



Programa de Análise de Qualidade de Laboratórios de Fertilidade (PAQLF) que Usam o Método Embrapa: Resultados de 2002

Alberto C. de Campos Bernardi¹

Resumo

No ano de 2002, o desempenho dos laboratórios participantes do PAQLF foi avaliado através dos resultados analíticos de 12 amostras de terra. Os participantes analisaram obrigatoriamente P e K (Mehlich-1); pH (água); Ca, Mg e Al (KCl); H+Al (acetato de Ca ou SMP); e matéria orgânica (colorimétrico ou Walkey-Black); e facultativamente os micronutrientes B (água quente); Cu, Fe Mn e Zn (Mehlich-1) e granulometria. Dos 92 laboratórios inscritos inicialmente, foram avaliados 64 laboratórios, dos quais 93,7% apresentaram conceitos A ou B e foram habilitados ao uso do selo de qualidade. Destes, 13 laboratórios (20,3%) obtiveram conceito A. A ordem decrescente do número total de asteriscos nas análises de rotina foi P > matéria orgânica > K > Mg > H+Al > Ca > pH > Al. Para os micronutrientes, a ordem foi Fe > Mn > Zn > Cu > B, e para granulometria, silte > argila > areia. Os coeficientes de variação dos parâmetros analisados nas 12 amostras do ano pelos participantes foram, em ordem decrescente, Al > Mg > Ca > K > H+Al > P > matéria orgânica > pH, sendo que os valores ficaram na faixa de 158 a 4%. Para os micronutrientes, a ordem foi B > Zn > Cu > Fe > Mn, com

valores entre 162 a 16%. Para granulometria, foi silte > argila > areia, com valores de 43, 29, e 12%.

Introdução

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

¹ Pesquisador Dr. da Embrapa Solos, Rua Jardim Botânico, 1024. Rio de Janeiro - RJ. CEP: 22460-000. E-mail: alberto@cnpes.embrapa.br.

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 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 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 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.

O objetivo deste trabalho foi apresentar os resultados e a avaliação de desempenho dos laboratórios participantes no Programa de Análise de Qualidade de Laboratórios de Fertilidade (PAQLF) no ano de 2002.

Metodologia

A avaliação da qualidade dos laboratórios ocorreu durante o ano de 2002, 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 apresentavam 3 repetições. A numeração adotada foi de 83 a 94, sendo que uma amostra com repetição recebeu os códigos 84, 88 e 92 e a outra, 85, 89 e 93. Os resultados analíticos foram enviados pelos participantes à Embrapa Solos, através da home-page do PAQLF (<http://www.cnps.embrapa.br/paqlf>), utilizando o Sistema PAQLF 1.0, e a partir destes resultados foram emitidos 5 relatórios (4 parciais e 1 relatório final).

A metodologia de avaliação baseou-se na análise obrigatória de P e K (Mehlich-1); pH (água); Ca, Mg e Al (KCl); H+Al (acetato de Ca ou SMP); e de matéria orgânica (método colorimétrico ou Walkley-Black), seguindo a metodologia descrita por Silva et al. (1998). Foram analisadas também, facultativamente, as determinações dos micronutrientes B extraídos 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 também avaliada 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, o desvio padrão, e os valores mínimo e máximo para as amostras. Com isso, foi estabelecido um conjunto de amostras de referência.

A metodologia de 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 baseou-se no coeficiente de variação (CV), sendo rejeitados e receberam asteriscos quando estavam fora dos limites de tolerância, estabelecidos a partir da expressão: $\text{média} \pm \mathbf{a} \mathbf{S}$. Onde, \mathbf{S} =desvio padrão; $\mathbf{a} = 1$, para $CV > 50\%$; $\mathbf{a} = 1,5$, para $20\% > CV < 50\%$; e $\mathbf{a} = 2,0$, 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 2002, 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: $\text{IE} = 100 - (\text{Inexatidão} + \text{Imprecisão}) / 2$.

O IE serve como base para a classificação dos laboratórios uma vez que, a partir dele, são atribuídos conceitos da seguinte maneira: **A** para $\text{IE} > 91$; **B** para $71 > \text{IE} < 91$; e **C** para $\text{IE} < 71$. Os participantes que obtiveram conceitos A e B foram habilitados a utilizar, no ano de 2003, o Selo de Qualidade, que está representado na Figura 1.



Fig. 1: Selo de Qualidade do ano de 2003, para os participantes do PAQLF que obtiveram conceitos A e B em 2002.

Resultados

No ano de 2002 houve 92 laboratórios inscritos para participar do PAQLF. A natureza destes laboratórios participantes é muito variada e está distribuída da seguinte maneira: laboratórios particulares (iniciativa privada e cooperativas), 34 (37%); instituições de ensino (públicas e privadas e de ensino médio e superior), 22 (24%); unidades da Embrapa, 20 (22%); instituições de pesquisa e extensão (estaduais e municipais), 16 (17%). O seguimento que tem apresentado maior crescimento entre os participantes é o dos laboratórios particulares, especialmente os da iniciativa privada e independentes. O aumento no número destes laboratórios reflete a expansão das fronteiras agrícolas brasileira.

Quanto às regiões em que estão localizados os participantes do PAQLF, observa-se que 36% estão na região Centro-Oeste, e a distribuídos pelos estados de Goiás, 17; Mato Grosso, 7; Mato Grosso do Sul, 6; e Distrito Federal, 3. Na região Nordeste estão 33% dos participantes, sendo que a distribuição por estado é Bahia, 9; Pernambuco, 5; Ceará, 3; Paraíba, 3; Piauí, 3; Alagoas, 2; Rio Grande do Norte, 2; Sergipe, 2; e Maranhão, 1. Na região Norte estão 15% dos laboratórios do PAQLF, cuja localização por Estado é Amazonas, 3; Tocantins, 3; Acre, 2; Pará, 2; Rondônia, 2; Amapá, 1; e Roraima, 1. Na região Sudeste também possui 15% dos participantes, que estão localizados no Rio de Janeiro, 8; Espírito Santo, 5; e Minas Gerais, 1. Na região Sul existe 1 participante no Estado do Paraná.

Na Tabela 1 é apresentado o número de asteriscos totais por parâmetros analisados nas amostras utilizadas no ano de 2002. Como os valores fora dos limites de tolerância são os que recebem os asteriscos, este procedimento torna possível de serem detectados quais os parâmetros onde ocorreram as maiores variações. Na Figura 2, estão apresentadas as informações por determinações indicando o número de asteriscos totais e médios por parâmetros analisados. 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 P > matéria orgânica > K > Mg > H+Al > Ca > pH > Al (Figura 2A e B). Para os micronutrientes a ordem foi Fe > Mn > Zn > Cu > B (Figura 2C e D), e para granulometria, silte > argila > areia (Figura 2E e F).

Tabela 1. Número de asteriscos referentes às amostras de 2002.

P	MO	pH	Rotina						B	Micronutrientes				Granulometria			Total
			K	Ca	Mg	H+Al	Al	Cu		Fe	Mn	Zn	Are	Sil	Arg		
17	34	4	15	8	3	1	7	9	4	32	9	1	13	9	24	273	
15	36	4	11	3	2	1	3	8	12	18	11	11	5	36	25	285	
64	47	7	9	3	8	17	2	5	1	27	14	14	34	28	10	375	
76	17	5	0	12	18	9	0	3	8	31	32	17	9	22	3	348	
24	32	2	9	4	10	3	2	6	12	36	18	10	6	14	3	278	
17	22	8	18	2	13	8	6	7	11	16	13	6	4	28	13	280	
52	42	2	20	7	3	8	1	4	7	17	23	23	33	21	1	353	
6	40	5	7	5	8	2	4	5	6	33	15	6	12	40	4	288	
24	15	2	24	19	38	8	1	9	12	27	22	16	26	26	4	364	
22	16	5	12	0	0	3	1	7	8	12	8	15	8	16	20	245	
100	26	2	0	0	0	9	0	2	3	15	14	9	17	40	7	337	
4	31	1	4	8	19	3	0	5	11	34	24	17	17	27	3	302	
421	358	47	129	71	122	72	27	70	95	298	203	145	184	307	117		

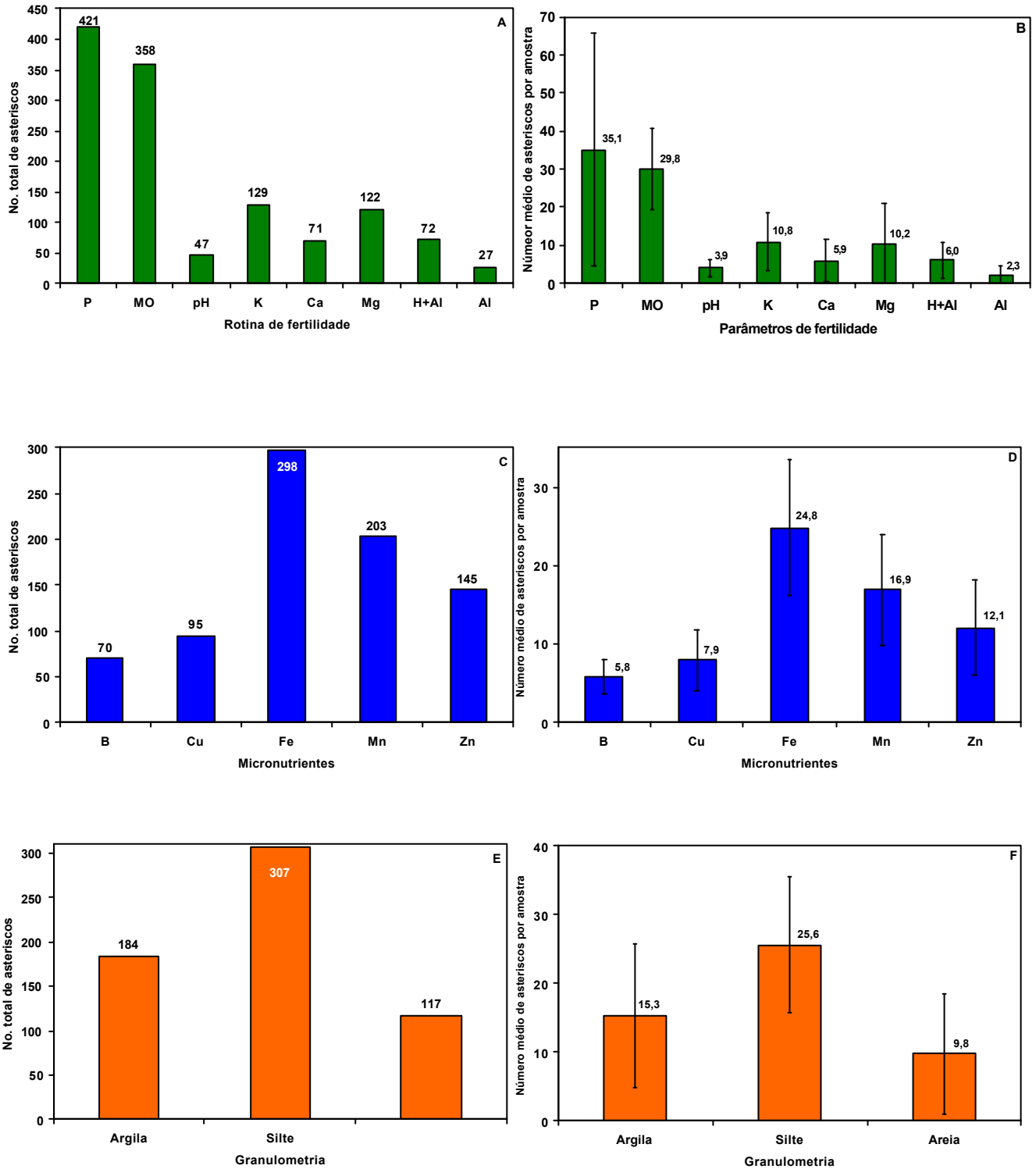


Fig. 2: Número total e médio de asteriscos, respectivamente, dos parâmetros de rotina de fertilidade do solo (A e B), micronutrientes (C e D) e granulometria (E e F) referentes às amostras de 2002. As barras verticais indicam o desvio padrão.

Estas tendências observadas no trabalho atual estão em concordância com os resultados dos anos de 2000 e 2001, relatados por Bernardi e Silva (2001) e Bernardi (2002), nos quais os menores números de asteriscos valores foram observados nas determinações de rotina de pH e Al, sendo que nos demais parâmetros houve uma alteração da ordem, porém os maiores números de asteriscos são encontrados nas determinações de P e matéria orgânica. Para os micronutrientes, houve alguma alteração, sendo que o Fe continua representando o extremo de maior número de asteriscos. Como também já havia sido observado anteriormente, a determinação de silte é a que apresenta maior número de asteriscos, isso ocorre pois este parâmetro não é determinado diretamente, e sim calculado, portanto quaisquer variações (ou erros) que ocorram nas determinações de argila e areia serão refletidas neste parâmetro.

Na Tabela 2, observam-se os coeficientes de variação dos parâmetros analisados nas 12 amostras do ano e por parâmetros. Os resultados indicam a existência de altas discrepâncias entre os resultados, que podem ser reduzidas a partir da exclusão dos resultados fora das faixas de

tolerância. 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 2002. Os valores do coeficiente de variação (CV) na primeira rodada ficaram na faixa de 185 a 14% sendo em ordem decrescente correspondente a Al > K > H+Al > Mg > Ca > matéria orgânica > P > pH (Figura 3A). Após a terceira e última rodada, com os valores discrepantes já excluídos, a faixa de valores reduziu-se para valores entre 158 a 4%. Então, a ordem decrescente passou a ser Al > Mg > Ca > K > H+Al > P > matéria orgânica > pH (Figura 3B). Para os micronutrientes, a faixa inicial de variação foi de 212 a 55%, sendo que a ordem decrescente foi B > Zn > Cu > Fe > Mn (Figura 3C). E, do mesmo modo, após a eliminação dos resultados discrepantes, houve uma redução no CV médio para a faixa de 162 a 16%, e a ordem decrescente correspondeu a B > Zn > Cu > Fe > Mn (Figura 3D). O mesmo procedimento foi adotado para a granulometria, sendo que os valores inicialmente obtidos para silte, argila e areia foram respectivamente 84, 81 e

Tabela 2. Coeficientes de variação (CV%) das amostras de 2002, 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
Todos os resultados																
83	31,8	64,3	13,3	120,8	96,0	109,6	153,5	132,1	223,0	66,9	54,5	42,9	126,8	48,3	58,6	52,0
84	29,8	43,1	14,3	137,1	173,9	179,5	146,6	136,4	124,6	81,1	130,6	73,1	266,2	48,5	67,3	73,7
85	58,7	125,3	14,2	357,3	98,8	155,7	112,4	429,3	547,7	85,8	89,3	37,2	111,8	105,6	113,8	47,3
86	66,3	43,8	18,4	117,4	99,0	97,7	115,5	237,3	72,1	92,8	74,2	54,2	97,1	49,2	54,8	48,1
87	64,0	39,6	13,7	105,5	113,5	64,2	118,2	597,2	40,7	57,6	35,9	46,0	185,0	50,4	61,1	49,6
88	156,5	38,5	17,6	100,1	87,0	89,8	127,7	105,5	136,6	47,8	42,4	52,7	265,0	51,6	66,3	80,6
89	58,5	129,2	13,9	166,8	100,4	119,7	120,5	793,7	215,8	76,0	50,3	61,4	160,2	120,6	193,4	48,8
90	146,0	114,5	14,3	128,8	84,9	99,6	113,3	411,2	140,8	73,0	40,0	49,7	248,8	54,0	69,1	48,0
91	55,6	163,0	13,4	152,1	92,5	183,5	124,0	793,7	432,6	103,5	67,6	62,0	166,2	60,0	70,6	51,5
92	70,8	79,7	14,4	119,3	52,4	67,5	101,3	25,3	166,4	66,4	45,4	65,5	262,0	47,1	102,2	136,8
93	19,0	22,1	4,2	232,4	96,4	57,1	98,7	611,5	307,8	43,1	37,6	67,0	152,4	275,3	94,8	42,0
94	85,5	36,1	13,7	95,1	37,7	85,3	81,8	230,1	136,6	82,5	42,4	46,4	265,7	55,3	55,9	40,3
Exclusão dos resultados discrepantes																
83	19,6	23,7	5,1	15,5	13,4	16,6	19,2	24,0	223,0	32,0	17,3	32,1	48,0	7,7	21,9	16,5
84	15,8	18,3	7,6	18,8	42,3	58,2	17,0	17,0	124,6	23,2	25,4	0,0	48,1	7,7	29,2	19,8
85	33,5	38,4		42,4	39,1	54,6	41,6	429,3	547,7	23,1	27,3	20,2	33,1	58,7	120,0	3,0
86	23,8	19,0	3,9	26,0	15,7	17,3	22,3	237,3	72,1	22,3	24,9	30,0	29,7	9,8	14,7	11,1
87	25,0	20,5		16,2	17,8	24,8	20,0	597,2	14,6	14,1	14,9	15,1	84,2	7,4	24,4	6,9
88	20,0	15,8	6,3	20,3	45,9	47,7	18,5	18,6	136,1	20,0	17,7	0,0	97,5	9,9	35,6	20,0
89	34,1	44,4	5,4	50,2	38,5	61,2	34,6	793,7	199,1	27,3	20,1	23,7	75,4	76,4	92,4	9,4
90	38,3	24,2	4,8	15,0	15,4	32,7	29,5	411,2	0,0	25,6	20,5	20,9	120,4	14,4	27,5	7,7
91	22,9	19,6	3,8	21,6	12,8	77,1	24,0	793,7	21,1	47,2	18,5	14,8	34,7	17,6	38,1	13,8
92	20,2	18,6	6,2	19,0	43,7	57,5	17,9	16,9	166,4	26,8	18,4	0,0	88,7	9,5	29,9	27,0
93	19,0	22,1	4,2	48,7	39,1	57,1	33,2	611,5	307,8	10,1	18,8	19,8	27,6	110,7	57,8	5,0
94	21,8	16,1	3,9	13,1	13,4	65,4	14,2	230,1	136,1	39,7	20,5	13,1	87,8	16,1	26,6	7,1

60%, e após a eliminação dos valores discrepantes, os valores foram 43, 29, e 12% (Figuras 3 E e F).

Estes resultados seguem a mesma tendência dos resultados anteriores do PAQLF apresentados por Pérez & Meneguelli (1997), Bernardi et al. (2001), Bernardi e Silva (2001), e Bernardi (2002) e dos apresentados por Cantarella (1999), referentes ao Programa do Instituto Agrônomo de Campinas - IAC.

Nas Tabelas 3, 4 e 5 são apresentados os desempenhos dos participantes, no ano de 2002, para as análises de rotina obrigatórias e as facultativas. Em 2002 participaram 92 laboratórios do PAQLF, destes 28 (30%) 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.

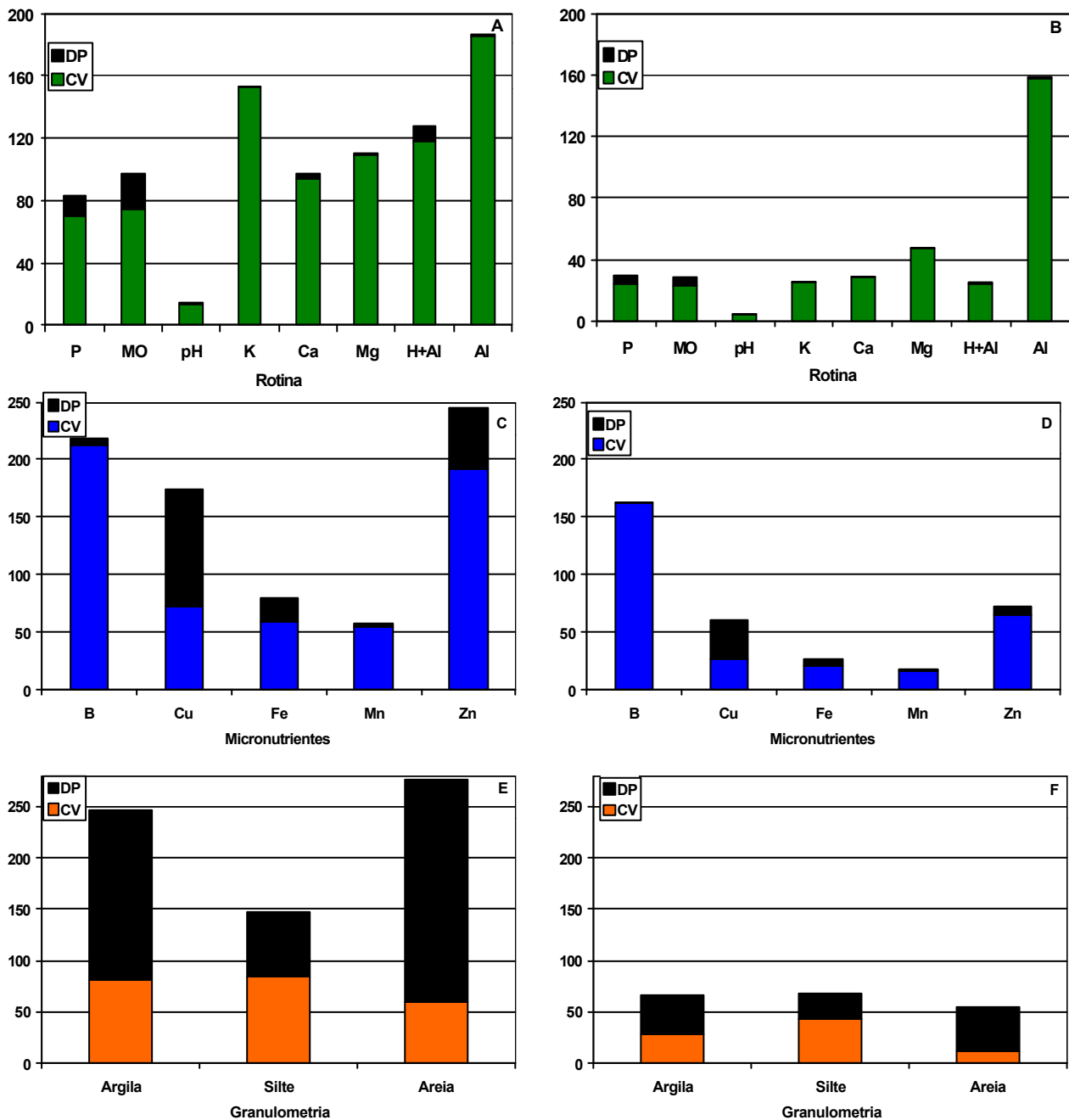


Fig. 3: Média dos coeficientes de variação (CV) e desvio padrão (DP) para todos os resultados e após a exclusão dos resultados discrepantes dos parâmetros de rotina de fertilidade do solo (A e B), micronutrientes (C e D) e granulometria (E e F) referentes às amostras de 2002.

Tabela 3. Desempenho dos laboratórios participantes do PAQLF 2002 nas determinações de: P e K (Mehlich-1); pH (água); Ca, Mg e Al (KCl); H + Al (acetato de Ca ou SMP) no ano de 2002.

Nº Lab	Ano	Nº asteriscos		Inexatidão	Imprecisão	IE	Classif.	Conceito
		Repetição	Ponderado					
2	14	4	9	8,0	18,2	87	B	25
3	9	0,5	4,75	4,2	10,3	93	A	4
4	3	0,5	1,75	1,6	15,7	91	A	9
5	9	1	5	4,5	11,9	92	A	7
7	10	0,5	5,25	4,7	12,6	91	A	10
8	1	0,5	0,75	0,7	9,2	95	A	1
9	14	0,5	7,25	6,5	42,2	76	B	55
10	2	1	1,5	1,3	12,7	93	A	3
11	14	1,5	7,75	6,9	3,8	95	A	2
12	63	3,5	33,25	29,7	29,0	71	B	58
15	36	3,5	19,75	17,6	52,5	65	C	60
16	46	1,5	23,75	21,2	18,7	80	B	49
18	12	2	7	6,3	18,0	88	B	20
19	14	1	7,5	6,7	17,7	88	B	22
20	14	1,5	7,75	6,9	7,6	93	A	5
21	23	3	13	11,6	37,0	76	B	54
22	15	2	8,5	7,6	16,8	88	B	21
24	10	2	6	5,4	32,9	81	B	48
25	3	0	1,5	1,3	17,6	91	A	13
26	29	3,5	16,25	14,5	18,1	84	B	38
29	12	1,5	6,75	6,0	21,6	86	B	30
31	8	0,5	4,25	3,8	30,2	83	B	42
33	12	2	7	6,3	20,3	87	B	27
36	24	1,5	12,75	11,4	22,1	83	B	40
37	19	1,5	10,25	9,2	22,1	84	B	34
38	25	2,5	13,75	12,3	24,8	81	B	47
39	40	2,5	21,25	19,0	34,9	73	B	57
40	11	0,5	5,75	5,1	18,7	88	B	19
41	19	2	10,5	9,4	16,7	87	B	24
42	15	2	8,5	7,6	19,0	87	B	28
44	18	1	9,5	8,5	21,1	85	B	33
45	20	2	11	9,8	21,8	84	B	37
50	40	3	21,5	19,2	21,0	80	B	50
51	4	1	2,5	2,2	15,0	91	A	8
52	24	1	12,5	11,2	23,1	83	B	43
53	10	1	5,5	4,9	17,4	89	B	17
55	5	0,5	2,75	2,5	30,4	84	B	39
56	1	0,5	0,75	0,7	16,8	91	A	11
58	34	6	20	17,9	0,0	91	A	12
59	16	2	9	8,0	19,0	87	B	29
61	8	2	5	4,5	17,2	89	B	15
62	8	0,5	4,25	3,8	17,9	89	B	16
63	19	3	11	9,8	6,2	92	A	6
64	15	1	8	7,1	18,0	87	B	23
65	15	6	10,5	9,4	74,7	58	C	61
66	27	1,5	14,25	12,7	21,1	83	B	41
67	30	6,5	18,25	16,3	85,8	49	C	62
68	22	2	12	10,7	10,8	89	B	14
69	18	1	9,5	8,5	32,1	80	B	51

Tabela 3 (continuação). Desempenho dos laboratórios participantes do PAQLF 2002 nas determinações de: P e K (Mehlich-1); pH (água); Ca, Mg e Al (KCl); H+Al (acetato de Ca ou SMP) no ano de 2002.

Nº. Lab	Ano	Nº asteriscos		Inexatidão	Imprecisão	IE	Classif.	Conceito
		Repetição	Ponderado					
71	8	1	4,5	4,0	19,2	88	B	18
72	21	2	11,5	10,3	24,3	83	B	44
73	18	3,5	10,75	9,6	36,0	77	B	53
76	28	2	15	13,4	27,5	80	B	52
77	0	0	0	0,0	31,5	84	B	36
78	31	1,5	16,25	14,5	20,5	82	B	45
81	38	2,5	20,25	18,1	17,2	82	B	46
82	25	2,5	13,75	12,3	17,2	85	B	32
83	7	1	4	3,6	24,6	86	B	31
86	36	2,5	19,25	17,2	14,3	84	B	35
87	35	4	19,5	17,4	51,5	66	C	59
91	27	3	15	13,4	39,9	73	B	56
94	7	1,5	4,25	3,8	22,6	87	B	26

Tabela 4. Desempenho dos laboratórios participantes na determinação do micronutrientes B (água quente) no ano de 2002.

Nº. Lab	Ano	Nº asteriscos		Inexatidão	Imprecisão	IE	Classif.	Conceito
		Repetição	Ponderado					
5	4	0	4	33,3	3,2	82	B	3
16	2	0,5	2,5	20,8	37,3	71	B	9
17	5	0	5	41,7	0,0	79	B	5
19	0	0	0	0,0	11,6	94	A	1
29	1	0	1	8,3	0,0	96	A	2
38	3	0	3	25,0	26,0	75	B	7
51	7	1	8	66,7	6,6	63	C	10
53	1	0	1	8,3	89,1	51	C	13
56	5	1	6	50,0	81,2	34	C	14
59	4	0,5	4,5	37,5	20,4	71	B	8
62	4	0,5	4,5	37,5	9,6	76	B	6
66	3	0	3	25,0	16,3	79	B	4
68	3	0,5	3,5	29,2	46,1	62	C	11
81	1	0	1	8,3	67,7	62	C	12

Na Tabela 7 está a síntese da performance dos laboratórios participantes no PAQLF em 2002. Quanto aos resultados para habilitação ao uso do Selo de Qualidade, 93,7% dos 64 participantes aptos a serem avaliados apresentaram conceitos A ou B, com um Índice de Excelência médio de 85. Do total habilitado ao uso, 13 laboratórios obtiveram o conceito A (Tabela 3). O número de participantes com desempenho adequado e aptos ao uso do Selo de Qualidade é alto quando comparado com 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 10,2, porém, quando se considera apenas os laboratórios com conceito A ou B, este valor cai para 9,7. Esta mesma observação feita para a Inexatidão e Imprecisão mostra que os valores também são reduzidos de 9,1 para 8,6 e de 23,4 para 20,4, respectivamente. Esta redução segue as mesmas tendências já observadas por Bernardi et al. (2002) e Bernardi (2002), porém com melhores resultados para este ano.

Tabela 5. Desempenho dos laboratórios participantes do PAQLF 2000 nas determinações dos micronutrientes: Cu, Fe, Mn e Zn (Mehlich-1) no ano de 2002.

Nº. Lab	Ano	Nº asteriscos		Inexatidão	Imprecisão	IE	Classif.	Conceito
		Repetição	Ponderado					
3	39	2,5	20,75	37,1	18,9	72	B	18
4	12	0	6	10,7	17,6	86	B	8
5	18	0,5	9,25	16,5	8,2	88	B	5
8	21	3	12	21,4	13,5	83	B	12
10	0	0	0	0,0	44,4	78	B	16
15	71	4	37,5	67,0	41,8	46	C	25
16	79	4,5	41,75	74,6	51,9	37	C	27
18	3	0	1,5	2,7	14,6	91	A	1
19	33	3,5	18,25	32,6	40,2	64	C	23
29	5	1,5	3,25	5,8	16,7	89	B	4
34	4	1,5	2,75	4,9	16,3	89	B	3
38	16	0	8	14,3	31,0	77	B	17
39	31	1,5	16,25	29,0	-1,1	86	B	7
47	6	4,5	5,25	9,4	53,9	68	C	20
50	51	4,5	27,75	49,6	62,5	44	C	26
51	11	1	6	10,7	10,0	90	B	2
53	20	1,5	10,75	19,2	14,6	83	B	11
56	9	0,5	4,75	8,5	20,6	85	B	9
59	22	1	11,5	20,5	16,6	81	B	13
62	13	1,5	7,25	12,9	20,3	83	B	10
65	44	2,5	23,25	41,5	30,7	64	C	22
66	12	0,5	6,25	11,2	16,1	86	B	6
68	22	1	11,5	20,5	23,2	78	B	15
71	25	1,5	13,25	23,7	34,3	71	B	19
74	12	1,5	6,75	12,1	65,0	61	C	24
81	13	1	7	12,5	25,7	81	B	14
86	48	3	25,5	45,5	19,7	67	C	21

Em 2002, pelo terceiro ano consecutivo, procedeu-se com a avaliação voluntária dos micronutrientes B, Cu, Fe, Mn e Zn no PAQLF. Apenas 14 participantes realizaram a análise de B, e destes, 64,3% obtiveram conceito A ou B. Dos 32 participantes que realizaram as análises de Cu, Fe, Mn e Zn, utilizando como extrator a solução de Mehlich-1, apenas 70,4% 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. Nas determinações de granulometria, realizadas pelo 2º ano consecutivo, 32 laboratórios participaram, e o desempenho foi de que 56,3% obtiveram os conceitos A e B. Os valores obtidos para os micronutrientes está próximo dos resultados do ano anterior (Bernardi, 2002), enquanto que os de granulometria são muito inferiores.

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, tem-se observado que muitos laboratórios participantes utilizam a mesma relação *de solo / solução* extratora utilizada para o P e K, ou seja 1:10 (Bernardi, 2002). Em 2002, novamente procedeu-se com o levantamento a relação solo/extrator utilizada pelos 27 laboratórios que realizaram a análise dos micronutrientes. Os resultados estão na Tabela 8 e indicam que a maioria, 15 laboratórios, utiliza o extrato 1:10. Além disso, a observação dos valores dos Índices de Eficiência indica que estes laboratórios estão com um desempenho superior àqueles que utilizam a outra relação (1:5). Além disso, observa-se que estes laboratórios apresentam menor número de asteriscos médios, e consequentemente melhor exatidão.

Tabela 6. Desempenho dos laboratórios participantes na determinação da granulometria no ano de 2002.

N ^o . Lab	Ano	N ^o asteriscos		Inexatidão	Imprecisão	IE	Classif.	Conceito
		Repetição	Ponderado					
3	12	1,5	6,75	16,1	11,1	86	B	3
4	6	0,5	3,25	7,7	38,0	77	B	13
5	15	2	8,5	20,2	0,0	90	A	1
8	16	1	8,5	20,2	56,0	62	C	24
9	17	0,5	8,75	20,8	70,3	54	C	27
10	8	1	4,5	10,7	52,6	68	C	20
11	30	3	16,5	39,3	45,3	58	C	25
15	40	6	23	54,8	65,6	40	C	32
18	20	2,5	11,25	26,8	17,5	78	B	12
19	32	3	17,5	41,7	52,0	53	C	29
22	14	0	7	16,7	16,7	83	B	8
25	21	1	11	26,2	45,7	64	C	23
29	24	4	14	33,3	51,7	57	C	26
34	5	0,5	2,75	6,5	53,8	70	C	19
39	13	1	7	16,7	12,9	85	B	5
42	16	0,5	8,25	19,6	18,5	81	B	9
50	35	4	19,5	46,4	11,8	71	B	17
51	15	2,5	8,75	20,8	12,2	83	B	7
52	6	0,5	3,25	7,7	23,4	84	B	6
53	20	1,5	10,75	25,6	67,2	54	C	28
55	23	3	13	31,0	7,3	81	B	10
56	19	3,5	11,25	26,8	21,7	76	B	14
58	15	2,5	8,75	20,8	0,0	90	A	2
59	28	4,5	16,25	38,7	19,9	71	B	18
62	17	2	9,5	22,6	43,3	67	C	21
65	9	2	5,5	13,1	39,1	74	B	15
66	22	3	12,5	29,8	27,5	71	B	16
67	6	0,5	3,25	7,7	90,9	51	C	30
71	4	1,5	2,75	6,5	32,2	81	B	11
81	13	1	7	16,7	12,4	85	B	4
86	40	4,5	22,25	53,0	15,4	66	C	22
92	13	1,5	7,25	17,3	92,5	45	C	31

Tabela 7. Síntese da performance dos laboratórios participantes no PAQLF em 2002.

Avaliação	Número de participantes		Conceito A e B ⁽¹⁾	Número médio de asteriscos ⁽²⁾		Inexatidão ⁽³⁾		Imprecisão ⁽⁴⁾	
	Total	Avaliados	% participantes	Todos labs.	Labs. com A e B	Todos labs.	Labs. com A e B	Todos labs.	Labs. com A e B
Rotina fertilidade	92	64	93,7	10,2	9,7	9,1	8,6	23,4	20,4
Cu, Fe, Mn, e Zn	92	27	70,4	12,7	8,3	22,8	14,8	26,9	19,0
Boro	92	14	64,3	3,4	3,1	28,0	25,5	29,6	13,8
Granulometria	92	32	56,3	10,0	8,9	23,8	21,2	35,1	17,9

⁽¹⁾ Participantes que obtiveram conceito "A" e "B" de acordo com a seguinte escala: A para $IE > 91$; B para $71 > IE < 91$; e C para $IE < 71$. Foram habilitados ao Selo de Qualidade, os que obtiveram estes conceitos nas análises de rotina de fertilidade.

⁽²⁾ **Asteriscos:** atribuídos quando o valor da determinação estão fora dos limites de tolerância, estabelecidos a partir da expressão: média \pm a DP; onde, DP = desvio padrão; a = 1, para $CV > 50\%$; a = 1.5, para $20\% > CV < 50\%$; e a = 2.0, para $CV < 20\%$.

⁽³⁾ **Inexatidão:** divisão do número de asteriscos pelo número de determinações avaliadas *in the* ano.

⁽⁴⁾ **Imprecisão:** média dos CV dos resultados das amostras com repetição.

⁽⁵⁾ **IE - Índice de Excelência:** $IE = 100 - (\text{Inexatidão} + \text{Imprecisão}) / 2$.

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, também continuou-se com o levantamento de quais metodologias estão sendo utilizadas pelos laboratórios. Os resultados da Tabela 8 indicaram dos 32 laboratórios avaliados 59% utilizam o método do densímetro. Os melhores resultados, baseados no Índice de Eficiência médio, foram obtidos por aqueles laboratórios que utilizaram o método da pipeta. Estes apresentaram menor número médio de asteriscos e, portanto, melhor exatidão. No entanto, os laboratórios que utilizam o método do

densímetro foram mais precisos, ou seja, os resultados apresentaram melhor repetibilidade, porém foram menos exatos.

Na Tabela 9 são apresentados os dados da estatística básica, com a média, desvio padrão, coeficiente de variação, e intervalo de confiança (valores mínimo e máximo) dos resultados analíticos (rotina de fertilidade, micronutrientes, e granulometria) das amostras utilizadas em 2002. Verifica-se que as amostras escolhidas procuraram abranger amplas faixas dos parâmetros avaliados, para serem representativas das condições de fertilidade dos solos do Brasil.

Existe uma necessidade de amostras de referência para controle de qualidade nos programas diários de análises no laboratório de rotina. Apesar da importância reconhecida, não existe disponibilidade de materiais que ofereçam valores médios para os parâmetros de fertilidade e seus intervalos de confiança, especialmente para parâmetros determinados pelo conjunto de metodologias da Embrapa. Bernardi et al. (2002) verificaram 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. Assim, as amostras utilizadas no ano de 2002, serão oferecidas como amostras de referência aos laboratórios interessados.

Tabela 8. Comparação dos resultados dos participantes do PAQLF 2002 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
Micronutrientes – Cu, Fe, Mn e Zn (Mehlich 1)					
Relação solo/extrator 1:5	6	34,3	32,7	21,7	72,8
Relação solo/extrator 1:10	15	19,6	19,1	30,6	75,2
Todos	27	23,7	22,8	26,9	75,2
Granulometria					
Densímetro	19	20,0	26,4	33,8	69,9
Pipeta	12	15,7	21,0	37,1	71,0
Todos	32	17,9	23,8	35,1	70,5

* Laboratórios que não informaram o método: 6 para os micronutrientes, e 1 para a granulometria.

Tabela 9. Resultados médios, desvio padrão, coeficientes de variação e valores máximos e mínimos das amostras utilizadas no PAQLF 2002.

	P mg dm ⁻³	MO g dm ⁻³	pH água	K	Ca	Mg	H+Al	Al	B	Cu	Fe	Mn	Zn	Argila	Silte	Areia
	mmol _e dm ⁻³						mg dm ⁻³						g kg ⁻¹			
Amostra 83																
MED	9,6	24,9	4,65	0,64	1,7	1,4	8,9	0,438	0,17	244,8	19,91	1,57	2,5	521,9	202,4	247,9
DP	1,9	5,9	0,24	0,1	0,2	0,2	1,7	0,512	0,38	78,4	3,44	0,5	0,6	40,1	44,4	41
CV%	19,6	23,7	5,1	15,5	13,4	16,6	19,2	117,1	223	32	17,3	32,1	24	7,7	21,9	16,5
MIN	6	16	4,2	0,4	1	1	5	-0,07	-0,2	127	13	0,8	2	442	136	166
MAX	13	34	5,1	0,8	2	2	12	0,95	0,6	362	26,8	2,3	3	602	269	330
Amostras 84, 88, 92																
MED	9,3	53,6	3,74	0,04	0,4	0,3	13,4	0,273	0,27	184,9	5,52	0,81	5,6	740,2	68	70,8
DP	1,7	8,7	0,69	0,27	0,5	0,5	3,2	0,456	0,45	50,9	1,24	0,59	4,5	108,7	19	12,7
CV%	18,5	16,3	18,5	606,4	113,8	162,8	23,6	167,1	168,7	27,5	22,4	72,9	81,7	14,7	28	17,9
MIN	6	36	2,4	-0,2	0	0	9	-0,18	0,1	109	3,7	0,2	1	523	39	45
MAX	13	71	5,1	0,3	1	1	18	0,73	0,7	261	7,4	1,4	10	958	97	96
Amostras 85, 89, 93																
MED	32,4	7,3	5,3	0,03	0,6	0,3	1,7	0,176	0,03	30,8	8,32	9,68	13,2	13,3	4,9	960,6
DP	10,9	2,8	0,27	0,03	0,2	0,2	0,7	0,393	0,18	7,1	2,27	1,95	4,4	7,8	5,8	29,3
CV%	33,5	38,4	5,1	93,6	39,1	54,6	41,6	222,7	547,7	23,1	27,3	20,2	33,1	58,7	120	3
MIN	16	3	4,8	0	0	0	1	-0,22	-0,1	20	4,9	6,8	7	6	-1	902
MAX	49	12	5,8	0,1	1	1	2	0,57	0,2	41	11,7	12,6	20	21	11	1019
Amostra 86																
MED	65,5	14,5	5,93	0,07	10,3	8,5	4	0,158	0,67	119,7	48,36	6,22	0,1	324	203,9	418,7
DP	15,6	2,7	0,23	0,02	1,6	1,5	0,9	0,375	0,48	26,7	12,04	1,86	0,4	31,9	30	46,3
CV%	23,8	19	3,9	26	15,7	17,3	22,3	237,3	72,1	22,3	24,9	30	429,3	9,8	14,7	11,1
MIN	42	9	5,5	0	7	6	3	-0,22	0,2	80	30,3	3,4	0	260	144	326
MAX	89	20	6,4	0,1	14	11	5	0,53	1,1	160	66,4	9	0	388	264	511
Amostra 87																
MED	24	20,4	4,95	0,42	2	0,8	3,9	0,316	3,33	106,7	15,15	1,91	0	388,2	81,1	525,9
DP	6	4,2	0,26	0,07	0,4	0,2	0,8	0,478	0,49	15,1	2,25	0,29	0,3	28,7	19,8	36,5
CV%	25	20,5	5,3	16,2	17,8	24,8	20	151,2	14,6	14,1	14,9	15,1	597,2	7,4	24,4	6,9
MIN	15	14	4,4	0,3	1	0	2	-0,16	2,4	77	10,6	1,3	0	331	51	453
MAX	33	27	5,5	0,6	3	1	5	0,79	4,3	137	19,7	2,5	0	446	111	599
Amostra 90																
MED	1,9	7,5	5,24	0,27	1,5	0,7	2,5	0,25	1,04	44,3	16,1	2,4	0,1	168,9	89,3	722,9
DP	0,7	1,8	0,25	0,04	0,2	0,2	0,7	0,444	0,45	11,3	3,3	0,5	0,3	24,3	24,6	55,8
CV%	38,3	24,2	4,8	15	15,4	32,7	29,5	177,7	43,7	25,6	20,5	20,9	411,2	14,4	27,5	7,7
MIN	1	5	4,7	0,2	1	0	1	-0,19	0,6	27	11,1	1,6	0	120	52	611
MAX	3	10	5,7	0,3	2	1	4	0,69	1,5	61	21	3,2	0	217	126	834

Tabela 9 (continuação). Resultados médios, desvio padrão, coeficientes de variação e valores máximos e mínimos das amostras utilizadas no PAQLF 2002.

	P mg dm ⁻³	MO g dm ⁻³	pH água	K	Ca	Mg	H+Al	Al	B	Cu	Fe mg dm ⁻³	Mn	Zn	Argila	Silte	Areia
	mmol _c dm ⁻³									g kg ⁻¹						
Amostra 91																
MED	5,6	53,8	6,05	0,72	6,5	1	4,3	0,524	2,43	127,4	163,58	7,25	0	277,4	122,5	538
DP	1,3	10,5	0,23	0,15	0,8	0,7	1	0,512	0,51	60,1	30,19	1,07	0,3	48,9	46,6	74,5
CV%	22,9	19,6	3,8	21,6	12,8	77,1	24	97,7	21,1	47,2	18,5	14,8	793,7	17,6	38,1	13,8
MIN	4	33	5,6	0,5	5	0	3	0,01	1,7	67	103,2	5,1	0	180	53	389
MAX	7	75	6,5	0,9	8	2	6	1,04	3,2	188	224	9,4	0	375	192	687
Amostra 94																
MED	5,8	23,6	5,08	0,13	1,6	0,4	4,5	-	0,167	0,36	158	95	24,33	236,7	104,7	637,2
DP	1,3	3,8	0,2	0,02	0,2	0,2	0,6	-	0,383	0,49	62,7	19,46	3,18	38,1	27,9	45,4
CV%	21,8	16,1	3,9	13,1	13,4	65,4	14,2	-	230,1	136,1	39,7	20,5	13,1	16,1	26,6	7,1
MIN	4	16	4,7	0,1	1	0	3	-	-0,22	-0,1	64	65,8	18	161	63	546
MAX	8	31	5,5	0,2	2	1	6	-	0,55	0,8	252	124,2	30,7	313	146	728

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. **Programa de análise de qualidade de laboratórios de fertilidade (PAQLF) que usam o método Embrapa: resultados de 2001.** Rio de Janeiro: Embrapa Solos, 2002. 12 p. (Embrapa Solos. Comunicado Técnico, 11).
- 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.; WIETHOLTH, 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, 14

Ministério da
Agricultura,
Pecuária e
Abastecimento

Exemplares desta edição podem ser adquiridos na:
Embrapa Solos
Endereço: Rua Jardim Botânico, 1.024 Jardim
Botânico - Rio de Janeiro, RJ
Fone: (21) 2274.4999
Fax: (21) 2274.5991
E-mail: sac@cnps.embrapa.br

1ª edição
1ª impressão (2003): 300 exemplares

Expediente

Supervisor editorial: *Jacqueline S. Rezende Mattos*
Revisão de texto: *André Luiz da Silva Lopes*
Tratamento das ilustrações: *Sanny Reis Bizerra*
Editoração eletrônica: *Sanny Reis Bizerra*