



## Programa de Análise de Qualidade de Laboratórios de fertilidade (PAQLF) que usam o método Embrapa: Resultados de 2001

Alberto C. de Campos Bernardi<sup>1</sup>

O Programa de Análise de Qualidade de Laboratórios de Fertilidade (PAQLF) é um programa de âmbito nacional, voluntário e coordenado pela **Embrapa Solos**, que incorpora os laboratórios de fertilidade de solo que utilizam o chamado método Embrapa.

Este conjunto de metodologias inclui as extrações de P e K, com a solução Mehlich-1, de Al, Ca e Mg com o KCl, as determinações do pH em água e do carbono ou da matéria orgânica por método colorimétrico, calibrado com o método Walkey-Black. Sua implementação foi produto do programa denominado *Soil Testing*, resultado do acordo de cooperação internacional entre o Ministério da Agricultura, representado pela antiga Equipe de Pedologia e Fertilidade do Solo (atualmente Embrapa Solos) e a Universidade de Carolina do Norte, com o apoio da USAID. Esse programa visava, principalmente, os aspectos de automação, uniformização, experimentação e calibração de métodos para as análises e impulsionou, de forma significativa, a análise de solo no Brasil a partir da década de 60 (Silva et al., 1998; Bernardi et al., 2002). O PAQLF é um dos cinco Programas de Qualidade de análise de solo existentes atualmente no Brasil (Cantarella et al., 2001).

Inicialmente, na implantação do PAQLF em 1992, o objetivo foi o de proporcionar um meio de avaliação e de correção da qualidade analítica dos laboratórios participantes. Com a adoção do Selo de Qualidade a partir de 1998, o PAQLF também passou a funcionar como um meio de atestar o desempenho satisfatório dos participantes perante aos seus clientes externos. Este papel do PAQLF tem sido reconhecido tanto pelos laboratórios participantes, quanto pelos principais interessados nas análises de solo, os produtores (Silva et al., 2000; Bernardi et al, 2002). E, mais recentemente, as amostras do utilizadas durante o ano anterior passaram a ser oferecidas aos laboratórios interessados, como amostras de referência.

Deste modo, atualmente, pode-se considerar o PAQLF como um gerador de uma base tecnológica e gerencial para os laboratórios participantes. Além disso, possibilita o aprimoramento e a competitividade destes no agronegócio, uma vez que funciona com um diferencial para os laboratórios que obtêm o Selo de Qualidade **Embrapa**.

O objetivo deste trabalho foi apresentar os resultados e a avaliação do desempenho dos laboratórios participantes no Programa de Análise de Qualidade de Laboratórios de Fertilidade (PAQLF) no ano de 2001.

<sup>1</sup>Engenheiro agrônomo, D.Sc., Pesquisador da Embrapa Solos. Rua Jardim Botânico, 1.024. Rio de Janeiro, RJ. CEP: 22460-000.  
E-mail: alberto@cnpq.embrapa.br

## Metodologia

A avaliação da qualidade dos laboratórios ocorreu durante o ano de 2001, através da análise trimestral de 3 amostras de solo para fertilidade, num total de 12 no ano. Das amostras, 6 eram diferentes entre si e 2 delas apresentava 3 repetições. A numeração adotada foi de 71 a 82, sendo que uma amostra com repetição recebeu os códigos 73, 79 e 81 e a outra, 76, 78 e 82. Os resultados analíticos foram enviados pelos participantes à Embrapa Solos, que emitiu 5 relatórios (4 parciais e 1 relatório final).

A metodologia de avaliação se baseou na análise obrigatória de P e K (Mehlich-1); pH (água); Ca, Mg e Al (KCl); H + Al (acetato de Ca ou SMP); e, facultativa, de matéria orgânica (método colorimétrico ou Walkey-Black), seguindo a metodologia descrita por Silva et al. (1998). Foram analisadas também, facultativamente, as determinações dos micronutrientes: B extraído com água quente, seguindo a metodologia de Abreu et al. (1994) e de Cu, Fe Mn e Zn, com solução Mehlich-1 na relação solo/extrator de 1:5, de acordo com Silva et al. (1998). Além destas, foi introduzida a determinação de granulometria, seguindo a metodologia da Embrapa (1997).

A partir dos resultados obtidos pelos laboratórios ao final da avaliação, estabeleceu-se a média, desvio padrão, e valores mínimo e máximo para estas amostras. Com isso foi estabelecido um conjunto de amostras de referência.

A metodologia da avaliação do desempenho utilizada foi a descrita por Quaggio (1994). Os laboratórios foram avaliados em função da exatidão (acerto) e da precisão (reprodutibilidade) dos resultados analíticos.

A precisão dos resultados se baseou no coeficiente de variação (CV), sendo rejeitados e recebendo asteriscos, quando estavam fora dos limites de tolerância, estabelecidos a partir da expressão:

$$\text{média} \pm aS,$$

onde:

- S = desvio padrão;
- a = 1, para CV > 50%;
- a = 1,5, para 20% > CV < 50%; e
- a = 2,0, para CV < 20%.

Foram realizadas três rodadas até a obtenção de CV menor que 20% para cada parâmetro analisado. Daí, foram obtidos o número total de asteriscos no ano e a média da amostra com repetição. Da soma dos asteriscos do ano e, da média resultaram os asteriscos ponderados.

A **Inexatidão** foi obtida pela divisão do número de asteriscos ponderados pelo número de determinações avaliadas no ano. Em 2001, foram avaliados 7 parâmetros obrigatórios em 12 amostras e uma média das amostras com repetição, resultando num total de 91 determinações. A **Imprecisão** foi

encontrada pelo CV médio dos resultados da amostra com repetição.

A partir da inexatidão e da imprecisão estimada, obtém-se o **Índice de Excelência – IE** através da seguinte fórmula:

$$IE = 100 - (Inexatidão + Imprecisão) / 2$$

O IE serve como base para a classificação dos laboratórios uma vez que, a partir dele, são atribuídos conceitos da seguinte maneira:

- A para IE > 91;
- B para 71 > IE < 91; e
- C para IE < 71.

Os participantes que obtiveram conceitos A e B foram habilitados a utilizar, no ano de 2002, o Selo de Qualidade, que esta representado na Figura 1.



Fig. 1. Selo de qualidade do ano de 2002, para os participantes do PAQLF que obtiveram conceitos A e B em 2001.

## Resultados

Na Tabela 1 são apresentadas o número de asteriscos totais por parâmetros analisados e por amostras utilizadas. Como os valores fora dos limites de tolerância são os que recebem os asteriscos, isto torna possível de serem detectados quais os parâmetros onde ocorreram as maiores variações. O número médio de asteriscos por parâmetro e seu respectivos desvios padrão estão ilustrados na Figura 2. A apresentação destes resultados possibilitaram proceder uma classificação dos parâmetros, em função do número de asteriscos. Deste modo, a ordem decrescente do número total e médio de asteriscos nas análises de rotina foi matéria orgânica > P > Mg > Ca > K > H + Al > pH > Al. Para os micronutrientes a ordem foi Fe > Mn > Cu > Zn > B, e para granulometria, silte > argila > areia. Algumas tendências observadas estão em concordância com o trabalho realizado no ano de 2000, e relatado por Bernardi e Silva (2001), no qual os menores números de asteriscos valores foram observados nas determinações de rotina de pH e Al, sendo que os demais parâmetros houve uma alteração da ordem. Para os micronutrientes, houve pouca alteração, sendo que o Fe e o Zn continuam representando os extremos de maior e menor número de asteriscos respectivamente.

Na Tabela 2, observam-se os altos valores dos coeficientes de variação (CV) dos parâmetros analisados, nas 12 amostras do ano, indicando a existência de altas discrepâncias entre os resultados. Com a exclusão dos resultados fora das faixas de tolerância, estas discrepâncias são reduzidas. Os valores do coeficiente de variação (CV) na primeira rodada ficaram na faixa de 100 a 7% sendo, em ordem decrescente, correspondentes a: Al > K > Mg > P > matéria orgânica > Ca = H+Al > pH. Após a terceira e última rodada, com os valores discrepantes já excluídos, a faixa de valores se reduziu para valores de 68 a 4%. Então, a ordem decrescente passou a ser: Al > P = Mg > matéria orgânica > H+Al > K > Ca > pH. Para os micronutrientes, a faixa inicial de variação foi de 158 a 60%, sendo que a ordem decrescente foi: Cu > Mn > B > Fe > Zn. E, do mesmo modo, após a eliminação dos resultados discrepantes, houve uma redução no CV médio para a faixa de 44 a 18% e a ordem decrescente correspondeu a B > Cu > Fe > Mn > Zn. O mesmo procedimento foi adotado para a granulometria, sendo que os valores inicialmente obtidos para silte, argila e areia foram respectivamente: 71, 45 e 20%, e após a eliminação dos valores discrepantes, os valores foram 24, 16, e 11%. Complementando estas informações, na Figura 3 estão apresentados os valores dos coeficientes de variação médio e do desvio padrão para todos os resultados e após a exclusão dos resultados discrepantes dos parâmetros de rotina de fertilidade do solo, micronutrientes e granulometria referentes às amostras de 2001. Estes resultados seguem a mesma tendência aos resultados anteriores do PAQLF apresentados por Pérez e Meneguelli (1997), Bernardi et al. (2001) e Bernardi e Silva (2001) e aos apresentados por Cantarella (1999), referentes ao Programa do Instituto Agrônomo de Campinas - IAC.

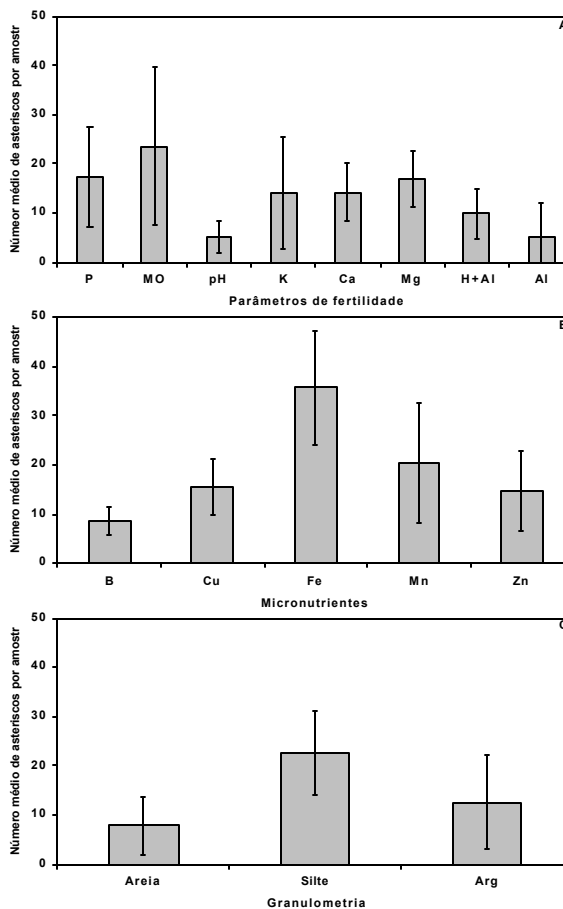


Fig. 2. Número médio de asteriscos e desvio padrão por parâmetro analisado em 2001 pelos participantes do PAQLF.

Tabela 1. Número de asteriscos referentes às amostras de 2001.

Amostra	Rotina								Micronutrientes					Granulometria			Total
	P	MO	PH	K	Ca	Mg	H + Al	Al	B	Cu	Fe	Mn	Zn	Are	Sil	Arg	
71	11	35	9	7	16	20	19	6	15	21	38	10	24	4	14	4	324
72	41	34	12	31	15	22	7	7	9	12	36	39	15	7	27	29	415
73	10	6	8		15	16	7	8	7	15	6	10	2	25	27	9	244
74	15	34	1	5	10	7	13	0	10	13	41	41	12	4	34	17	331
75	29	63	4	29	30	26	19	0	8	21	37	16	7	7	34	34	439
76	8	13	6	11	14	21	6	0	6	21	43	18	9	10	31	13	306
77	11	17	7	1	13	13	11	0	3	21	44	35	34	7	19	9	322
78	8	16	3	3	16	16	7	0	10	10	25	12	12	4	24	5	249
79	26	30	2	9	15	10	12	23	9	17	33	10	13	7	15	6	316
80	17	11	2	11	11	23	3	10	8	10	52	29	18	7	23	9	324
81	14	11	5	15	10	16	9	7	9	5	43	8	13	8	12	8	274
82	18	13	3	32	6	14	6	0	8	20	31	15	16	3	10	7	284
<b>Total</b>	<b>208</b>	<b>283</b>	<b>62</b>	<b>154</b>	<b>171</b>	<b>204</b>	<b>119</b>	<b>61</b>	<b>102</b>	<b>186</b>	<b>429</b>	<b>243</b>	<b>175</b>	<b>93</b>	<b>270</b>	<b>150</b>	

**Tabela 2:** Coeficientes de variação (CV%) das amostras de 2001, considerando todos os resultados e após a exclusão daqueles discrepantes.

Amostra	Rotina								Micronutrientes					Granulometria		
	P	MO	PH	K	Ca	Mg	H+Al	Al	B	Cu	Fe	Mn	Zn	Areia	Silte	Argila
<b>Todos os resultados</b>																
71	47,0	30,7	6,7	61,5	30,9	42,2	21,4	29,0	53,6	109,4	51,9	82,8	44,5	139,7	56,2	13,1
72	53,2	29,8	6,2	35,1	22,4	29,9	21,7	430,5	40,1	53,1	97,5	62,9	33,3	33,2	46,4	16,1
73	68,2	31,1	14,7	87,4	32,7	45,3	21,2	18,0	55,3	119,3	45,5	73,4	24,9	15,7	34,0	35,9
74	34,4	36,7	3,6	23,4	20,8	23,9	25,5	86,4	44,3	180,5	53,7	44,1	231,4	49,9	130,5	20,2
75	33,1	45,3	4,2	44,7	27,8	52,2	43,3	168,3	56,4	238,3	45,2	66,8	21,3	134,4	135,8	16,0
76	23,2	42,4	4,4	28,4	18,2	36,9	21,3	51,0	39,6	108,0	56,3	33,1	34,5	21,4	98,6	26,7
77	54,9	33,3	5,7	21,1	26,7	26,3	21,7	80,7	67,7	211,5	69,9	51,5	47,8	33,7	42,5	17,3
78	37,1	36,4	4,2	27,9	21,3	31,3	33,8	98,7	69,5	47,7	46,7	96,7	36,1	16,5	73,2	14,2
79	46,3	33,4	10,0	39,9	36,9	34,8	30,0	40,5	71,2	289,6	50,5	232,8	40,0	15,8	34,3	29,1
80	33,4	29,3	10,4	187,2	38,9	98,4	33,9	51,4	194,8	156,6	62,8	41,4	49,9	35,8	47,0	13,9
81	50,0	27,6	6,5	55,2	35,7	44,1	34,6	38,4	37,2	336,4	58,6	31,5	49,1	21,5	34,6	29,9
82	39,8	35,0	4,7	73,0	32,4	102,3	36,4	107,3	55,2	47,7	77,5	121,8	118,2	18,7	114,7	10,8
<b>Exclusão dos resultados discrepantes</b>																
71	25,6	18,6	3,9	15,7	18,1	16,0	12,2	15,9	19,2	28,4	25,0	18,8	17,7	18,2	19,2	10,2
72	23,4	18,9	3,5	19,5	11,8	18,0	16,0	298,8	24,4	19,9	35,6	36,5	13,8	11,9	19,3	13,1
73	30,7	18,3	6,9	15,0	21,2	34,8	13,2	14,7	36,9	47,7	31,3	34,2	16,8	9,6	19,5	15,5
74	17,1	19,4	3,2	15,8	11,7	17,2	18,5	55,4	18,1	28,7	29,2	22,9	17,4	14,5	23,0	7,3
75	22,0	23,1	3,9	17,6	15,6	29,1	19,3	147,6	39,6	23,4	18,0	30,3	14,5	45,5	30,4	8,0
76	16,9	19,6	3,9	15,9	12,6	19,0	16,0	29,8	14,8	27,8	30,6	25,1	18,6	9,3	24,1	10,7
77	20,4	17,9	3,7	15,6	15,3	16,3	15,1	65,2	30,8	28,9	31,7	31,2	22,8	18,7	15,4	6,2
78	18,5	18,6	3,3	16,8	11,3	18,1	18,2	24,1	23,1	16,0	24,5	27,6	19,3	12,2	30,6	8,7
79	20,1	15,2	5,0	17,3	15,7	18,0	16,5	13,9	33,0	31,6	24,2	16,5	19,2	9,3	24,3	15,6
80	18,2	16,8	4,7	14,3	15,3	20,4	17,0	31,9	244,2	32,1	22,8	22,8	15,4	15,2	32,4	8,0
81	15,6	17,3	4,4	17,1	15,1	18,5	18,1	15,7	27,6	54,4	25,3	18,4	19,1	8,0	16,2	19,5
82	15,8	16,6	4,0	15,0	14,7	19,6	16,5	107,3	19,6	17,4	25,6	23,5	19,8	14,2	33,1	9,3

Nas Tabelas 3, 4 e 5 são apresentados os desempenhos dos participantes, no ano de 2001, para as análises de rotina obrigatórias e as facultativas. Em 2001 participaram 82 laboratórios do PAQLF, destes 14 (17%) não entraram na lista de classificação, uma vez que deixaram de enviar os dados referentes aos resultados analíticos de uma ou mais das 12 amostras de solo ou não realizaram todas as

determinações exigidas. Quanto aos resultados para habilitação ao uso do Selo de Qualidade, 86% dos 68 participantes aptos a serem avaliados apresentaram conceitos A ou B, com um Índice de Excelência médio de 86,7. Do total habilitado ao uso, 23 laboratórios obtiveram o conceito A (Tabela 3). Este número de participantes com desempenho adequado é muito alto quando comparado com

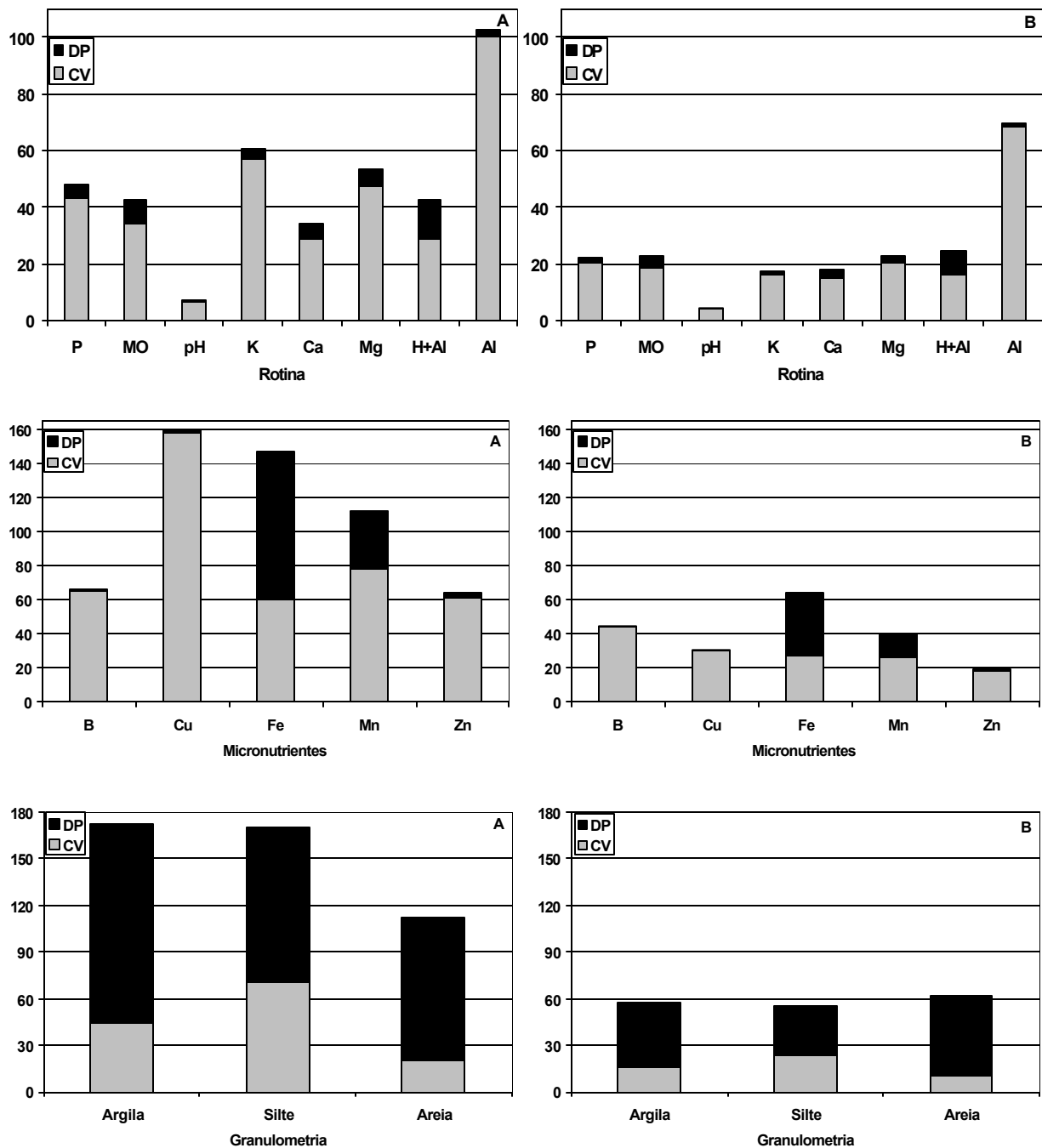


Fig. 3. Média dos coeficientes de variação (CV) e desvio padrão (DP) para todos os resultados (A) e após a exclusão dos resultados discrepantes (B) dos parâmetros de rotina de fertilidade do solo, micronutrientes e granulometria referentes às amostras de 2001.

os anos anteriores (Bernardi et al., 2002) e mostra o padrão de qualidade que os participantes têm alcançado. Os resultados desta Tabela mostram ainda que o número médio de asteriscos, de todos laboratórios avaliados foi de 12,5 porém quando se considera apenas os laboratórios com conceito A ou B, este valor cai para 10,2. Esta mesma observação feita para a Inexatidão e Imprecisão, mostram

que os valores também são reduzidos de 14,9 para 12,2 e de 21,2 para 14,4, respectivamente. Esta redução segue as mesmas tendências já observadas por Bernardi et al. (2002).

**Tabela 3.** Desempenho dos laboratórios participantes do PAQLF 2001 nas determinações de: P e K (Mehlich-1); pH (água); Ca, Mg e Al (KCl); H+ Al (acetato de Ca ou SMP) em 2001.

LAB	Nº asteriscos			Inexatidão	Imprecisão	IE	Classif.	Conceito
	Ano	Repetição	Ponderado					
2	9	2	11	13,1	25,5	81	46	B
3	7	0	7	8,3	9,5	91	20	A
4	4	0	4	4,8	4,6	95	6	A
5	6	0	6	7,1	13,2	90	27	B
7	2	0	2	2,4	4,4	97	4	A
8	0	0	0	0,0	4,2	98	1	A
9	13	3	16	19,0	13,4	84	40	B
10	6	0	6	7,1	10,5	91	19	A
11	0	0	0	0,0	16,0	92	16	A
13	35	2	37	44,0	18,9	69	60	C
14	23	0	23	27,4	22,8	75	50	B
15	17	4	21	25,0	33,0	71	57	B
16	28	3	31	36,9	20,6	71	56	B
17	42	0	42	50,0	13,8	68	61	C
18	6	0	6	7,1	12,2	90	24	B
19	9	0	9	10,7	9,6	90	26	B
20	0	0	0	0,0	4,9	98	3	A
21	13	0	13	15,5	25,0	80	49	B
22	15	0	15	17,9	21,4	80	47	B
23	26	8	34	40,5	22,3	69	59	C
24	1	0	1	1,2	10,0	94	8	A
25	4	0	4	4,8	13,4	91	22	A
26	6	0	6	7,1	13,9	89	28	B
27	6	0	6	7,1	15,0	89	30	B
29	19	3	22	26,2	25,9	74	51	B
31	2	0	2	2,4	9,4	94	9	A
32	2	0	2	2,4	12,5	93	12	A
33	0	0	0	0,0	12,0	94	10	A
34	5	1	6	7,1	11,0	91	21	A
35	0	0	0	0,0	173,2	13	66	C
36	17	3	20	23,8	6,5	85	38	B
37	19	2	21	25,0	8,0	83	41	B
38	8	0	8	9,5	5,5	92	13	A
40	3	0	3	3,6	16,2	90	25	B
41	11	2	13	15,5	8,3	88	34	B
42	9	0	9	10,7	15,5	87	35	B
44	9	2	11	13,1	9,5	89	32	B
45	28	1	29	34,5	22,3	72	54	B

47	31	2	33	39,3	18,8	71	58	B
48	18	4	22	26,2	56,3	59	63	C
50	33	5	38	45,2	39,5	58	64	C
51	10	0	10	11,9	22,3	83	43	B
52	33	2	35	41,7	61,9	48	65	C
53	10	0	10	11,9	10,5	89	31	B
55	2	0	2	2,4	13,3	92	14	A
56	4	1	5	6,0	25,9	84	39	B
57	6	0	6	7,1	9,2	92	17	A
58	6	0	6	7,1	16,0	88	33	B
59	1	0	1	1,2	9,5	95	7	A
61	1	0	1	1,2	17,7	91	23	A
62	2	0	2	2,4	14,0	92	18	A
63	34	5	39	46,4	27,5	63	62	C
64	2	0	2	2,4	4,7	96	5	A
65	29	4	33	39,3	16,2	72	53	B
66	14	4	18	21,4	11,8	83	42	B
67	13	2	15	17,9	17,8	82	44	B
68	1	0	1	1,2	3,6	98	2	A
70	0	0	0	0,0	173,2	13	67	C
71	16	1	17	20,2	17,1	81	45	B
72	11	0	11	13,1	26,2	80	48	B
73	17	1	18	21,4	31,1	74	52	B
74	3	0	3	3,6	10,0	93	11	A
78	15	3	18	21,4	7,4	86	37	B
81	5	0	5	6,0	9,8	92	15	A
82	11	2	13	15,5	41,8	71	55	B
83	17	0	17	20,2	8,5	86	36	B
86	12	0	12	14,3	7,5	89	29	B

Ausência de conceito devido à: (\*) não realização da determinação de H + Al; (\*\*) não envio de todos os resultados.

Em 2001, pelo segundo ano consecutivo, procedeu-se com a avaliação voluntária dos micronutrientes B, Cu, Fe, Mn e Zn no PAQLF. Apenas 18 participantes realizaram a análise de B, e destes, 61% obtiveram conceito A ou B (Tabela 4). Dos 32 participantes que realizaram as análises de Cu, Fe, Mn e Zn, utilizando como extrator a solução de Mehlich-1, apenas 44% obtiveram conceitos A ou B (Tabela 5), sendo essa uma proporção muito abaixo do observado para as análises de rotina, indicando que grandes variações estão ocorrendo.

O outro conjunto de determinações introduzidas foi a análise de granulometria. Conforme havia sido observado, houve uma grande adesão dos laboratórios, com 38 participantes realizando estas análises (Tabela 6). Neste caso, o desempenho foi melhor que nas análises de rotina, uma vez que 76% obtiveram os conceitos A e B.

**Tabela 4.** Desempenho dos laboratórios participantes na determinação do micronutrientes B (água quente) em 2001.

LAB	N° asteriscos			Inexatidão	Imprecisão	IE	Classif.	Conceito
	Ano	Repetição	Ponderado					
5	9	0	9	75,0	0,0	63	14	C
11	1	0	1	8,3	0,0	96	1	A
16	1	0	1	8,3	0,0	96	2	A
18	3	0	3	25,0	0,0	88	7	B
19	4	0	4	33,3	0,0	83	10	B
27	0	0	0	0,0	13,5	93	4	A
29	1	0	1	8,3	0,0	96	3	A
38	1	0	1	8,3	15,7	88	6	B
51	15	1	16	133,3	25,9	20	18	C
53	3	0	3	25,0	0,0	88	8	B
56	3	1	4	33,3	31,3	68	12	C
59	5	0	5	41,7	15,7	71	11	B
62	1	0	1	8,3	24,4	84	9	B
66	0	0	0	0,0	20,7	90	5	B
67	9	1	10	83,3	6,3	55	16	C
68	9	1	10	83,3	14,3	51	17	C
74	8	0	8	66,7	14,3	60	15	C
81	7	0	7	58,3	8,5	67	13	C

**Tabela 5.** Desempenho dos laboratórios participantes do PAQLF 2000 nas determinações dos micronutrientes: Cu, Fe, Mn e Zn (Mehlich-1) em 2001.

LAB	N° asteriscos			Inexatidão	Imprecisão	IE	Classif.	Conceito
	Ano	Repetição	Ponderado					
3	20	1	21	43,8	9,3	73	12	B
4	16	1	17	35,4	12,4	76	9	B
8	0	0	0	0,0	10,3	95	1	A
9	32	0	32	66,7	28,5	52	21	C
10	12	0	12	25,0	26,0	74	11	B
11	6	0	6	12,5	1,8	93	2	A
15	68	5	73	152,1	18,3	15	30	C
16	77	7	84	175,0	31,2			
17	43	6	49	102,1	66,2	16	29	C
18	15	2	17	35,4	0,0	82	6	B
19	30	5	35	72,9	0,0	64	18	C
27	3	0	3	6,3	47,9	73	13	B
29	7	0	7	14,6	8,2	89	5	B
31	27	0	27	56,3	13,3	65	15	C
34	5	0	5	10,4	10,3	90	4	B
37	52	4	56	116,7	22,0	31	27	C
38	9	0	9	18,8	20,6	80	7	B
47	24	0	24	50,0	47,9	51	22	C
48	16	3	19	39,6	9,4	75	10	B
50	19	2	21	43,8	37,8	59	19	C
51	4	0	4	8,3	11,9	90	3	B



53	37	4	41	85,4	13,7	50	23	C
56	14	3	17	35,4	20,3	72	14	B
59	37	1	38	79,2	5,9	57	20	C
62	49	3	52	108,3	15,8	38	25	C
65	41	3	44	91,7	33,6	37	26	C
66	12	0	12	25,0	20,7	77	8	B
67	45	7	52	108,3	91,1			
68	28	1	29	60,4	11,5	64	17	C
71	40	2	42	87,5	33,7	39	24	C
74	25	1	26	54,2	17,3	64	16	C
81	49	5	54	112,5	32,5	27	28	C

**Tabela 6.** Desempenho dos laboratórios participantes na determinação da granulometria no ano de 2001.

LAB	N° asteriscos			Inexatidão	Imprecisão	IE	Classif.	Conceito
	Ano	Repetição	Ponderado					
3	4	0	4	11,1	4,5	92	7	A
4	6	0	6	16,7	16,3	84	15	B
5	11	3	14	38,9	0,0	81	18	B
8	27	0	27	75,0	86,6	19	38	C
10	14	0	14	38,9	42,4	59	31	C
11	4	0	4	11,1	3,2	93	5	A
15	13	1	14	38,9	9,2	76	23	B
17	25	4	29	80,6	10,0	55	35	C
18	2	0	2	5,6	17,6	88	12	B
19	8	3	11	30,6	5,3	82	17	B
21	0	0	0	0,0	48,4	76	24	B
22	0	0	0	0,0	5,5	97	1	A
25	3	0	3	8,3	6,5	93	6	A
27	1	0	1	2,8	18,2	89	11	B
29	16	1	17	47,2	35,4	59	32	C
32	1	0	1	2,8	3,0	97	3	A
34	12	2	14	38,9	2,6	79	20	B
42	5	0	5	13,9	25,6	80	19	B
45	15	4	19	52,8	14,4	66	29	C
48	5	0	5	13,9	5,3	90	10	B
50	15	0	15	41,7	3,0	78	22	B
51	3	0	3	8,3	10,8	90	9	B
52	16	4	20	55,6	31,8	56	33	C
53	5	0	5	13,9	43,5	71	27	C
55	8	0	8	22,2	13,3	82	16	B
56	15	0	15	41,7	8,2	75	25	B
57	1	1	2	5,6	0,0	97	2	A
58	11	2	13	36,1	21,2	71	26	C
59	6	0	6	16,7	12,9	85	14	B
62	7	1	8	22,2	21,0	78	21	B
65	4	0	4	11,1	4,9	92	8	A

66	19	0	19	52,8	34,8	56	34	C
67	15	3	18	50,0	11,3	69	28	C
71	4	1	5	13,9	13,8	86	13	B
72	35	5	40	111,1	7,0	41	37	C
78	31	0	31	86,1	26,0	44	36	C
81	0	0	0	0,0	5,8	97	4	A
83	14	5	19	52,8	19,6	64	30	C

Atualmente, o método proposto pelo PAQLF para a extração dos micronutrientes Cu, Fe, Mn e Zn é a solução de Mehlich 1, na proporção de 1:5, seguindo a metodologia descrita por Silva et al. (1998). Porém, observou-se que muitos laboratórios participantes utilizam a mesma relação de solo / solução extratora utilizada para o P e K, ou seja 1:10. A partir daí, realizou-se um levantamento entre os 32 laboratórios que estão sendo avaliados para a análise dos micronutrientes, solicitando que fosse indicado a relação utilizada. Os resultados estão na Tabela 7 e indicam que a maioria utiliza o extrato 1:10. Além disso, a observação dos valores dos Índices de Eficiência indicam que este laboratórios estão com um desempenho superior àqueles que utilizam a outra relação (1:5).

A determinação da granulometria, de acordo com a metodologia proposta (Embrapa, 1997) pode ser executada tanto pelo método da pipeta como pelo do densímetro. Deste modo, procedeu-se também com um levantamento sobre qual das metodologias está sendo utilizada pelos laboratórios. Os resultados da Tabela 7 indicaram que existe um equilíbrio entre ambas metodologias utilizadas nos

laboratórios. Os melhores resultados, baseados no Índice de Eficiência médio, foram obtidos por aqueles laboratórios que utilizaram o método do densímetro.

Todo laboratório de rotina necessita de amostras de referência para controle de qualidade do seu programa diário de análises. Bernardi et al. (2002) verificou que 81% dos laboratórios participantes do PAQLF utilizam amostras controle interno. De acordo com Collins & Budden (1998) os padrões podem ser internos, preparados no próprio laboratório, ou externos. Estes padrões externos fornecem uma estimativa não tendenciosa da habilidade dos laboratórios para determinarem com acurácia um valor em uma determinação. Apesar da importância reconhecida, não existe disponibilidade de materiais que ofereçam valores médios para os parâmetros de fertilidade e seus intervalos de confiança. Por este motivo, as amostras utilizadas no ano de 2001, passarão a ser oferecidas com amostras de referência aos laboratórios interessados: Para isso, são apresentados na Tabela 8, os resultados da média, desvio padrão, valores mínimo e máximo, referentes aos parâmetros analisados (rotina de fertilidade, micronutrientes e granulometria).

**Tabela 7.** Comparação dos resultados dos participantes do PAQLF 2001 que utilizam as relações solo / solução extratora (Mehlich 1) de 1:5 e 1:10 para os micronutrientes Cu, Fe, Mn e Zn e os métodos da pipeta e do densímetro para granulometria.

Método	Número*	Asteriscos	Inexatidão	Imprecisão	IE
<b>Micronutrientes – Cu, Fe, Mn e Zn (Mehlich 1)</b>					
<b>Relação solo/extrator 1:5</b>	5	21	103,4	18,6	49,3
<b>Relação solo/extrator 1:10</b>	20	28,8	59,9	27,7	59,0
<b>Todos</b>	32	29	60,4	22,8	62,3
<b>Granulometria</b>					
<b>Pipeta</b>	18	12,5	34,7	14,6	75,3
<b>Densímetro</b>	15	8,5	23,5	16,3	79,8
<b>Todos</b>	38	11,1	30,8	17,1	76,0

\* Laboratórios que não informaram o método: 7 para os micronutrientes, e 5 para a granulometria.

**Tabela 8.** Resultados médios, desvio padrão, coeficientes de variação e valores máximos e mínimos das amostras utilizadas no PAQLF 2001.

	P	MO	pH	K	Ca	Mg	H + Al	Al	B	Cu	Fe	Mn	Zn	Argila	Silte	Areia
	mg dm <sup>-3</sup>	g dm <sup>-3</sup>	água								mg dm <sup>-3</sup>				g kg <sup>-1</sup>	
<b>Amostra 1</b>																
<b>MED</b>	3,4	27,8	4,53	2,19	9	8,1	75,9	11,5	0,49	0,85	73,9	7,78	1,1	343,7	139,5	510,8
<b>S</b>	0,9	5,2	0,18	0,34	1,6	1,3	9,2	1,8	0,094	0,24	18,5	1,46	0,2	62,4	26,8	52,2
<b>CV %</b>	25,6	18,6	3,9	15,7	18,1	16	12,2	15,9	19,2	28,4	25	18,8	17,7	18,2	19,2	10,2
<b>MIN</b>	2	17	4,2	1,5	6	6	57	8	0,3	0,5	46	4,9	0,7	219	86	406
<b>MAX</b>	5	38	4,9	2,9	12	11	94	15	0,68	1,2	102	10,7	1,5	469	193	615
<b>Amostra 2</b>																
<b>MED</b>	6,9	54,7	6,09	8,49	59,9	34,9	45,6	0,1	0,717	2,18	111,3	125,72	7,49	317,8	178,6	503,2
<b>S</b>	1,6	10,3	0,21	1,65	7	6,3	7,3	0,4	0,175	0,43	39,7	45,85	1,03	37,7	34,5	65,8
<b>CV %</b>	23,4	18,9	3,5	19,5	11,8	18	16	298,8	24,4	19,9	35,6	36,5	13,8	11,9	19,3	13,1
<b>MIN</b>	4	34	5,7	5,2	46	22	31	0	0,45	1,3	52	56,9	5,4	242	110	372
<b>MAX</b>	9	75	6,5	11,8	74	47	60	0	0,98	3,1	171	194,5	9,5	393	248	635
<b>Amostra 3</b>																
<b>MED</b>	8	24,6	4,73	6,94	17	14,1	85	21,4	0,452	0,34	354,5	19,27	1,49	527,3	227,7	250,1
<b>S</b>	1,45	4	0,23	1,19	2,6	2,55	14,7	3,15	0,138	0,15	87,4	3,365	0,29	45,6	45,5	43,9
<b>CV %</b>	17,9	16,3	4,7	17,2	15,4	18,3	17,3	14,8	30,3	4,3	24,75	17,45	19,2	8,65	20,25	17,55
<b>MIN</b>	6	16,5	4,25	4,55	11,5	9	55,5	15	0,245	0,15	223	12,55	0,9	436	150	162
<b>MAX</b>	10,5	32,5	5,2	9,3	22	19	115	28	0,66	0,5	486	26	2,05	618,5	305,5	338
<b>Amostra 4</b>																
<b>MED</b>	6,1	26	5,99	1,79	28,8	14,2	24	0,5	0,327	0,47	47,6	45,41	2,7	151	93,1	752,6
<b>S</b>	1	5	0,19	0,28	3,4	2,4	4,4	0,3	0,059	0,13	13,9	10,41	0,47	21,9	21,4	55,3
<b>CV %</b>	17,1	19,4	3,2	15,8	11,7	17,2	18,5	55,4	18,1	28,7	29,2	22,9	17,4	14,5	23	7,3
<b>MIN</b>	4	16	5,6	1,2	22	9	15	0	0,21	0,3	27	29,8	1,8	107	61	642
<b>MAX</b>	8	36	6,4	2,4	35	19	33	1	0,45	0,7	68	61	3,6	195	125	863
<b>Amostra 5</b>																
<b>MED</b>	5,3	8,8	5,79	0,57	7,4	4	13,8	0,2	0,248	0,33	52,7	54,39	3,59	38,5	37,9	896,6
<b>S</b>	1,2	2	0,22	0,1	1,1	1,2	2,7	0,3	0,098	0,08	9,5	16,48	0,52	17,5	11,5	71,8
<b>CV %</b>	22	23,1	3,9	17,6	15,6	29,1	19,3	147,6	39,6	23,4	18	30,3	14,5	45,5	30,4	8
<b>MIN</b>	4	6	5,3	0,4	5	2	8	0	0,1	0,2	34	29,7	2,6	21	21	753
<b>MAX</b>	7	12	6,2	0,8	10	6	19	1	0,4	0,4	72	79,1	4,6	56	55	999
<b>Amostra 6</b>																
<b>MED</b>	30,2	19,8	5,00	4,74	21,3	8,5	37,0	1,7	0,344	3,57	85,7	14,74	2,00	241,4	117,9	635,2
<b>S</b>	4,4	3,6	0,00	0,61	2,4	1,6	5,3	0,7	0,103	0,51	15,1	2,94	0,00	36,6	38,2	50,9
<b>CV %</b>	14,7	18,4	0,0	12,9	11,1	18,3	14,4	39,0	30,0	14,2	17,7	20,0	0,0	15,2	32,4	8,0
<b>MIN</b>	21	13	5,0	3,5	17	5	26	1	0,19	2,6	55	8,9	2,0	168	61	533
<b>MAX</b>	39	27	5,0	6,0	26	12	48	3	0,50	4,6	116	20,6	2,0	315	175	737
<b>Amostra 7</b>																
<b>MED</b>	4,3	26,7	5,58	1,42	35,5	30	49,1	0,6	0,323	0,52	88,8	198,04	9,5	227,3	190	587,1
<b>S</b>	0,9	4,8	0,21	0,22	5,4	4,9	7,4	0,4	0,099	0,15	28,1	61,77	2,16	42,5	29,2	36,2
<b>CV %</b>	20,4	17,9	3,7	15,6	15,3	16,3	15,1	65,2	30,8	28,9	31,7	31,2	22,8	18,7	15,4	6,2
<b>MIN</b>	3	17	5,2	1	25	20	34	0	0,17	0,3	47	105,4	6,3	142	132	515
<b>MAX</b>	6	36	6	1,9	46	40	64	1	0,47	0,7	131	290,7	12,7	312	248	660
<b>Amostra 8</b>																
<b>MED</b>	5,1	25,6	5,14	1,38	17,4	13,7	43,6	2,1	0,024	0,48	215,3	99,16	17,77	241,4	117,9	635,2
<b>S</b>	0,9	4,3	0,24	0,2	2,7	2,8	7,4	0,7	0,058	0,15	49	22,56	2,74	36,6	38,2	50,9
<b>CV %</b>	18,2	16,8	4,7	14,3	15,3	20,4	17	31,9	244,2	32,1	22,8	22,8	15,4	15,2	32,4	8
<b>MIN</b>	3	17	4,7	1	12	10	29	1	0,03	0,2	142	65,3	12,3	168	61	533
<b>MAX</b>	7	34	5,6	1,8	23	18	58	3	0,08	0,7	289	133	23,2	315	175	737

## Referências Bibliográficas

ABREU, C. A.; ABREU, M. F.; RAIJ, B. van; BATAGLIA, O. C.; ANDRADE, J. C. Extraction of boron from soil by microwave heating for ICP-EAS determination. **Communication in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v.25, n.19/20, p.3321-3333, 1994.

BERNARDI, A. C. C.; SILVA, C. A. **Programa de análise de qualidade de laboratórios de fertilidade (PAQLF) que usam o método Embrapa: desempenho em 2000**. Rio de Janeiro: Embrapa Solos, 2001. 8 p. (Embrapa Solos. Comunicado Técnico, 6).

BERNARDI, A. C. C.; SILVA, C. A.; MENEGUELLI, N. A. **Programa de análise de qualidade de laboratórios de fertilidade (PAQLF) que usam o método Embrapa: desempenho em 1999 e perfil dos participantes**. Rio de Janeiro: Embrapa Solos, 2001. 8 p. (Embrapa Solos. Comunicado Técnico, 5).

BERNARDI, A. C. C.; SILVA, C. A.; PÉREZ, D. V.; MENEGUELLI, N. A. Analytical quality program of soil fertility laboratories that adopt Embrapa methods in Brazil. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v.33, n.15-18, p. 2661-2672, 2002.

CANTARELLA, H. A. Qualidade da análise de solo. In: SIQUEIRA, J. O.; MOREIRA, F. M. S.; LOPES, A. S.; GUILHERME, L. R. G.; FANQUIN, V.; FURTINI NETO, A. E.; CARVALHO, J. G. (ed.). **Inter-relação fertilidade, biologia do solo e nutrição de plantas = Soil fertility, soil biology, and plant nutrition interrelationships**. Viçosa: SBCS; Lavras: UFLA/DCS, 1999. p. 321-335.

CANTARELLA, H.; WIETHOLTER, S.; BERNARDI, A. C. C.; VITTI, G. C.; CANTARUTTI, R. B.; MUNIZ, A. S.; OLIVEIRA, M. H. Programas de avaliação de qualidade das

análises de solo e de planta no Brasil. **Boletim Informativo Sociedade Brasileira Ciência do Solo**, Viçosa, v.26, n.1, p. 20-24, 2001.

COLLINS, C., BUDDEN, A. L. **Soil analysis techniques: the need to combine precision with accuracy**. New York: The International Fertiliser Society, 1998. 20 p. (Proceedings, 418)

EMBRAPA. Centro Nacional de Pesquisa de Solos. **Manual de métodos de análise de solo**. Rio de Janeiro: Centro Nacional de Pesquisa de Solos – CNPS, 1997. 212 p. (EMBRAPA-CNPS. Documentos, 1).

PÉREZ, D. V.; MENEGUELLI, N. A. **Programa de análise de qualidade de laboratórios de fertilidade (PAQLF) que usam o método EMBRAPA CNPS: biênio 1994/95**. Rio de Janeiro: EMBRAPA-CNPS, 1997. 16 p. (EMBRAPA-CNPS. Pesquisa em Andamento, 3)

QUAGGIO, J. A.; CANTARELLA, H.; RAIJ, B. van. Evolution of the analytical quality of soil testing laboratories integrated in a sample exchange program. **Communication in Soil Science and Plant Analysis**, v.25, n.7/8, p.1007-1014, 1994.

SILVA, C. A.; PÉREZ, D. V.; MENEGUELLI, N. A.; BERNARDI, A. C. C.; AVELLAR, M. L. **Programa de análise de qualidade de laboratórios de fertilidade (PAQLF) que adotam o método da Embrapa Solos: relatório do período 1994/98**. Rio de Janeiro: Embrapa Solos, 2000. 33 p. (Embrapa Solos. Boletim de Pesquisa, 17).

SILVA, F. C.; EIRA, P.A.; BARRETO, W.O.; PÉREZ, D. V.; SILVA, C.A. **Manual de métodos de análises químicas para avaliação da fertilidade do solo**. Rio de Janeiro: EMBRAPA-CNPS, 1998. 56p. (Embrapa-CNPS. Documentos, 3).

### Comunicado Técnico, 10

Ministério da  
Agricultura,  
Pecuária e  
Abastecimento

Exemplares desta edição podem ser adquiridos na:  
**Embrapa Solos**  
Endereço: Rua Jardim Botânico, 1024 Jardim Botânico - Rio de Janeiro, RJ  
Fone: (21) 2274.4999  
Fax: (21)2274.5991  
E-mail: sac@cnps.embrapa.br

1ª edição  
1ª impressão (2002): 300 exemplares

### Expediente

Supervisor editorial: *Eduardo Godoy*  
Revisão de texto: *André Luiz da Silva Lopes*  
Editoração eletrônica: *André Luiz da Silva Lopes*