÃO ENTRE EQUIPAMENTOS DE HOMOGENEIZAÇÃO E REDUÇÃO DE AMOSTRAS DE GRÃOS DE SOJA EM UNIDADES ARMAZENADORAS

#### Resumo

A qualidade da soja e de seus derivados é determinante para a expansão da participação de mercado pelas crescentes exigências dos consumidores. A avaliação da qualidade da matéria-prima, a amostragem e o preparo da amostra de trabalho são de grande importância na exportação de grãos e derivados. No mercado de grãos, especialmente no Brasil, são utilizados os mais diversos equipamentos para homogeneização e diluição das amostras de trabalho. Assim, o objetivo deste trabalho foi analisar o desempenho de equipamentos utilizados para homogeneização e diluição de amostras para classificação de grãos de soja em unidades armazenadoras. Foi previamente preparada uma amostra com 8% de grãos avariados, utilizando soja de tegumento amarelo e tegumento preto (avariados). As amostras foram homogeneizadas e diluídas nos equipamentos balde, caixote, Boerner, quarteador multicanal de 16:1 e quarteador multicanal 4:1, até obter uma massa mínima de 0,125 kg para determinação do nível de grãos avariados. O delineamento utilizado foi o inteiramente casualizado com cinco tratamentos correspondentes aos homogeneizadores e uma diluição de 8% de grãos avariados com massa mínima de 0,125 kg em nove repetições. As avaliações foram submetidas à ANOVA-Analysis of Variance, as médias dos tratamentos foram avaliadas entre si pelo teste Tukey e a média da amostra original (8%), pelo teste t de Student. Os equipamentos Boerner, quarteador multicanal 16:1 e multicanal 4:1 foram semelhantes na homogeneização e redução da amostra de grãos de soja. Os equipamentos caixote e

balde apresentaram o pior desempenho na homogeneização dos grãos por comprometerem o resultado da análise qualitativa do produto.

**Palavras chaves:** Homogeneizadores; padrão oficial, qualidade, classificação.

#### Abstract

The soybeans and its byproducts quality are mandatory for soybean expansion in market due to the increasing consumer requirements. The quality evaluation of the raw material, the sampling, and its preparation are greatly important for soybean grain and byproducts exportation. In the grain market, especially in Brazil, the most diverse equipment for the homogenization and dilution of the working samples are used. Thus, this paper aims to analyze the equipment's performance used for samples' homogenization and dilution for soybean classification at storage units. Sample composed by 8% damaged soybean grains presenting yellow and black tegument was prepared previously. Samples were homogenized and diluted in bucket, crate, Boerner, 16:1 multichannel splitter, and 4:1 multichannel splitter until to reach a minimum mass of 0.125 kg to determine the damaged grain level. The used design was completely randomized with five treatments, corresponding to the homogenizers and one dilution of 8% damaged grains with a minimum mass of 0.125 kg in nine replicates. Evaluations were submitted to Analysis of Variance (ANOVA) and the treatment means compared by Tukey test ( $p \leq 0.5$ ) and the original sample average (8%) was evaluated by Student t test. The Boerner, 16:1 multichannel splitter, and 4:1 multichannel splitter equipment were similar in the homogenization and reduction of the soybean sample. The crate and bucket equipment showed the worst performance in the grain homogenization because they compromise the result of the product qualitative analysis.

**Keywords:** Homogenizers; official standard, quality, classification.

## 2.1 INTRODUÇÃO

Ao longo dos anos, a soja tem se destacado como a principal cultura do Brasil (Almeida et al., 2015; Carvalho et al., 2017). É a cultura de maior extensão de área cultivada (Trautmann et al., 2014) e maior expressão econômica, gerando divisas e desenvolvimento nas diversas regiões de cultivo (Freitas, 2011). Na safra 2016/17, a

previsão de volume de soja a ser produzido é responsável por 48% da produção total de grãos no País (CONAB, 2017), o que coloca o Brasil como o segundo maior produtor (Figueiredo et al., 2014; Almeida et al., 2015) e maior exportador de soja (USDA, 2017).

Existem vários elementos que, somados, formam a competitividade global e determinam a capacidade de o País produtor de soja se manter ou expandir a capacidade de participação no mercado mundial. Entre estes elementos, podem-se citar a competitividade de preços, a logística, a política de câmbio, a tecnologia adotada e a qualidade dos produtos (Sampaio, 2012).

A avaliação da qualidade dos grãos, verificando os defeitos da soja, permite caracterizar os atributos, os níveis de grãos avariados e também determinar o uso em função das necessidades de cada cadeia alimentar associada (Lorini, 2016).

Whitaker et al. (2011) descrevem que o processo de detecção de toxina é complexo e consiste de três etapas fundamentais: retirar a amostra do lote, preparar o material e retirar subamostras para análises assim como o processo de quantificação (análise). Há uma semelhança no processo para classificação de grãos de soja, que também apresenta três etapas distintas: a amostragem representativa dos grãos de um lote, a homogeneização e a diluição satisfatória em subamostras, que serão destinadas à classificação (análise), conforme parâmetros estabelecidos na Instrução Normativa nº 11/2007 e Instrução Normativa nº 37/2007, do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (BRASIL, 2007a; 2007b).

Em uma análise, a amostra deve ser obtida de modo que todos os grãos que compõem o lote tenham a mesma oportunidade de serem selecionados (Whitaker, 2003). Para isso, na etapa de homogeneização e diluição, é fundamental (Mallmann, 2009) a utilização de equipamentos que mantenham as características fidedignas, mesmo em menores proporções, para a análise dos atributos do lote.

Segundo a norma da International Standard Organization (ISO, 2009), a amostra composta deve ser completamente homogeneizada antes de qualquer procedimento de divisão destinado à análise, estabelecendo que a divisão de amostra de trabalho sem homogeneização prévia resulta em amostras não representativas do lote original.

Na Argentina e nos Estados Unidos, para a homogeneização e diluição das amostras, deve ser utilizado o equipamento do tipo Boerner ou similar, que produza resultados semelhantes (SENASA, 2009; USDA, 2009). Já a Comissão de Grãos do

Canadá estabelece que o único homogeneizador e divisor autorizado para uso em transações comerciais é do tipo Boerner (CANADÁ, 2016), sendo a norma mais exigente em relação à recomendação de equipamentos para amostragem e preparo de amostras de grãos.

No Brasil, a Instrução Normativa MAPA 29/2011 (BRASIL, 2011) recomenda, como requisito obrigatório para atender a certificação de unidades armazenadoras, que se tenha um sistema de homogeneização, sem discriminar qual deve ser o equipamento. A IN MAPA n° 11/2007 (BRASIL, 2007a) estabelece que a amostra destinada à classificação deve ser homogeneizada e reduzida pelo quarteamento, mas não cita quais equipamentos seriam recomendados.

Isso abre precedentes para utilização de equipamentos com eficiência questionável, que permitam a interferência e a manipulações dos operadores, o que pode comprometer a relação comercial imparcial entre as partes, especialmente na recepção de grãos em unidades armazenadoras, já que o produto oriundo de lavouras apresenta alta heterogeneidade (Wagner & Esbensen, 2014).

A IN MAPA 54/2011 aprova os requisitos e critérios para credenciamento, junto ao CGC/MAPA, de pessoas jurídicas aptas a executar serviços de classificação de produtos vegetais, estabelecendo a utilização obrigatória de equipamentos adequados e compatíveis com as atividades executadas. Tais equipamentos devem estar aferidos, calibrados e em perfeito estado de conservação. Para os procedimentos de amostragem, a Norma estabelece a obrigatoriedade de utilização de homogeneizador e de quarteador com no mínimo 16 canais”

Nas transações comerciais, observa-se a utilização para homogeneização de amostras dos mais variados modelos como o balde, que armazena a amostra após a coleta e promove a mistura com as próprias mãos e os caixotes de madeira de diversas medidas, nos quais o operador promove a mistura da amostra com as mãos ou auxílio de pequena pá metálica. São utilizados também o homogeneizador tipo Boerner, que promove a homogeneização e a diluição da amostra, e os quarteadores multicanais, que variam com a necessidade do número de passadas necessárias.

Entretanto, para as demais situações nas quais os produtos vegetais são classificados, principalmente nas operações de compra e venda feitas no âmbito privado, os materiais e equipamentos utilizados na amostragem não estão oficialmente regulamentados. Mas estes equipamentos podem e devem ser exigidos, aperfeiçoando

os contratos de comercialização da soja e a inserção em manuais operacionais das unidades armazenadoras.

Diante o exposto, o objetivo neste estudo foi analisar o desempenho de equipamentos utilizados para homogeneização e diluição de amostras para a classificação de grãos de soja em unidades armazenadoras.

## 2.2 MATERIAIS E MÉTODOS

As amostras foram preparadas no Laboratório de Pós-Colheita de Produtos Vegetais do IF Goiano - *Campus* Rio Verde, GO, e na Unidade Armazenadora da Caramuru Alimentos, município de Rio Verde, GO.

Para simulação de grãos avariados, foram utilizadas amostras de soja com tegumento preto, com teor de água de 10,7% (b.u), que foram adicionados às amostras de produto com tegumento amarelo, com teor de água de 11,2% (b.u), conforme método ASAE (2003) (Figura 1).

Foi avaliada a massa específica aparente da soja com tegumento amarelo e com tegumento preto. Para determinação da massa específica aparente, foi utilizado um recipiente de volume conhecido (1 L), preenchido com os grãos das duas cores de tegumento em diferentes lotes, numa altura de queda fixa de 0,225 m. Após o preenchimento e a pesagem, determinou-se a massa específica aparente por meio da relação da massa (kg) e volume ( $m^3$ ) em balança semianalítica. Os resultados apresentados foram  $751,7 \pm 1,90 \text{ kg m}^{-3}$  e  $748,7 \pm 4,96 \text{ kg m}^{-3}$  para soja amarela e preta, respectivamente.

Foi adotado o procedimento de uniformização e padronização do tamanho dos grãos, pela passagem das amostras de soja com tegumento preto e amarelo por peneira de crivos circulares com diâmetro de 7,0 mm.



Figura 1. Amostras de grãos de soja com tegumento preto (A) e com tegumento amarelo (B).

As amostras de soja foram preparadas previamente no nível de 8% de grãos avariados, representados por soja com tegumento preto.

Foram preparados incrementos (amostra simples), tomando a proporção de soja com tegumento amarelo e com tegumento preto, tendo essas amostras sido inseridas em um calador composto de 2,10 m de comprimento, com um estágio de abertura.

O calador era composto por 14 aberturas, com capacidade de 0,9 kg de soja. Para o enchimento com os grãos, o calador foi colocado na posição vertical com as aberturas fechadas e inseridas pela parte superior as amostras proporcionalmente, intercalando uma quantidade de massa de soja com tegumento preto e outra com tegumento amarelo. Para obter o nível de 8% de grãos avariados, foram inseridos 0,072 kg de soja com tegumento preto e 0,826 kg de soja com tegumento amarelo, divididos em 14 partes, correspondendo ao número de aberturas do calador.

Posteriormente, o calador manual composto foi descarregado diretamente em um balde. Cada calador descarregado foi considerado um incremento (um ponto de amostragem). Para cada repetição, foi feita uma sequência de onze incrementos para simular 11 pontos de amostragem, conforme estabelecido na IN do MAPA nº 11/ 2007 (BRASIL, 2007a), obtendo-se uma amostra composta de 9,9 kg.

Para a avaliação do nível de grãos avariados (soja com tegumento preto), utilizou-se uma massa mínima de 0,125 kg, conforme IN MAPA nº 11/ 2007. Para cada equipamento testado, foram feitas nove repetições.

Em seguida, estas amostras foram homogêneas e diluídas em cinco equipamentos: balde com capacidade de 12 kg, caixote de madeira com dimensões de 0,4 m de largura x 0,6 m de comprimento e 0,2 m de altura, homogêneo tipo Boerner, quarteador multicanal 16 x 1, quarteador multicanal 4 x 1 (Figura 2).



Figura 2. Ilustração dos equipamentos avaliados para homogeneização e diluição de amostras: (A) balde; (B) caixote de madeira; (C) homogeneizador tipo Boerner; (D) quarteador multicanais redutor 16:1 e (E) quarteador multicanais redutor 4:1.

O quarteador multicanais redutor 16:1 tem as dimensões de 0,32m de largura, 0,6m de comprimento por 1,20 de altura. Consiste na montagem de quatro pequenos quarteadores (estágios), um abaixo do outro, desde a moega de descarga do equipamento (Figura 3A). O primeiro e o terceiro quarteadores têm 12 canaletas (seis para a amostra e seis para o descarte) com espessura média de 25,39mm; e o segundo e quarto quarteadores têm 11 canaletas (seis para o descarte e cinco para a amostra) com espessura média de 25,30mm e dimensões maiores das canaletas laterais de 39,18mm. Com a abertura da moega, o produto atravessa o primeiro quarteador, sendo parte destinada à amostra e parte descartada e, assim, sucessivamente até a subdivisão para o recipiente da amostra de trabalho e a outra parte, de maior volume, para o descarte (Figura 3 A).

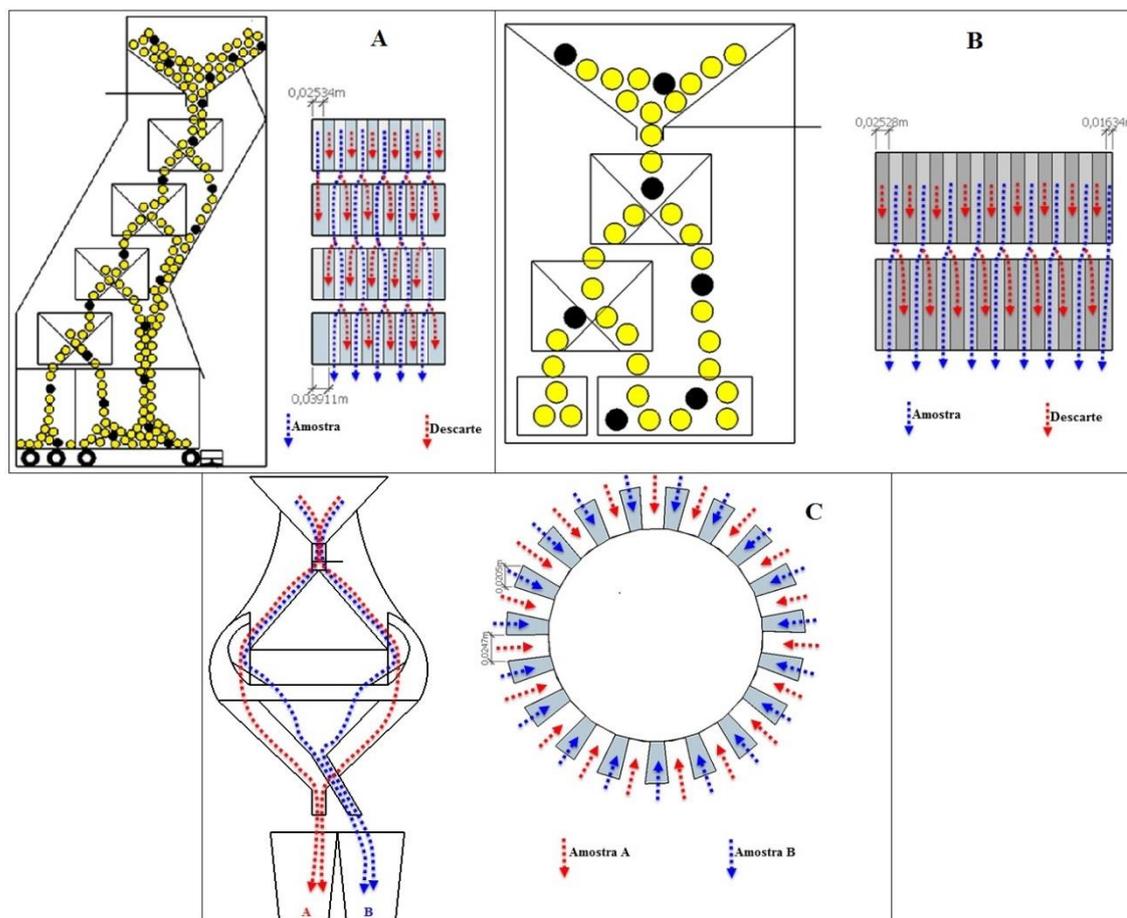


Figura 3. Esquema de homogeneização, diluição e dimensões de canaletas do quarteador de dezesseis canais (A); quarteador de quatro canais (B) e homogeneizador Boerner (C).

Os quarteador multicanais redutor 4:1 apresenta dimensão de 0,45 m de largura, 0,41 m de comprimento e 0,64 m de altura e consiste na montagem de dois quarteadores menores (estágios) sobrepostos, sendo o primeiro quarteador formado por 18 canaletas (nove destinadas para a amostra com espessura média de 25,25 mm, com uma canaleta na lateral com espessura de 16 mm, e também nove canais destinados para o descarte com espessura média de 25,25 mm), conforme ilustrado na Figura 3B. Este primeiro quarteador reduz e leva parte da amostra para descarte, e a amostra passa em um segundo quarteador com 17 canaletas (9 canaletas para a amostra e 8 para descarte), que também divide os grãos, sendo parte destinada para descarte e a outra para amostra de trabalho. Neste equipamento, é necessário passar mais de uma vez para redução da amostra de trabalho.

O homogeneizador tipo Boerner apresenta uma moega para colocação da amostra, que tem um registro que se abre quando se quer fazer a operação de homogeneização. Os grãos passam por um funil e caem aleatoriamente em um cone

invertido que redistribui estes grãos em um diâmetro de 0,36 m, composto por um conjunto de canaletas internas com dimensão de 20,5 mm, e em canaletas externas de 24,7 mm, que são direcionadas para os funis interno e externo, sendo as amostras armazenadas em recipientes. São necessárias no mínimo duas homogeneizações (CANADA, 2016) e só depois são feitas as diluições. São necessárias várias passagens dependendo da massa final da amostra de trabalho (Figura 3C).

A Figura 4 apresenta a sequência de procedimentos para homogeneização e preparação das amostras dos grãos de soja.

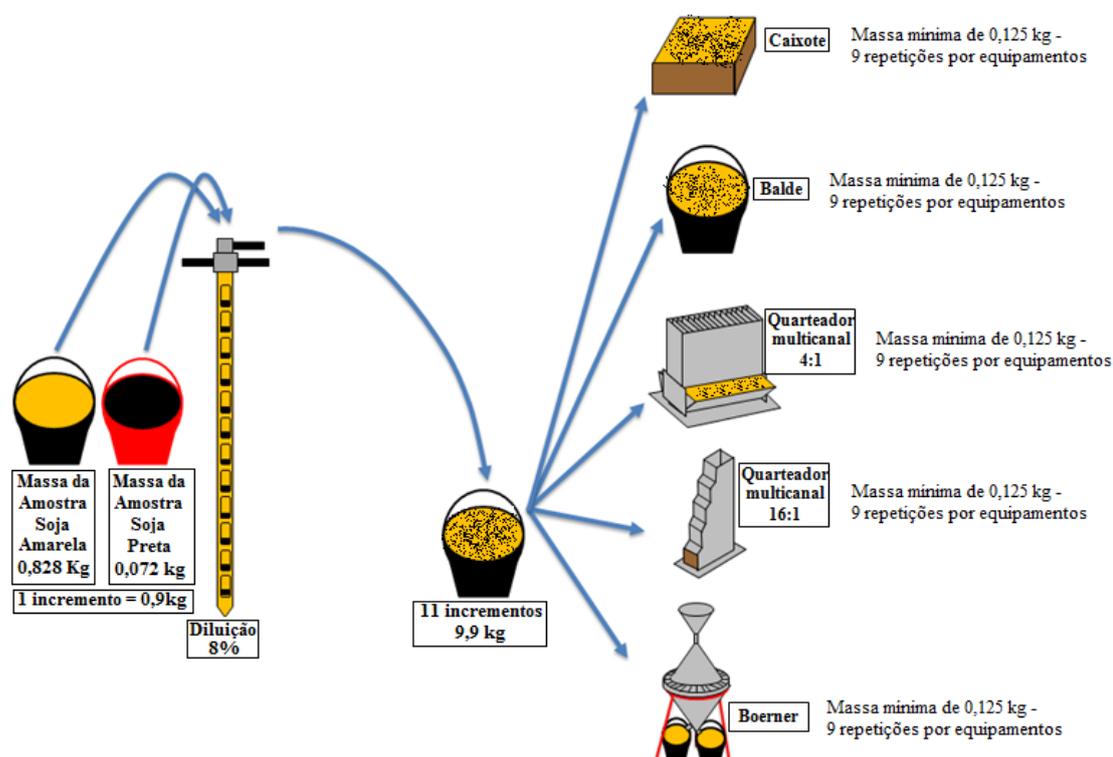


Figura 4. Representação esquemática dos procedimentos de uma repetição para a homogeneização dos grãos de soja.

Para o homogeneizador tipo Boerner e quarteadores multicanais redutores 4:1 e 16:1, cada amostra foi passada uma vez para homogeneização e depois a amostra foi dividida em três partes iguais e colocadas em baldes. Cada balde foi considerado uma repetição do equipamento. Estas amostras foram passadas no equipamento homogeneizador até ser obtida a diluição para massa de no mínimo de 0,125 kg, conforme IN MAPA nº 11/ 2007, coletando-se três repetições para cada equipamento e cada repetição com três subamostras que foram identificadas, totalizando nove repetições por equipamento.

Para a homogeneização no balde, cada repetição foi homogeneizada manualmente sempre pelo mesmo operador, no próprio recipiente, e foram retiradas de cada repetição três subamostras, totalizando também 9 repetições de no mínimo 0,125 kg. Para o caixote, a amostra foi homogeneizada sempre pelo mesmo operador com auxílio de objeto côncavo com dimensões de 0,012 m x 0,006 m e em bixel com 0,002 m de profundidade. Essa homogeneização foi feita por meio de movimentos horizontais nos sentidos longitudinal e transversal do caixote. Após a homogeneização, as amostras foram retiradas com auxílio de um objeto côncavo, pesadas e identificadas.

Após a homogeneização, as amostras de trabalho com no mínimo 0,125 kg conforme IN 11 MAPA/2007 foram analisadas quanto à porcentagem de grãos avariados (tegumento preto)

As avaliações foram feitas em delineamento inteiramente casualizado, sendo cinco tratamentos correspondentes aos homogeneizadores (balde, caixote, Boerner, quarteador multicanais redutor 16:1, quarteador multicanais redutor 4:1) e uma diluição (8% de grãos avariados), com massa de grãos mínima na amostra de trabalho de 0,125 kg, em nove repetições. Os resultados foram comparados com a amostra original previamente preparada de 8%.

Os resultados das avaliações foram submetidos à análise de variância (ANOVA) e ao teste de F. As médias dos tratamentos (equipamentos) foram comparadas entre si pelo teste Tukey e com a média original da amostra (8%) pelo teste *t* de student bicaudal.

## 2.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Tabela 1 apresenta as porcentagens de grãos avariados coletadas após a homogeneização nos diversos equipamentos avaliados para homogeneização e divisão de amostras.

Tabela 1. Médias, coeficiente de variação e p-valor pelo teste “*t*” para grãos avariados (% soja preta) coletados nas amostras após a homogeneização nos diversos equipamentos avaliados.

Tratamento	Médias	C.V.(%)	Teste <i>t</i> (p-valor).
Balde	5,87 b	7,70	0,0000**
Caixote	5,79 b	14,78	0,0001**
Boerner	7,89 a	10,38	0,690
Multicanais 16:1	8,29 a	5,09	0,079
Multicanais 4:1	8,37 a	11,30	0,283

Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem entre si a 5% de significância pelo teste de Tukey.

C.V.: Coeficiente de variação; (p-valor) relativo ao teste “*t*”.

\*\* Contraste em relação à média original (8%), significativos ao nível de 1% de probabilidade pelo teste *t*.

Nota-se que as médias aferidas no caixote e no balde não diferiram entre si em relação ao número de grãos avariados pelo teste de Tukey a 5% de significância e apresentaram maiores discrepâncias em relação à amostra original preparada de 8% de grãos avariados, ambas subestimando o valor real. Pelo teste *t*, estes dois equipamentos apresentaram médias que diferiram da média original e preparada de grãos avariados de 8%, ao nível de 1% de significância (Tabela 1).

O balde e o caixote não apresentaram resultados satisfatórios para a homogeneização e para a diluição das amostras de grãos avariados, sendo extremamente dependentes do manuseio e até mesmo podendo haver tendenciosidades, mesmo que involuntárias, dos operadores durante a homogeneização e coleta da amostra de trabalho, o que pode acarretar vieses nas estimativas.

O homogeneizador tipo caixote foi o que apresentou o maior CV entre os equipamentos utilizados no experimento. Já os equipamentos balde e quarteador 16:1 apresentaram menores coeficientes de variação. No entanto, o balde também mostrou média substancialmente menor em relação à original de 8%, e os equipamentos Boerner e quarteador 4:1 apresentaram CV de 10,38% e 11,30%, respectivamente, e médias mais satisfatórias em relação ao valor original de 8%, mostrando-se mais adequados nas operações de homogeneização e diluição.

As menores percentagens de grãos avariados apresentados pelo balde e pelo caixote indicam que podem ocasionar prejuízo para as partes envolvidas na comercialização, quando utilizados para a homogeneização e diluição de grãos, mesmo utilizando o tamanho de amostra recomendado pela IN MAPA 11/2007 (BRASIL, 2007a).

A maior diferença em relação à amostra original de 8,0% de grãos avariados foi para o equipamento caixote (5,79%), que representa 27,66% de distorção, seguido, pelo balde (5,87%), com distorção de 26,65% em relação à média esperada.

Tais resultados eram esperados e mostram a ineficácia de utilização, nos procedimentos de homogeneização e redução da amostra composta, de métodos que privilegiam a interferência no manuseio pelo operador, sujeito às condições do ambiente de trabalho, ao cansaço físico durante a jornada de trabalho e à subjetividade pela forma de movimentação da massa de grãos e coleta da amostra, em detrimento da

representatividade da amostra de trabalho, que será utilizada na determinação da qualidade do lote original.

Os equipamentos Boerner, quarteador multicanal 16:1 e o quarteador multicanal 4:1 não apresentaram diferença entre si pelo teste de Tukey ao nível de 5% de significância e também não diferiram de média original preparada de 8% de grãos avariados pelo teste *t* ao nível de 5% de significância. Além disso, estes equipamentos foram os que mais se aproximaram da média original preparada, de 8% (Tabela 1).

Apesar de não haver diferença entre o homogeneizador Boerner e os quarteadores multicanais de 16:1 e de 4:1, o equipamento Boerner apresentou menor afastamento da média da amostra original (8,0%), apesar de apresentar menor CV que o quarteador multicanal 4:1. Considerando duas casas decimais, houve diferença de 1,43% para o Boerner e de 3,62 % e 4,58 % para os quarteadores multicanais de 16:1 e 4:1, respectivamente (Tabela 1). O Boerner foi o equipamento que apresentou o menor afastamento e, como os equipamentos multicanal 16:1 e multicanal 4:1, também não apresentou diferença significativa ( $P \leq 0,05$ ) pelo teste *t* em relação à média originalmente preparada e esperada. O homogeneizador Boerner tem sido o preferido para utilização em diversos trabalhos científicos (Al-Mahasneh et al., 2007; Fonseca, 2002).

O homogeneizador e divisor de amostra tipo Boerner é o único equipamento aprovado para homogeneização e divisão de amostras pela Canadian Grain Commission (CANADA, 2016; GTA, 2015). Na norma ISO 24333 (ISO, 2009), a indicação não é exclusiva do homogeneizador tipo Boerner, sendo também indicado para grãos o quarteador de ferro (superfície), divisores tipo quarteador (múltiplas ranhuras) com o mínimo de 18 canais, e também o divisor mecânico centrífugo para pequenas amostras.

A RY 1075/94 norma XXII (SENASA, 1994) da Argentina recomenda que se deve utilizar para homogeneização e divisão da amostra, o equipamento tipo Boerner ou um similar que produza resultado semelhante. O United States Department of Agriculture (USDA, 2009) recomenda a utilização do divisor e homogeneizador de amostras tipo Boerner ou qualquer outro dispositivo que forneça resultado equivalente ao reduzir a amostra em tamanho e grau de precisão requerido.

A IN MAPA nº 29/2011 (BRASIL, 2011) estabelece que todas as unidades armazenadoras devem apresentar para sua certificação um sistema de homogeneização. Além disso, as Instruções Normativas vigentes no BRASIL descrevem que as amostras deverão ser homogeneizadas e quarteadas (BRASIL, 2004; BRASIL, 2007a; BRASIL,

2011). No entanto, nenhuma destas Instruções estabelece os equipamentos adequados para esta operação comercial, apenas a IN MAPA 54/2011 para as operações nas quais é obrigatória a classificação oficial.

Em relação ao uso dos equipamentos que exigem menores interferências dos operadores (homogeneizador Boerner e quarteadores multicanal 4:1 e multicanal 16:1), o Boerner demanda maior número de passagens da mesma amostra até atingir a massa de trabalho exigida, também necessita de maior tempo para homogeneização e emite elevado nível de ruídos na sala de operação.

Já o quarteador multicanal 4:1 exige maior número de passagens em relação ao multicanal 16:1, já que também torna o trabalho mais lento do que este. No entanto, ambos os quarteadores apresentam nível de ruído suportável, sendo ainda menor para o multicanal 16:1, que exige menor número de passagem de acordo com o tamanho da amostra de trabalho utilizada, sendo, consequentemente, o equipamento que gasta menor tempo no preparo da amostra.

## 2.4 CONCLUSÃO

Os homogeneizadores e diluidores do tipo Boerner, quarteador multicanal 16:1 e quarteador multicanal 4:1 são semelhantes na redução e homogeneização de amostras de grãos de soja, utilizando o tamanho de amostras estabelecido pela IN MAPA 11/2007.

Para as operações comerciais, recomenda-se a utilização dos equipamentos tipo Boerner e quarteadores multicanais com diluições de 4:1 e também 16:1.

Os equipamentos caixote e balde apresentaram desempenho não satisfatório em relação à amostra original de 8% de grãos avariados e não são adequados para a homogeneização e redução de amostras de grãos por comprometerem o resultado da análise qualitativa do produto.

## 2.5 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AL-MAHASNEH, A. M.; RABABAH, T. M. Effect of moisture content on some physical properties of green wheat. **Journal of Food Engineering**, n. 79, p. 1467-1473, 2007.

ALMEIDA, M. S.; AMARAL, M.; MORABITO, R. Um estudo sobre a localização de terminais intermodais na rede de escoamento da soja. **Production**. São Carlos, UFSC, mai. 2015. 9p.

ASAE – American Society of Agricultural Engineers. **ASAE Standards**. ASAE S352.2, 2003, P. 593.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 29, de 8 de junho de 2011. Aprova os requisitos técnicos obrigatórios e recomendados para certificação de unidades armazenadoras. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília, 8 de jun. 2011, nº 15, Seção 1, p. 12-32.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 60, de 22 de dezembro de 2011. Estabelece o Regulamento Técnico do Milho. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília, 23 dez. 2011, nº 246, Seção 1, p. 3-5.

BRASIL. Ministério da Agricultura, pecuária e abastecimento. Instrução Normativa n 54, de 24 de novembro de 2011. Aprova os requisitos e prazos para autorizar credenciamento para serviços de classificação de produtor vegetais, **Diário Oficial da Republica Federativa do Brasil**, Brasília, 24 de nov. nº 54, Seção 1, p. 5 e 6.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 11, de 15 de maio de 2007. Estabelece o Regulamento Técnico da soja. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília, 16 mai. 2007a, nº 93, Seção 1, p. 13-15.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 37, de 27 de junho de 2007. Altera a Instrução Normativa n. 11, de 15 de maio de 2007. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília, 30 jul. 2007b, nº 145, Seção 1, p. 9.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 15, de 9 de junho de 2004. Estabelece os requisitos e procedimentos para certificação das condições higiênico-sanitárias da soja em grãos destinados a comercialização interna, à exportação e importação. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília, 11 jun. 2004, nº111, Seção 1, p. 8.

CANADA. 5. Canadian Grain Commission approved sample dividing equipment. Disponível em: <<http://www.grainscanada.gc.ca/quality-qualite/sg-eg-eng.htm>>. Acesso em 24 fev. 2016.

CARVALHO, I. R.; NARDINO, M.; DEMARI, G. H.; SZARESKI, V. J.; FOLLMANN, D. N.; PELEGRIN, A. J.; FERRARI, M.; OLIZOTO, T.; BARBOSA,

M. H.; OLIVEIRA, A. C.; MAIA, L. C.; SOUZA, V. Q. Relations among phenotypic traits of soybean pods and growth habit. **African Journal of Agricultural Research**, v. 12, n. 6, p. 450-458, Fev. 2017.

CONAB-COMPANHIA NACIONAL DE ABASTECIMENTO. **Acompanhamento da safra Brasileira de grãos 2016/17: Décimo levantamento**. Brasília: CONAB, jul. 2017. Disponível em: <<http://www.conab.gov.br>>. Acesso em 29 julho. 2017.

LORINI, I. Qualidade de sementes e grãos comerciais de soja no Brasil – safra 2014/15. Londrina: Embrapa soja, 2016, 190p. il. Color. (Embrapa soja. Documento, 378).

FONSECA, H. Sampling plan for the analysis of aflatoxin in peanuts and corn: um update. **Brazilian Journal of Microbiology**. n. 33, p. 97-105, 2002.

FREITAS, M. C. M. A cultura da soja no BRASIL: O crescimento da produção Brasileira e o surgimento de uma nova fronteira agrícola. **Enciclopédia Biosfera**, Goiânia, v.7, n. 12; p. 1-12, 2011.

GRAIN TRADE AUSTRALIA (GTA) - Technical Guideline Document N° 5 – Static Grain Sampling - Road Truck, Vs. 1, may 2015. Disponível em: <<http://www.graintrade.org.au/grain-industry-code-practice/gta-technical-guidelines>>. Acesso em: 13/04/2017.

INTERNATIONAL STANDARD ORGANIZATION( ISO), ISO 24333-2009, **Cereals end cereal products – Sampling**, CEN, 2009.

MALLMANN, C. A.; VASCONCELOS, T. G.; TYSKA, D.; MARTINS, A. C. . Comparacion da la metodologia analítica y muestreo para micotoxinas. In: XIV Congresso Bienal AMENA, 2009, Puerto Vallarta. XIV Congresso Bienal AMENA - Memórias, 2009.

SAMPAIO, L. M. B.; SAMPAIO, Y.; BERTRAND, J. Fatores determinantes da competitividade dos principais Países exportadores do complexo soja no mercado internacional. **Organizações Rurais & Agroindústrias**, Lavras, v. 14, n.2, p. 227-242, 2012.

SENASA – Serviço Nacional de Sanidade y Calidad Agroalimentaria –, RY 1075/94 Norma XXII, Muestreo em granos, 1994. Disponível em: <http://www.recibidoresdegranos.org/repository/normativas/norma22-en-granos.pdf>. Acesso em: 14/04/2017.

TRAUTMANN, R. R.; LANA, M. C.; GUIMARÃES, V. F.; GONÇALVES, A. C.; STEINER, F. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 38, p. 240-251, 2014.

UNITED STATES DEPARTMENT OF AGRICULTURE. **Inspecting Grain - Practical Procedures for Grain Handlers**. Washington, DC: USDA, 2009. 90p.

USDA - **Oilseed: World Markets and trade nov. 2017**. Disponível em: <https://www.fas.usda.gov/data/oilseeds-world-markets-and-trade> acessado em 04/12/2017.

WAGNER, C.; ESBENSEN, K. H. A critical assessment of HGCA grain sample guide. **Tosforum**, Issue 2. p. 16-21, 2014. Disponível em: [https://www.impublications.com/subs/tosf/v14/S02\\_0016.pdf](https://www.impublications.com/subs/tosf/v14/S02_0016.pdf). Acessado em 30/08/2017.

WHITAKER, T. B. Standardisation of micotoxin sampling procedures: an urgent necessity. **Food control**, Raleigh, v. 14, p. 233-237, 2003.

WHITAKER, T. B. et al. Sampling procedures to detect mycotoxins in agricultural commodities. **New York: springer**, 2011, 58p.

## CAPÍTULO III

### AVALIAÇÃO DO TAMANHO DE AMOSTRAS DE TRABALHO E HOMOGENEIZADORES DURANTE A CLASSIFICAÇÃO DE GRÃOS DE SOJA AVARIADOS

#### Resumo

A determinação da qualidade do lote de soja envolve etapas importantes como a retirada da amostra representativa do lote, a homogeneização e a diluição. A inter-relação entre a amostragem, a homogeneização e o tamanho da amostra de trabalho é fundamental para a fidedignidade da informação gerada para aptidão de uso e dos descontos estabelecidos na comercialização. Assim, o objetivo deste experimento foi analisar o desempenho de homogeneizadores mecânicos utilizados na comercialização de grãos no Brasil, em função do tamanho das massas de amostras de trabalho utilizadas para determinação da qualidade, durante a classificação de grãos de soja, de acordo com diversos níveis de grãos avariados. As amostras foram homogeneizadas e diluídas nos equipamentos Boerner, quarteador multicanal 16:1 e quarteador multicanal 4:1 até se obter uma massa de amostras de trabalho com 0,025 kg; 0,050 kg; 0,075 kg; 0,100 kg e 0,125 kg para determinação do nível de grãos avariados. As avaliações foram feitas em delineamento fatorial 3 x 4 x 5, sendo três tratamentos correspondentes aos homogeneizadores, quatro diluições (4%; 8%; 12% e 16% de grãos avariados) e cinco massas de grãos para trabalho, em três repetições. Os resultados das avaliações foram submetidos à análise de variância, sendo as médias testadas entre si pelo teste Tukey e comparadas com as médias originais das amostras preparadas (4%, 8%, 12% e 16%) pelo teste t de student. Os resultados mostraram que as amostras de trabalho podem ser utilizadas com massas entre 0,025 kg e 0,125 kg para a classificação de grãos de soja

avariados. Os homogeneizadores e diluidores do tipo Boerner, quarteador multicanal 16:1 e quarteador multicanal 4:1 são semelhantes na redução e homogeneização de amostras de grãos de soja para diferentes níveis de grãos avariados (diluições) e tamanhos de amostras.

**Palavras chaves:** Tamanho de amostras, homogeneizadores, amostra de trabalho, grãos avariados, redução de amostra.

#### Abstract

The quality determination of soybean batch involves important stages such as withdrawal of the representative sample, homogenization, and dilution. The interrelation among sampling, homogenization, and the working sample size is essential to the reliability of the information generated for suitability of using and discounts established in the commercialization. Therefore, this work aimed to analyze the performance of mechanical homogenizers used in the commercialization of grains in Brazil, depending on the size of the working sample masses for determining the soybean grain quality during the grain classification, considering the different levels of damaged grains. The samples were homogenized and diluted in Boerner, 16:1 multichannel splitter, and 4:1 multichannel splitter until to reach a mass of 0.025 kg working samples with 0.025 kg; 0.050 kg; 0.075 kg; 0.100 kg, and 0.125 kg for determining the level of damaged grains. Evaluations were carried out in 3x4x5 factorial design, meaning five treatments relative to homogenizers (Boerner, 16:1 multichannel splitter, and 4:1 multichannel splitter), four dilutions (4; 8; 12, and 16% damaged grains), and five grain sample size (0.025; 0.050; 0.075; 0.100, and 0.125 kg) in triplicate. Results of the evaluations were submitted to analysis of variance with means tested among themselves by Tukey test and compared to the original means of prepared samples (4, 8, 12, and 16%) by Student t test. Results showed that working sample may be utilized with mass between 0.025 and 0.125 kg for classifying damaged soybeans grains. The homogenizing and diluents such Boerner type, 16:1 multichannel splitter, and 4:1 multichannel splitter are similar in the reduction and homogenization of soybean samples for different levels of damaged grains (dilutions) and sample sizes.

**Keywords:** Sample size, homogenizers, work sample, defective grains, sample reduction.

### 3.1 INTRODUÇÃO

A soja é uma oleaginosa de grande importância para o setor agroindustrial, alimentação animal, cosméticos, lubrificantes, resinas e biodiesel (Coradi et al., 2016; Pípolo et al., 2015). Os produtos oriundos da industrialização da soja, tanto para os mercados interno como externo, devem atender a especificações contratuais e se sujeitar a deságios (Pípolo et al., 2015). Para atender a estas especificações, a indústria necessita de matéria-prima de qualidade.

A qualidade da soja no recebimento em uma unidade armazenadora ou indústria é de fundamental importância, tendo esta qualidade alta suscetibilidade e dependência ao estresse do ambiente, sendo especialmente susceptível à ocorrência de chuvas, temperaturas e umidade relativa na pré-colheita (Huth et al., 2016) e durante o armazenamento.

Em um contexto regulamentar, a decisão para classificar o lote em aceitável ou inaceitável baseia-se na comparação de concentração da amostra com um limite regulamentar, um padrão (Whitaker, 2006), que pode ser oficial ou específico e, para esta classificação, o plano amostral, os procedimentos e equipamentos utilizados no preparo de amostras são fatores fundamentais.

A eficiência de um plano de amostragem para avaliação da qualidade deve ser avaliada pela variância dos resultados gerados pelos procedimentos de quantificação aplicados (Mallmann et al., 2014). O plano de amostragem envolve desde a retirada da amostra, equipamentos para homogeneização e forma de preparo da amostra de trabalho.

O preparo da amostra, para qualquer que seja a análise, é importante e consiste principalmente em três etapas de trabalho, que são fundamentais: a retirada de amostra do lote, o preparo do material e a retirada de subamostras para análises e o processo de quantificação (análise) (Whitaker, 2011; USDA, 2009). Minimizar os erros nestas categorias é necessário para assegurar melhor precisão no resultado final (USDA, 2017).

A fase de homogeneização e de definição da massa de amostra de trabalho é fundamental (Mallmann, 2009) e devem ser utilizados, nestas tarefas, equipamentos que mantenham as características fidedignas, mesmo se empregados em menores proporções, menores massas de trabalhos para a análise, dos atributos do lote.

FAO (2017) descreve que por mais representativa que for a amostra do produto original, o valor do resultado final dependerá também da acurácia dos equipamentos utilizados bem como da competência dos analistas.

Shotwell et al. (1975) relatam que, se um lote estiver bem misturado (homogeneizado), as partículas contaminadas, seja qual defeito, provavelmente são distribuídas igualmente por toda sua massa, e também Whitaker et al. (2011) afirmam que o tamanho da amostra vai interferir na variabilidade dos resultados e que quanto maior a amostra, menor a variação de efeitos.

Nas etapas do processamento, a amostra deve ser obtida permitindo que todos os grãos que compõem o lote tenham a mesma oportunidade de serem amostrados (Whitaker, 2003), devendo ser garantidas maior aleatoriedade e menor interferência na operação.

Whitaker (2003) afirma que a padronização dos planos de amostragem para detecção de micotoxinas implica o desenvolvimento de um plano de amostragem uniforme para todos os compradores e vendedores de produtos agrícolas, de forma a proteger o consumidor. Verifica-se que esta é também, sensivelmente, uma necessidade para classificação comercial de commodities para todos os nichos de consumidores.

Em grandes lotes, o recolhimento de amostras pode terminar com uma grande quantidade de material. Neste caso, faz-se necessário, para finalizar a amostra (amostra de trabalho), reduzir a quantidade de material de maneira altamente aleatória por meio de equipamentos de subamostragem (homogeneizadores e divisores de amostras) (Fonseca, 2002).

Na classificação de grãos para transações comerciais, são utilizados diversos tipos de equipamentos: o homogeneizador mecânico tipo Boerner, que promove a homogeneização e a diluição da amostra, e os quarteadores multicanais, variam com a necessidade do número de passadas necessárias. Estes necessitam menor interferência direta das mãos do operador do que outros equipamentos utilizados como balde e o caixote.

No Brasil, a Instrução Normativa MAPA 29/2011 (BRASIL, 2011a) recomenda, como requisito obrigatório para atender a certificação de unidades armazenadoras, que se tenha um sistema de homogeneização, sem discriminar qual deve ser o equipamento. A IN MAPA nº 11/2007 (BRASIL, 2007), IN MAPA 60/2011 (BRASIL, 2011b) e IN MAPA 15/2004 estabelece que a amostra destinada à classificação deve ser homogeneizada e reduzida pelo quarteamento, mas não cita

quais equipamentos seriam recomendados e estes equipamentos mecânicos apresentam mais adequados.

Diante do exposto, o objetivo deste estudo foi analisar o desempenho de homogeneizadores mecânicos utilizados na comercialização de grãos no Brasil em função do tamanho das massas de amostras de trabalho utilizadas para determinação da qualidade, durante a classificação de grãos de soja, de acordo com diversos níveis de grãos avariados.

### 3.2 MATERIAIS E MÉTODOS

As amostras foram preparadas no Laboratório de Pós-Colheita de Produtos Vegetais do IF Goiano - Campus Rio Verde, GO e na Unidade Armazenadora da Caramuru Alimentos, município de Rio Verde, GO.

Para simulação de grãos avariados, foram utilizados grãos de soja com tegumento preto (Figura 1A), com teor de água de 10,7% (b.u.), que foram adicionados às amostras de produto com tegumento amarelo (Figura 1B) com teor de água de 11,2% (b.u.) determinados conforme ASAE (2003).

Foi avaliada a massa específica aparente da soja com tegumento amarelo e com tegumento preto. Para a determinação da massa específica aparente, foi utilizado um recipiente de volume conhecido (1 L), preenchido com os grãos das duas cores de tegumento em diferentes lotes, numa altura de queda fixa de 0,225 m. Após o preenchimento e pesagem, foram determinados a massa específica aparente por meio da relação da massa (kg) e o volume ( $m^3$ ) em balança semianalítica. Os resultados apresentados foram  $751,7 \pm 1,90 \text{ kg m}^{-3}$  e  $748,7 \pm 4,96 \text{ kg m}^{-3}$  para soja amarela e preta, respectivamente.

Foi adotado o procedimento de uniformização e padronização do tamanho dos grãos, pela passagem das amostras de soja com tegumento preto e amarelo por peneira de crivos circulares com diâmetro de 7,0 mm.



Figura 1. Amostras de grãos de soja com tegumento preto (A) e com tegumento amarelo (B).

As amostras de soja foram preparadas previamente nos níveis de 4%, 8%, 12% e 16% de grãos avariados, simbolizados pela soja com tegumento preto.

Foram preparados os incrementos (amostras simples), tomando a proporção de soja com tegumento amarelo e com tegumento preto, que foram inseridas em um calador composto de 2,10 m de comprimento, com um estágio de abertura. O calador era composto por 14 aberturas com capacidade total de 0,9 kg de soja. Para o enchimento com os grãos, o calador foi colocado na posição vertical com as aberturas fechadas e foram inseridas pela parte superior as amostras proporcionalmente, intercalando uma quantidade de massa de soja com tegumento preto e outra com tegumento amarelo.

Para obter o nível de 4% de grãos avariados, foram inseridos no calador 0,036 kg de soja com tegumento preto e mais 0,864 kg de soja com tegumento amarelo. Estas massas foram divididas em respectivas proporções necessárias para cada diluição, em 14 partes, o que corresponde ao número de aberturas do calador. As amostras foram inseridas intercaladamente cada uma destas 1/14 avos da parte até completar a massa total de 0,9 kg (Tabela 1).

Tabela 1. Massas de soja (kg) de tegumento amarelo por incremento, massa de soja (kg) com tegumento preto por incremento e massas inseridas para cada abertura do calador manual de 2,10m (14 aberturas), nas diluições com 4%, 8%, 12% e 16% de grãos avariados.

<b>Diluição</b>	<b>4%</b>	<b>8%</b>	<b>12%</b>	<b>16%</b>
Massa de Soja Amarela (kg)	0,8640	0,8280	0,7920	0,7560
Massa de Soja Amarela por Abertura (kg)	0,0617	0,0591	0,0566	0,0540
Massa de Soja Preta (kg)	0,0360	0,0720	0,1080	0,1440
Massa de Soja Preta por Abertura (kg)	0,0026	0,0051	0,0077	0,0103

Massa total (kg)	0,9000	0,9000	0,9000	0,9000
------------------	--------	--------	--------	--------

Para o experimento, foram preparadas 792 amostras de soja com tegumento preto e amarelo, sendo 11 incrementos por repetição, em três repetições para cada um dos cinco equipamentos (média de três subamostras). As amostras foram homogeneizadas e diluídas nos equipamentos estudados em três repetições (média das três subamostras) nos quatro níveis de grãos avariados. Então, foi analisada (classificada) a percentagem de grãos avariados em 540 amostras, que gerou 180 dados analisados (três repetições por equipamento e por diluição), utilizando na preparação em torno de 540 kg de sementes de soja com tegumento amarelo e 60 kg de soja com tegumento preto.

Posteriormente, para cada diluição estudada, o calador manual composto foi descarregado diretamente em um balde. Cada calador descarregado foi considerado um incremento (um ponto de amostragem). Para cada repetição, foi feita uma sequência de onze incrementos, para simular 11 pontos de amostragem, conforme estabelecido na Instrução Normativa do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA) nº 11 de 2007, obtendo-se uma amostra composta de 9,9 kg.

Para a avaliação do nível de grãos avariados (soja com tegumento preto), foram utilizadas as massas para amostra de trabalho de 0,025 kg, 0,050 kg, 0,075 kg e 0,10 kg e também a massa mínima de 0,125 kg, conforme recomendado por (BRASIL, 2007a). Em seguida, as amostras foram homogeneizadas e diluídas em três equipamentos mecânicos: homogeneizador tipo Boerner, quarteador multicanal 16 x 1 quarteador multicanal 4 x 1 (Figura 2).



A

B

C

Figura 2. Ilustração dos equipamentos avaliados para homogeneização e diluição de amostras: (A) homogeneizador tipo Boerner; (B) quarteador multicanais redutor 16:1 e (C) quarteador multicanais redutor 4:1.

O quarteador multicanal redutor 16:1 apresenta as seguintes dimensões: 0,32 m de largura, 0,6 m de comprimento por 1,20 m de altura. O equipamento consiste na montagem de quatro pequenos quarteadores, um abaixo do outro desde a moega de descarga do equipamento (Figura 3A). O primeiro e o terceiro quarteadores têm 12 canaletas (seis para a amostra e seis para o descarte), com espessura média de 25,39 mm; e o segundo e o quarto quarteadores têm 11 canaletas (seis para o descarte e cinco para a amostra), com espessura média de 25,30 mm, e dimensões maiores das canaletas laterais de 39,18 mm. Com a abertura da moega, o produto atravessa o primeiro quarteador, sendo parte destinada à amostra e parte descartada, assim sucessivamente até a subdivisão para o recipiente da amostra de trabalho e a outra parte, de maior volume, para o descarte (Figura 3 A).

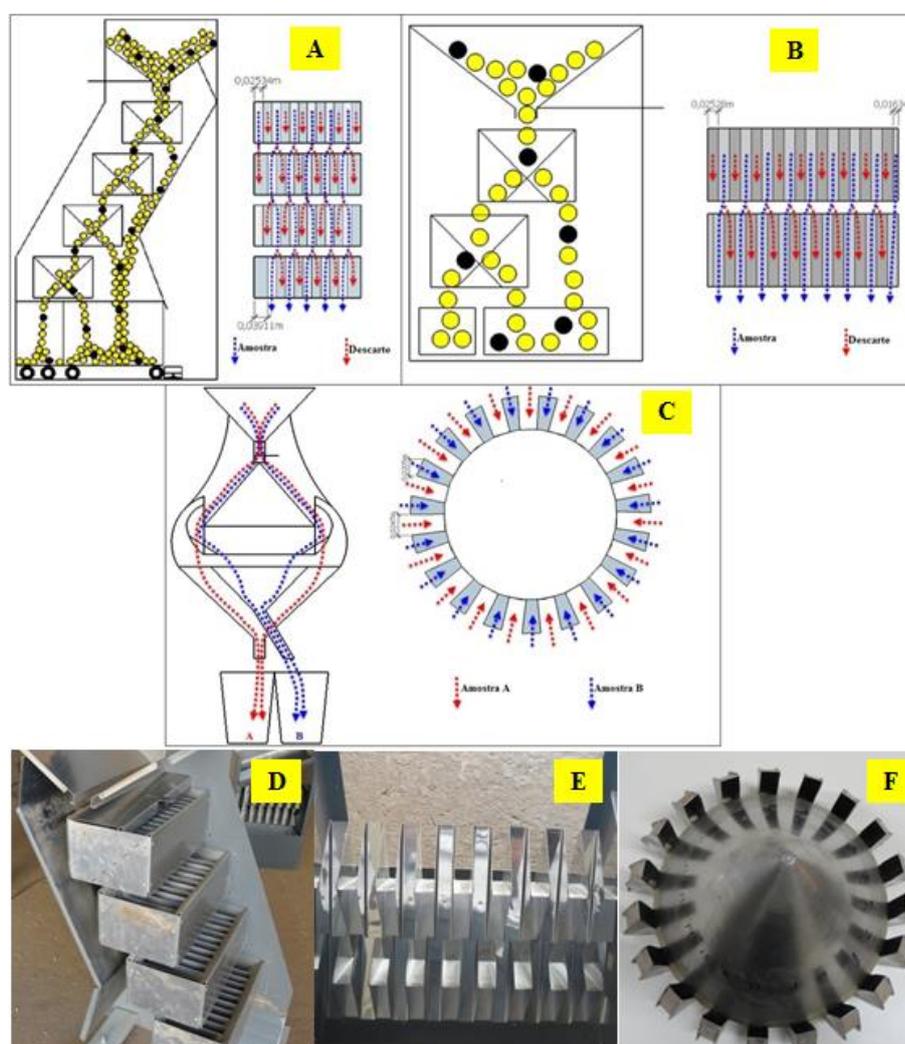


Figura 3. Esquema de homogeneização e diluição dos quarteadores de dezesseis canais (Figura A) e quatro canais (Figura B) e Boerner (Figura C) e as dimensões de canaletas de cada equipamento. A imagem real de cada equipamento é definida, sendo: o quarteador de dezesseis canais (Figura D); o quarteador de quatro canais (Figura E); e o Boerner (Figura F).

O quarteador multicanal redutor 4:1 apresenta dimensão de 0,45 m de largura, 0,41 m de comprimento e 0,64 m de altura e consiste na montagem de dois quarteadores menores (estágios) sobrepostos, sendo o primeiro quarteador formado por 18 canaletas (nove destinadas para a amostra, com espessura média de 25,25 mm, com uma canaleta na lateral com espessura de 16 mm; e também nove canais destinados para o descarte, com espessura média de 25,25 mm), conforme ilustrado na Figura 3B. Este primeiro quarteador reduz e leva parte da amostra para descarte, passando a amostra por um segundo quarteador com 17 canaletas (9 para a amostra e 8 para descarte), que também divide os grãos, sendo parte destinada para descarte e a outra para amostra de trabalho. Neste equipamento, é necessário passar mais de uma vez para redução da amostra de trabalho.

O homogeneizador tipo Boerner apresenta uma moega para colocação da amostra, que tem um registro que se abre quando se quer fazer a operação de homogeneização. Os grãos passam por um funil e caem aleatoriamente em um cone invertido, que redistribui estes grãos em um conjugado com diâmetro de 0,36 m, composto de conjunto de canaletas internas, com dimensão de 20,5 mm e, em canaletas externas de 24,7 mm, que são direcionadas para os funis interno e externo e são armazenados em recipientes. São necessárias, no mínimo, duas homogeneizações (Canada, 2016) e só depois são feitas as diluições. São necessárias várias passagens, dependendo da massa final da amostra de trabalho (Figura, 3C).

Os resultados foram comparados com a amostra original previamente preparada. A Figura 4 apresenta a sequência de procedimentos para homogeneização dos grãos de soja.

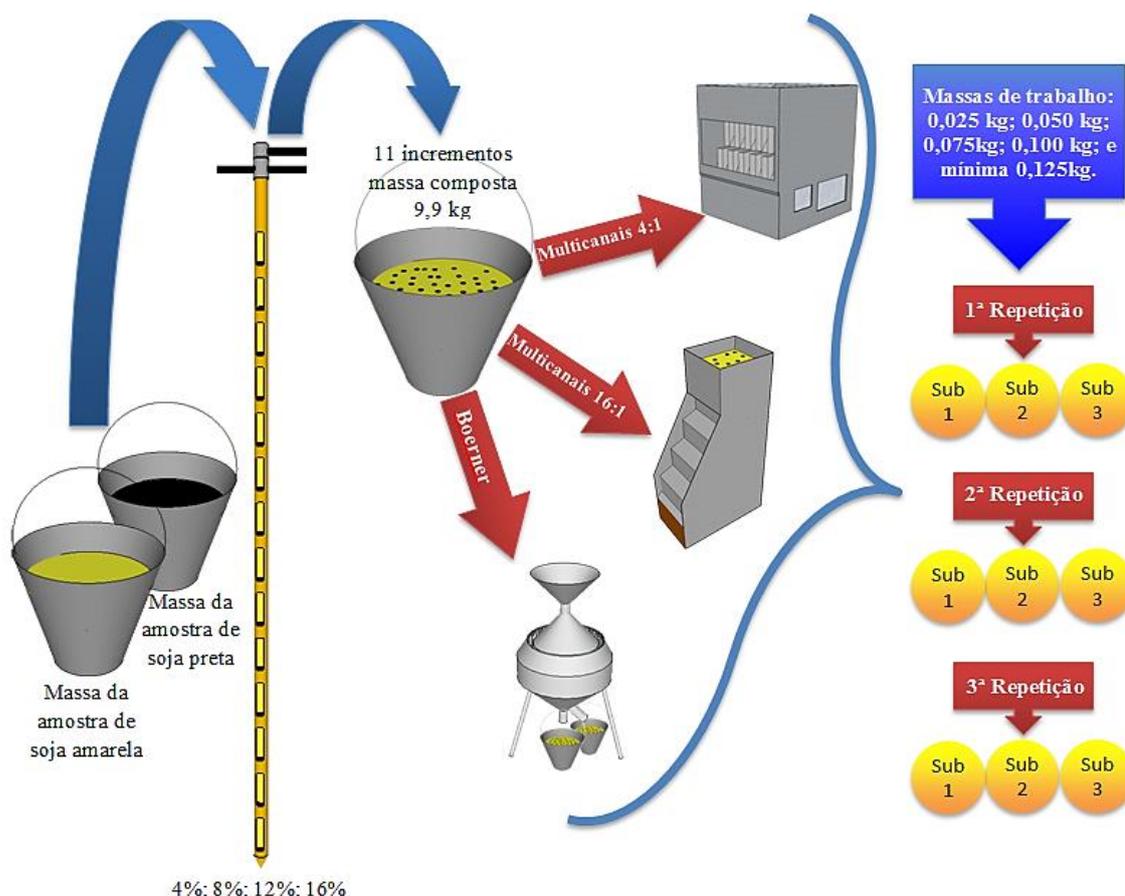


Figura 4. Representação esquemática dos procedimentos de uma repetição para a homogeneização dos grãos de soja.

Para o homogeneizador tipo Boerner e quarteadores multicanais redutores 4:1 e 16:1, cada amostra foi passada uma vez para homogeneização e depois a amostra foi dividida em três partes iguais e colocadas em baldes. Cada balde foi considerado uma repetição do equipamento. Estas amostras foram passadas no equipamento homogeneizador até ser obtida a diluição para massa de trabalho necessária para o experimento de 0,025 kg, 0,050 kg, 0,075 kg, 0,100 kg e, no mínimo, 0,125 kg, coletando-se três repetições para cada equipamento, cada repetição com três sub-amostras, que foram identificadas. Para as massas menores, quando necessário complemento de massa de grãos para diluições nos equipamentos quarteadores multicanais 4:1 e 16:1, as amostras foram passadas nos miniquarteadores localizados na parte inferior dos referidos equipamentos pela abertura lateral.

Após a homogeneização e a diluição, as amostras de trabalho, de cada equipamento, nas massas de 0,025 kg, 0,050 kg, 0,075 kg, 0,1000 kg e 0,125 kg foram analisadas quanto à porcentagem de grãos avariados (tegumento preto).

As avaliações foram feitas em delineamento inteiramente casualizado com tratamentos em esquema fatorial 3 x 4 x 5, sendo cinco tratamentos correspondentes aos homogeneizadores Boerner, quarteador multicanais redutor 16:1, quarteador multicanais redutor 4:1), quatro diluições (4%; 8%; 12%; 16% de grãos avariados) e cinco massas de grãos para trabalho (0,025 kg, 0,050 kg, 0,075 kg, 0,100 kg e 0,125 kg), três repetições e cada repetição correspondendo a três subamostras.

Os resultados das avaliações foram submetidos à análise de variância (ANOVA) e ao teste de “F”, com todos os efeitos considerados fixos. Os dados básicos foram as médias das três subamostras de cada amostra (180 dados médios). As médias dos tratamentos foram comparadas entre si pelo teste Tukey e comparadas com as médias originais das amostras preparadas (4%, 8%, 12% e 16%) pelo teste t de student bicaudal.

### 3.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Tabela 2 apresenta o resumo da análise de variância para os equipamentos homogeneizadores, nível de grãos avariados (diluições) e massas de trabalho para os resultados das classificações.

Tabela 2. Análise de variância para equipamentos homogeneizadores, nível de grãos avariados (diluições) e massa de amostra de trabalho para a classificação dos grãos.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
Homogeneizador (H)	2	0,815	0,407	1,327	0,2691 <sup>ns</sup>
Diluições (D)	3	3539,90	1179,97	3844,56	0,00*
Massas (M)	4	0,213	0,053	0,174	0,9515 <sup>ns</sup>
H x D	6	0,771	0,129	0,419	0,8654 <sup>ns</sup>
H x M	8	1,422	0,178	0,579	0,7933 <sup>ns</sup>
D x M	12	3,589	0,299	0,974	0,4770 <sup>ns</sup>
H x D x M	24	4,963	0,207	0,674	0,8682 <sup>ns</sup>
Resíduo	120	36,830	0,307		
Total corrigido	179	3588,504			
CV (%) =	5,51				

<sup>ns</sup> Não significativo \* significativo ao nível de 5% de significância pelo teste de Tukey.

A Instrução Normativa MAPA N°11/2007 (BRASIL, 2007a) determina que para a classificação de defeitos da soja a amostra deve ser reduzida pelo processo de quarteamento até a obtenção da amostra de trabalho que deve apresentar no mínimo 0,125 kg. No entanto, neste experimento, não se obteve diferença entre as massas de trabalho estudadas. Assim, infere-se que as massas da amostra de trabalho inferiores a 0,125 kg até o valor de 0,025 kg podem ser utilizadas para a classificação de grãos de soja sem que ocorra o comprometimento das estimativas dos parâmetros originais do lote, utilizando os equipamentos inseridos neste experimento.

Não houve efeito entre a interação dos fatores massa de grãos utilizados para classificação, diluições (quatro níveis de grãos avariados) e equipamentos homogeneizadores Boerner, quarteador multicanal 16:1 e quarteador multicanal 4:1 (Tabela 2).

Não houve interação significativa ( $p \leq 0,05$ ) entre as massas de trabalho utilizadas nas classificações com os diversos equipamentos e também entre as diluições utilizadas. Ou seja, as massas extraídas dos equipamentos depois das homogeneizações não interferiram nos resultados, independentemente do nível de grãos avariados estudados.

Os resultados das análises de classificação dos níveis de grãos avariados esperados, independentemente do valor da diluição de 4%, 8%, 12% ou 16%, não foram diferentes em relação aos equipamentos de homogeneização (Tabela 3).

Tabela 3. Valores médios das diluições das amostras de trabalho (4%, 8%, 12% e 16%) homogeneizadas nos equipamentos homogeneizador tipo Boerner, quarteador multicanais redutor 16:1 e quarteador multicanais redutor 4:1

Homogeneizadores	Diluições das amostras de trabalho (%)			
	4	8	12	16
Boerner	4,05 a	7,99 a	11,97 a	15,85 a
Multicanal 16:1	4,08 a	8,01 a	12,25 a	16,08 a
Multicanal 4:1	4,19 a	8,06 a	12,29 a	15,89 a

Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem entre si a 1% de significância pelo teste de Tukey.

Os equipamentos Boerner, quarteador multicanal 16:1 e quarteador multicanal 4:1 não diferiram entre si em todas as diluições analisadas. No entanto, o equipamento Boerner se comportou mais uniformemente, obtendo um afastamento médio em relação ao níveis de grãos avariados esperados de 0,64%, seguido pelo quarteador multicanal

16:1, com afastamento médio de 1,18%, e pelo quarteador multicanal 4:1, que obteve afastamento médio de 2,15% em relação às médias originais preparadas.

A Figura 5 apresenta os coeficientes de variação (CV) para as massas de amostras de trabalho e porcentagens de grãos avariados, homogêneas e diluídas nos equipamentos Boerner, multicanal 4:1 e multicanal 16:1.

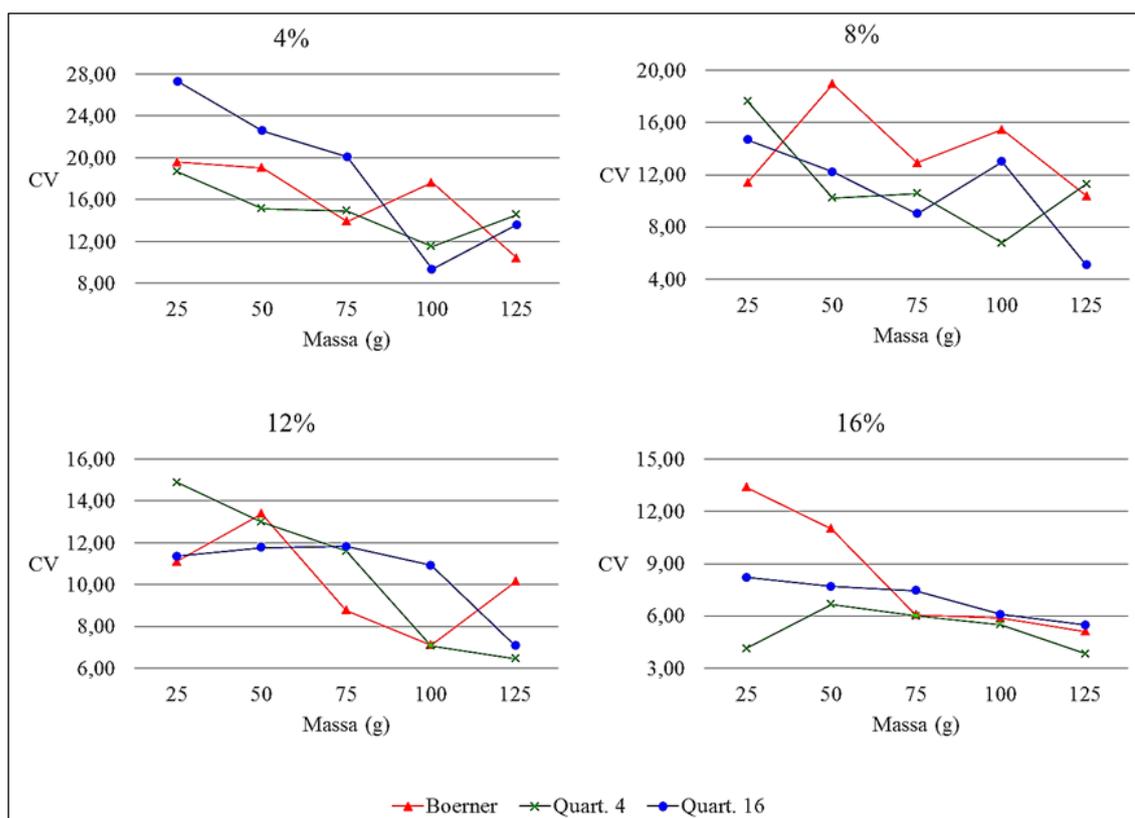


Figura 5. Coeficientes de variação (CV) entre as repetições para as massas de amostras de trabalho e porcentagens de grãos avariados, homogêneas e diluídas nos equipamentos Boerner, multicanal 4:1 e multicanal 16:1.

Na Figura 5, mesmo não mostrando diferenças ( $p \leq 0,05$ ) para as massas de amostras de trabalho entre 0,025 kg e 0,125 kg na classificação de grãos avariados, nota-se tendência de redução dos valores dos coeficientes de variação entre as repetições com o aumento das massas das amostras em todas as porcentagens de grãos avariados preparadas (diluições). Assim, as maiores massas de trabalho utilizadas na classificação de grãos avariados apresentaram menores variações conforme relatado por Withaker (2011) e USDA (2017). Além disso, têm-se menores valores para o CV nos equipamentos Boerner, multicanal 16:1 e multicanal 4:1 e diminuição dos CV especialmente para amostras de trabalho de maiores massas.

Na Figura 6, verifica-se que, mesmo não mostrando significância, à medida que aumenta a massa de trabalho para determinação de grãos avariados nas amostras preparadas após a homogeneização nos equipamentos Boerner, quarteador multicanal 4:1 ou quarteador multicanal 16:1 ( $p \leq 0,05$ ), há diminuição do CV nas médias das amostras com o aumento da massa de trabalho utilizada.

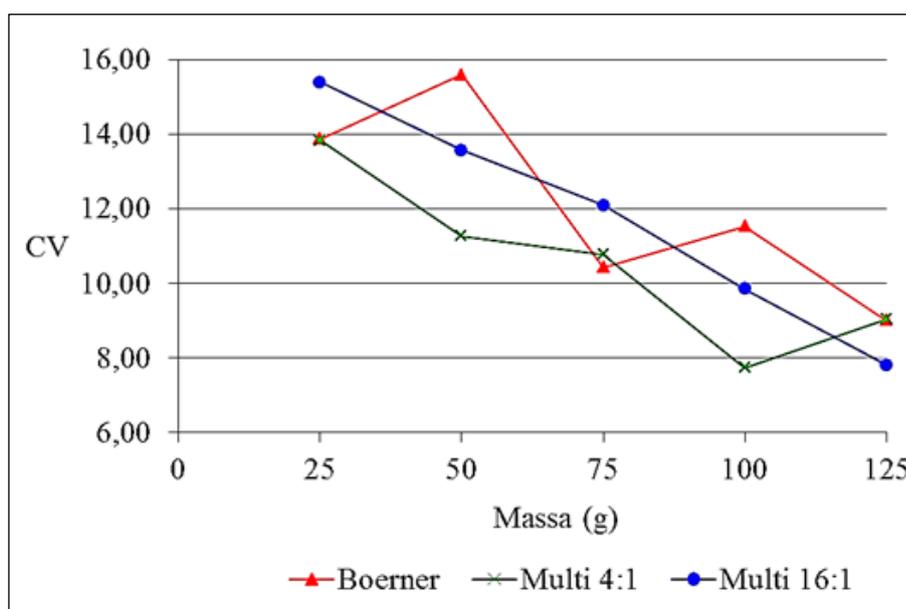


Figura 6: Coeficiente de variação entre as médias para cada massa de trabalho (0,025 kg; 0,050 kg; 0,075 kg; 0,100 kg e 0,125 kg) na determinação dos níveis de grãos avariados.

Verifica-se ainda que, na massa de 0,025 kg, o CV médio para cada equipamento fica em torno de 14 a 16%, e segue diminuindo para 10 a 12% para massa de trabalho com 0,075 kg, entre 8 a 11,8% para 0,100 kg, e valores menores que 10% para massa de trabalho de 0,125 kg, mostrando maior equilíbrio entre as repetições na determinação de grãos avariados utilizando maiores massas de trabalho.

Doerner & Cole (1993) avaliaram o CV para o preparo de amostras de trabalho em análises de aflatoxinas com 4 tipos de equipamentos de trituração de amostras e dois tamanhos de amostras (2 e 4 kg) e verificaram que, para as amostras de 4 kg, o CV entre as repetições foi menor.

A Tabela 4 estão apresenta os p-valores do Teste t de student para as diluições das amostras de trabalho, homogeneizadas nos diversos equipamentos.

Tabela 4. Probabilidades associadas ao Teste t de student bicaudal (p-valor) para as diluições das amostras de trabalho (4%, 8%, 12% e 16%) homogeneizadas nos equipamentos homogeneizador tipo Boerner, quarteador multicanais redutor 16:1 e quarteador multicanais redutor 4:1.

Homogeneizadores	Massas (Kg)	Diluições das amostras de trabalho			
		4	8	12	16
Boerner	0,025	0,992 <sup>ns</sup>	0,886 <sup>ns</sup>	0,498 <sup>ns</sup>	0,454 <sup>ns</sup>
Multicanal 16:1		0,605 <sup>ns</sup>	0,338 <sup>ns</sup>	0,344 <sup>ns</sup>	0,789 <sup>ns</sup>
Multicanal 4:1		0,729 <sup>ns</sup>	0,757	0,289 <sup>ns</sup>	0,653 <sup>ns</sup>
Boerner	0,050	0,427 <sup>ns</sup>	0,471 <sup>ns</sup>	0,585 <sup>ns</sup>	0,783 <sup>ns</sup>
Multicanal 16:1		0,307 <sup>ns</sup>	0,534 <sup>ns</sup>	0,350 <sup>ns</sup>	0,877 <sup>ns</sup>
Multicanal 4:1		0,791 <sup>ns</sup>	0,443 <sup>ns</sup>	0,332 <sup>ns</sup>	0,756 <sup>ns</sup>
Boerner	0,075	0,601 <sup>ns</sup>	0,5205 <sup>ns</sup>	0,522 <sup>ns</sup>	0,083 <sup>ns</sup>
Multicanal 16:1		0,752 <sup>ns</sup>	0,2091 <sup>ns</sup>	0,306 <sup>ns</sup>	0,629 <sup>ns</sup>
Multicanal 4:1		0,164 <sup>ns</sup>	0,95 <sup>ns</sup>	0,786 <sup>ns</sup>	0,334 <sup>ns</sup>
Boerner	0,100	0,566 <sup>ns</sup>	0,689 <sup>ns</sup>	0,943 <sup>ns</sup>	0,621 <sup>ns</sup>
Multicanal 16:1		0,473 <sup>ns</sup>	0,999 <sup>ns</sup>	0,732 <sup>ns</sup>	0,361 <sup>ns</sup>
Multicanal 4:1		0,420 <sup>ns</sup>	0,991 <sup>ns</sup>	0,817 <sup>ns</sup>	0,974 <sup>ns</sup>
Boerner	0,125	0,123 <sup>ns</sup>	0,687 <sup>ns</sup>	0,844 <sup>ns</sup>	0,168 <sup>ns</sup>
Multicanal 16:1		0,997 <sup>ns</sup>	0,079 <sup>ns</sup>	0,756 <sup>ns</sup>	0,844 <sup>ns</sup>
Multicanal 4:1		0,166 <sup>ns</sup>	0,283 <sup>ns</sup>	0,666 <sup>ns</sup>	0,984 <sup>ns</sup>

<sup>ns</sup> Contrastes em relação à média original não significativos ao nível de 5% de probabilidade pelo teste t.

Para todos os níveis de grãos avariados e todas as massas de trabalhos utilizadas, os equipamentos Boerner, quarteador multicanal 4:1 e quarteador multicanal 16:1 não se diferenciaram pelo teste t a nível de 5% de significância das médias originalmente preparada (4%, 8%, 12% e 16%) (Tabela 4).

Considerando todos os tamanhos das amostras, os equipamentos Boerner, quarteador multicanal 16:1 e multicanal 4:1 apresentaram baixos CVs médios, mostrando variações inferiores em relação ao tamanho da amostra.

Para os tamanho de amostras 0,025 kg a 0,125 kg em todas as diluições de grãos avariados (4, 8, 12 e 16%), os equipamentos obtiveram as médias sem diferenças significativas pelo teste de Student (t) ( $p \leq 0,05$ ) para os equipamentos Boerner, quarteador multicanal 16:1 e multicanal 4:1 em relação às médias originalmente preparadas (Tabela 4).

Na massa de trabalho de 0,100 kg e 0,125 kg para as percentagens de grãos avariados de 4, 8, 12 e 16%, os equipamentos Boerner, quarteador multicanal 16:1 e multicanal 4:1 não foram diferentes ( $p \leq 0,05$ ) e também apresentaram menores CVs

médios em relação aos demais tamanhos de amostras inferiores a 0,075 kg. Isso pode ser uma indicação de que as maiores massas apresentam menores variações entre as repetições (Figura 6).

Diante destes resultados, é importante ressaltar que o fator massa de trabalho não pode ser desprezado, já que pode comprometer a relação comercial imparcial entre as partes, especialmente na recepção de grãos em unidades armazenadoras. Em unidades intermediárias e terminais nas quais o produto antes de ser recebido por estas unidades já sofreu diversas transferências durante o enchimento do armazém, expedição em veículos, depois barcaças, vagões, de certa forma, é promovida uma maior homogeneização dos grãos. Este fato não ocorre no caso do recebimento em unidades armazenadoras e transbordos que recebem grãos diretamente dos campos de produção, ou seja, produto oriundo de lavouras, sujeito à variação de clima, solo, tratamentos culturais e cultivares, apresentando alta heterogeneidade (Wagner & Esbensen, 2014; Dawlal et al., 2012; Tabaldi et al., 2016).

Hardin et al. (1965) conduziram um experimento comparando o divisor Gamet com o divisor Boerner em alfafa e azevém, utilizando proporções de contaminantes com sementes de ervas tingidas, e relataram que o divisor Boerner oferece menos chance de erro humano. Sugere-se também que o divisor Gamet, se usado corretamente, apresenta resultados com precisão que se aproxima do divisor Boerner, mas que o Boerner apresentou subamostras mais representativas.

Em diversos trabalhos científicos, são observadas a utilização e a recomendação do equipamento tipo Boerner para homogeneização e diluição de amostras de trabalho (Al-Mahasneh et al., 2007; Fonseca, 2002; Doughtie Jr, 1947), divisor de amostras com canaletas invertidas (quarteador de amostras) (Mallmann, 2013) e divisor tipo Gamet (Fonseca, 2002; Calori-Domingues, 2010), apesar de suas limitações, segundo Hardin et al. (1965).

As práticas de amostragem devem, portanto, garantir procedimentos que envolvam equipamentos satisfatórios, que sejam capazes de avaliar a qualidade dos grãos de forma confiável, com menores variações do lote original, para proteger a qualidade em toda as fases: recepção, armazenamento e expedição. Mallmann (2014), estudando amostragem manual e automática no preparo de amostras para análise de aflatoxina, concluiu que a operação de amostragem contribuiu com a maior variabilidade, seguida da fase de preparação da amostra e da análise.

Existem casos de disputas econômicas entre vendedor e comprador, não raramente devidos a procedimentos de amostragem inadequados ou insuficientes. Estas discrepâncias causam equívocos, seja na detecção de impurezas, defeitos, quantificação de transgenia e micotoxinas, que são regulados pelos contratos estabelecidos na cadeia de produção da soja (Wagner & Esbensen, 2014).

A avaliação das perdas de qualidade de grãos depende da capacidade de fazer medições precisas em uma amostra representativa. Não importam quais sejam as características da amostra, os resultados não serão relevantes se a amostra não for representativa do produto original. Assim, o resultado final será dependente exclusivamente da exatidão dos instrumentos utilizados e da competência dos analistas, que devem se esforçar para alcançar um grau aceitável de precisão a um custo razoável para a análise (FAO, 2017).

### 3.4 CONCLUSÃO

As amostras de trabalho homogeneizadas e diluídas nos equipamentos Boerner, Quarteador multicanal 16:1 e Quarteador multicanal 4:1 podem ser utilizadas com massas entre 0,025 e 0,125 kg para a classificação de grãos de soja avariados.

Houve tendência de maiores CVs entre as repetições para as amostras com menores massas de trabalho.

Os homogeneizadores e diluidores do tipo Boerner, quarteador multicanal 16:1 e quarteador multicanal 4:1 são semelhantes na redução e homogeneização de amostras de grãos de soja para diferentes porcentagens de grãos avariados (diluições) e tamanho de amostras de trabalho.

### 3.5 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AL-MAHASNEH, A. M.; RABABAH, T. M. Effect of moisture content on some physical properties of green wheat. **Journal of Food Engineering**, n. 79, p. 1467-1473, 2007.

ASAE – American Society of Agricultural Engineers. **ASAE Standards**. ASAE S352.2, 2003, P. 593.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 15, de 9 de junho de 2004. Estabelece os requisitos e procedimentos para certificação das condições higiênico-sanitárias da soja em grãos destinados a comercialização interna, à exportação e importação. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília, 11 jun. 2004, nº111, Seção 1, p. 8.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 11, de 15 de maio de 2007. Estabelece o Regulamento Técnico da soja. **Diário Oficial da República Federativa do BRASIL**, Brasília, 16 mai. 2007a, nº 93, Seção 1, p. 13-15.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 29, de 8 de junho de 2011. Aprova os requisitos técnicos obrigatórios e recomendados para certificação de unidades armazenadoras. **Diário Oficial da República Federativa do BRASIL**, Brasília, 8 de jun. 2011a, nº 15, Seção 1, p. 12-32.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 60, de 22 de dezembro de 2011. Estabelece o Regulamento Técnico do Milho. **Diário Oficial da República Federativa do BRASIL**, Brasília, 23 dez. 2011b, nº 246, Seção 1, p. 3-5.

CALORI-DOMINGUES, M. A.; RECHDAN, R. C.; MORETTI, A.; DA GLORIA, E. M.; ZAMBELLO, I. V. Avaliação de procedimentos de preparo de amostras de amendoim in natura para análise de aflatoxinas. **Química Nova**, v. 33, n. 7, p. 1490-1495, 2010.

CANADA. 5. Canadian Grain Commission approved sample dividing equipment. Disponível em: <<http://www.grainscanada.gc.ca/quality-qualite/sg-eg-eng.htm>>. Acesso em 24 fev. 2016.

CORADI, P. C.; FERNADES, C. H. P.; HELMICH, J. C.; GONELI, A. L. D. Effects of drying air temperature and grain initial moisture content on soybean quality. **Engenharia Agrícola**, Jaboticabal, v. 36, n. 5, p. 866-876, 2016

DORNER, J. W.; COLE, R. J.; J. AOAC. Int. 1993, nº 76, p. 983.

DAWLAI, P.; BARROS, E.; MORAIS, G.J. Evaluation of maize cultivares for their susceptibility towards micotoxigenic fungi storage conditions. **Journal of Stored Products Research**, v.48, jan, 2012, p. 114-119.

DOUGHTIE, JR. R. T.; Sampling of cottonseed, Soybeans and peanuts: Methods used and problems encountered. **The Journal of the American Oil Chemists**, News Orelans, out, p. 335-340, 1947.

FAO – FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION. **Prevenção de perdas de alimentos poscolheita**. Manual de capacitação, Cap. 2.5 – Muestreo para la evaluación de pérdidas. <http://www.fao.org/docrep/x5037s/x5037S02.htm>. Acessado em 22 julho de 2017.

FONSECA, H. Sampling plan for the analysis of aflatoxin in peanuts and corn: um update. **Brazilian Journal of Microbiology**. n. 33, p. 97-105, 2002.

HARDIN, E. E.; COPELAND, L. O.; KNUDSON, L. A. A comparacion of relative effectiveness of the Boerner divider and several techniques of using the Gamet precision divider. **Proceedings of the Association of Official Seed Analysts**. V. 55. P. 140-147. 1965. Acesso em URL: <http://www.jstor.org/stable/23432020> em 21 de junho de 2016 as 22:17h.

HUTH, C.; MERTZ-HENNING, L. M.; LOPES, S. J.; TABALDI, L. A.; ROSSATO, L. V.; KRZYANOWSKI, F. C.; HENNING, F. A. Susceptibility to weathering damage and oxidative stress on soybean seeds with different lignin contents in the seed coat. **Journal of Seed Science**, Santa Maria, v. 38, n.4, p. 296-304, 2016.

MALLMANN, C. A.; VASCONCELOS, T. G. ; TYSKA, D. ; MARTINS, A. C. . Comparación da la Metodología Analítica y Muestreo para Micotoxinas. In: **XIV Congresso Bienal AMENA**, 2009, Puerto Vallarta. XIV Congresso Bienal AMENA - Memórias, 2009.

MALLMANN, C. A.; MARCHIORO, A.; OLIVEIRA, M. S.; RAUBER, R. H.; MALLMANN, C. A. Compararison of the efficiency between two sampling plants for aflatoxins analysis in maize. **Brazilian Journal of Microbiology**, v. 45, n. 1, p. 35-42, 2014.

PIPOLO, A. E.; HUNGRIA, M.; FRANCHINI, J. C.; BALBINOT JUNIOR, A. A.; DEBIASI, H.; MANDARINO, J. M. G. Teores de óleo e proteína em soja: fatores envolvidos e qualidade para a indústria. Londrina: Embrapa Soja, 2015. 15 p. (Embrapa Soja. Comunicado técnico, 86)

SHOTWELL, O. L.; GOULDEN, M. L.; BOTHAST, R. J.; HESSELTINE, C. W. Mycotoxins in hot spots in grains. I. aflatoxin and zearalenone occurrence in stored corn. **Cereal chemists**, v. 52, n. 5, p. 687- 697, set-out, 1975.

TABALDI, L. A.; KRZYANOWSKI, F. C.; HENNING, F. A. Susceptibility to weathering damage and oxidative stress on soybean sees with different lignin contents in the seed coat. **Journal of Seed Science**, v. 38, n. 4, p. 296-304, 2016

TRAUTMANN, R. R.; LANA, M. C.; GUIMARÃES, V. F.; GONÇALVES, A. C.; STEINER, F. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 38, p. 240-251, 2014.

USDA - UNITED STATES DEPARTMENT OF AGRICULTURE. **Inspecting Grain - Practical Procedures for Grain Handlers**. Washington, DC: USDA, 2009. 90p.

USDA - UNITED STATES DEPARTMENT OF AGRICULTURE. **Sampling for the Detection of Biotech Grains**. Disponível em: <<https://www.gipsa.usda.gov/fgis/biotech/sample2.htm>>. Acesso em: 18/08/2017.

WAGNER, C.; ESBENSEN, K. H. A critical assessment of HGCA grain sample guide. **Tosforum**, Issue 2. p. 16-21, 2014. Disponível em: [https://www.impublishations.com/subs/tosf/v14/S02\\_0016.pdf](https://www.impublishations.com/subs/tosf/v14/S02_0016.pdf). Acessado em 30/08/2017.

WHITAKER, T. B. Standardization of micotoxin sampling procedures: an urgent necessity. **Food Control**, Raleigh, v. 14, p. 233-237, 2003.

WHITAKER, T.; B. Sampling foods mycotoxins. **Foods Additives and Contaminants**. Raleigh, v. 23, n. 1, p. 50-61, 2006.

WHITAKER, T. B. SLATE, DOKO, M. B.; MAESTRONI, B. M.; CANNAVAN, A. Sampling procedures to detect mycotoxins in agricultural commodities. **New York: springer**, 2011, 58p.

## CONCLUSÃO GERAL

Os homogeneizadores e diluidores do tipo Boerner, quarteador multicanal 16:1 e quarteador multicanal 4:1 são semelhantes na redução e homogeneização de amostras de grãos de soja.

Os equipamentos caixote e balde apresentam o pior desempenho em relação à amostra original de 8% de grãos avariados e não são adequados para a homogeneização de grãos por comprometerem o resultado da análise qualitativa do produto.

Para as operações comerciais, recomenda-se a utilização dos equipamentos tipo Boerner e quarteadores multicanais com diluições de 4:1 e também 16:1.

Não há diferença entre os equipamentos de amostragem na determinação do teor de impureza.

Os tipos de equipamentos utilizados na amostragem de grãos de soja em veículos, durante o recebimento em unidades armazenadoras, influenciam na determinação do teor de grãos quebrados, vagens e grãos imaturos.

Os caladores manuais compostos favoreceram retirada de amostras contendo maiores percentuais de grãos quebrados nas cargas amostradas.

O amostrador tipo pelicano é o mais eficiente na coleta de vagens e grãos imaturos.

O comprimento dos caladores compostos, de 1,80 m ou de 2,10 m, não influenciou nos níveis de matérias estranhas e impurezas, percentagem de vagens, percentagens de grãos imaturos e grãos quebrados.

O número de estágios dos caladores compostos, de 1,80 m ou de 2,10 m, não influenciou nos níveis de matérias estranhas e impurezas, percentagem de vagens, percentagens de grãos imaturos e grãos quebrados.

As amostras de trabalho podem ser utilizadas com massas entre 0,025 e 0,125 kg para a classificação de grãos de soja avariados.

Os homogeneizadores e diluidores do tipo Boerner, quarteador multicanal 16:1 e quarteador multicanal 4:1 são semelhantes na redução e homogeneização de amostras de grãos de soja para diferentes diluições de amostras.

#### Considerações:

Pode-se observar neste trabalho que, em relação ao amostradores utilizados, o tamanho do calador e o número de estágio(abertura) dos homogeneizadores não tiveram influência na coleta de impureza, de vagens verdes e também de grãos imaturos. Foram todos semelhantes. Pode-se recomendar que, em caso de visível excesso de vagens nas cargas de veículos, pode-se utilizar complementarmente o amostrador tipo pelicano para maior captação de vagens das cargas dos veículos.

Para o padrão oficial (BRASIL, 2007a; BRASIL 2007b), considerando o limite máximo de grãos avariados e o tamanho de amostra recomendado, pode-se observar que as melhores performances na homogeneização e redução de amostras com nível de grãos avariados, previamente preparadas, foram os equipamentos Boerner, quarteador multicanal 16:1 e quarteados multicanal 4:1. Já os equipamentos balde e caixote deveriam ser vedados para transações comerciais da soja.

Os tamanhos de amostras de 0,025 kg a 0,125 kg não influenciaram significativamente na determinação do nível de grãos avariados previamente preparados (4%, 8%, 12% e 16%), no entanto, observam-se menores variações entre as repetições quando se utilizam maiores tamanhos de amostra de trabalho (0,100 kg e 0,0125 kg). Já os homogeneizadores tiveram influência nos grãos avariados e apresentaram melhores performances, menores variações entre as repetições, sendo os que mais aproximaram das médias previamente preparadas os equipamentos Boerner, quarteador multicanal 16:1 e multicanal 4:1. Os equipamentos balde e caixote mostraram muito deficientes na fidedignidade das amostras preparadas.

O trabalho mostrou o desempenho dos equipamentos de amostragens, sugestões para melhorias nas indústrias de amostradores (caladores) tanto mecânicos (fluxo de ar, diâmetro de ponteiros e hastes), como manuais (diâmetros e tamanho de aberturas, material construtivo). Também mostrou o desempenho de equipamentos de homogeneização e redução, especialmente utilizando tamanho de amostra recomendado pelo padrão oficial (BRASIL, 2007a)

Este trabalho também avaliou diversos tamanhos de amostras e suas influências no resultado de grãos avariados previamente preparados. Também despontou o desempenho dos homogeneizadores utilizados nas transações comerciais da soja, apresentando subsídios para recomendação e para eliminação de homogeneizadores que estão sendo aplicados no campo.