

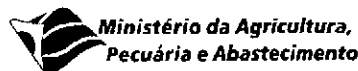


Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
Embrapa Solos
Ministério da Agricultura e do Abastecimento
Rua Jardim Botânico, 1.024 CEP 22460-000 Rio de Janeiro, RJ
Telefone (21) 274-4999 Fax (21) 274-5291
<http://www.cnps.embrapa.br>

COMUNICADO TÉCNICO

Nº 5, agosto 2001, p.1-8.

ISSN 1517-5685



PROGRAMA DE ANÁLISE DE QUALIDADE DE LABORATÓRIOS DE FERTILIDADE (PAQLF) QUE USAM O MÉTODO EMBRAPA: DESEMPENHO EM 1999 E PERFIL DOS PARTICIPANTES

Alberto Carlos de Campos Bernardi¹
Carlos Alberto Silva¹
Neli do Amaral Meneguelli¹

RESUMO

O Programa de Análise de Qualidade de Laboratórios de Fertilidade (PAQLF) incorpora os laboratórios que utilizam o chamado método Embrapa, o qual compreende 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. Este trabalho teve como objetivo avaliar o desempenho em 1999 e traçar um perfil dos laboratórios de fertilidade, vinculados ao PAQLF. A metodologia de avaliação da qualidade baseou-se no envio de 8 amostras de terra para os laboratórios participantes, os quais analisaram os parâmetros pH (em água), Ca^{2+} , Mg^{2+} , P Mehlich-1, K^+ , Na^+ , H^+ , Al , Al^{3+} e matéria orgânica. Os laboratórios foram avaliados quanto à inexatidão e imprecisão dos resultados. O perfil dos participantes foi avaliado através do envio de um questionário, abordando desde os tipos de análises executadas, infra-estrutura laboratorial, número de análises realizadas de 1990 a 1999, até os protocolos analíticos utilizados e equipamentos disponíveis nos laboratórios. Os resultados dos 64 laboratórios que responderam às perguntas formuladas são apresentados. Em termos de qualidade dos resultados emitidos, dos 71 laboratórios avaliados, 61% apresentaram conceitos A ou B, ou seja, alcançaram o padrão mínimo aceitável para o uso do selo de qualidade, sendo que 14 obtiveram excelência em qualidade, alcançando conceito A.

INTRODUÇÃO

A análise química do solo é um dos métodos mais utilizados na avaliação da fertilidade do solo para fins de recomendação de adubação e calagem. Esse método teve grande desenvolvimento no Brasil a partir de 1965. Nessa época, foi iniciado o programa denominado *Soil Testing*, com o 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 Estadual da Carolina do Norte, com o apoio da Agência Norte Americana para o Desenvolvimento Internacional - USAID. Esse programa visava, principalmente, os

¹ Pesquisador. Embrapa Solos. Rua Jardim Botânico, 1024 CEP: 22460-000. Rio de Janeiro, RJ. E-mail: alberto@cnps.embrapa.br, csilva@cnps.embrapa.br e neli@cnps.embrapa.br.



aspectos de automação, uniformização, experimentação e calibração de métodos para essas análises (Silva et al., 1998). A utilização deste conjunto de metodologias ficou conhecida como Método Embrapa, que compreende 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. Segundo Cantarella et al. (1994), este conjunto de metodologias era adotado em mais de 50% dos laboratórios de análises de solos no país.

No entanto, os resultados de análise de solo estão sujeitos a erros de diversas naturezas e imperfeições em sua emissão. Essas discrepâncias causam descrédito das análises em si, e de todo sistema de recomendação de adubação. A minimização dos erros pode ser conseguida através de programas interlaboratoriais que buscam a uniformização de metodologias. Tais programas atuam na troca de informações e análises das mesmas amostras, pelos diferentes laboratórios. Em geral, os programas vigentes no país têm o objetivo de divulgar e uniformizar protocolos analíticos entre laboratórios, bem como diagnosticar e promover a melhoria da qualidade dos resultados por eles emitidos (Quaggio, 1987).

As modificações e adaptações no conjunto de metodologias originais e a implantação de novos procedimentos culminaram com surgimento dos Programas de Controle de Qualidade regionais de São Paulo (Instituto Agrônomo de Campinas - IAC), Rio Grande do Sul e Santa Catarina (Programa de Avaliação da Qualidade de Análises de Solo da Rede Oficial de Laboratórios de Análise de Solo e de Tecido Vegetal - Rolas), Minas Gerais (Profertil) e Paraná (Comissão Estadual de Laboratórios de Análises Agrônomicas - Cela). O Programa de Análise de Qualidade de Laboratórios de Fertilidade (PAQLF) teve início em 1992, com a participação dos laboratórios que utilizam o método Embrapa, com objetivo de estimular laboratórios de outras regiões não assistidas a participarem de um sistema que pudesse avaliar e corrigir, se necessário, sua qualidade analítica. Pérez & Meneguelli (1997) apresentaram os resultados iniciais do programa.

Esse estudo teve por objetivo: 1) avaliar o desempenho de laboratórios de fertilidade do solo participantes do PAQLF no ano de 1999 e; 2) traçar um perfil dos laboratórios vinculados ao PAQLF.

METODOLOGIA

A metodologia de avaliação da qualidade baseou-se no envio de duas amostras de terra, a cada três meses, para os laboratórios participantes, que efetuaram a análise de fertilidade e enviaram os resultados à Embrapa Solos. A metodologia utilizada na avaliação dos laboratórios foi a proposta por Quaggio (1987). A análise estatística realizada trimestralmente avalia a dispersão dos valores de cada parâmetro analisado, através do coeficiente variação. No final do ano, realiza-se uma classificação geral com base no índice de excelência (IE), calculado a partir do grau de inexistência e imprecisão das análises realizadas por cada um dos participantes durante as 4 rodadas do ano. Os parâmetros avaliados em 1999 foram pH (em água), cálcio, magnésio, fósforo, potássio, sódio, H+Al, alumínio e matéria orgânica, sendo obrigatório, para o controle de qualidade, as determinações de pH em água, cálcio, magnésio, alumínio, fósforo e potássio.

Para traçar um perfil dos participantes, foi enviado um questionário aos 79 participantes do PAQLF. As questões abordaram os tipos de análises executadas, infra-estrutura laboratorial, número de análises realizadas de 1990 a 1999, até os protocolos analíticos utilizados e equipamentos disponíveis nos laboratórios. Desses, apenas 64 responderam às perguntas formuladas.

RESULTADOS

Em termos de qualidade dos resultados emitidos em 1999, dos 71 laboratórios avaliados, cerca de 61% apresentaram conceitos A ou B, ou seja, alcançaram o padrão mínimo aceitável para o uso do selo de qualidade autorizado pela Embrapa Solos. Entre os laboratórios participantes neste ano, 14 obtiveram excelência em qualidade, ou seja, obtiveram conceito A (Tabela 1). Dez laboratórios deixaram de enviar os dados referentes aos resultados analíticos de 1 ou mais das 8 amostras de solo ou não realizaram todas as determinações exigidas, não entrando na lista de classificação emitida no início de 2000.

TABELA 1. Conceito dos laboratórios participantes no ano de 1999, referente às análises de rotina.

Conceito ⁽¹⁾	1999	
	Número	%
A*	14	20
B*	29	41
C	17	24
Não avaliados	11	15
Total	71	100

⁽¹⁾ A para Índice de Excelência > 91; B para Índice de Excelência > 71 e < 91; e C para Índice de Excelência < 71.

* Habilitados ao uso do selo em 2000.

Quando se analisa a qualidade analítica por tipo de instituição, verifica-se que 75% dos laboratórios pertencentes às Universidades particulares e públicas foram habilitados ao uso do selo de qualidade. Essa percentagem caiu para 54% no caso dos laboratórios da Embrapa, 47% no caso dos particulares e 44% no caso dos laboratórios pertencentes às instituições públicas, como empresas estaduais de pesquisa e colégios técnicos federais.

A área de atuação do Programa engloba 23 estados brasileiros: AC, AL, AM, AP, BA, CE, DF, ES, GO, MG, MS, MT, PA, PB, PE, PI, PR, RJ, RN, RO, RR, SE e TO. A Tabela 2 ilustra a distribuição geográfica por regiões dos participantes do PAQLF em 1999 e 2000. Pode-se observar que a região Centro-Oeste é a que apresenta maior número de participantes, com destaque para o Estado de Goiás, com 12 laboratórios participantes em 2000. Em seguida, vem a região Nordeste, com 07 na Bahia. Nas regiões Centro-Oeste, Nordeste e Norte, estão presentes mais de 80% dos laboratórios avaliados no decorrer de 1999. Este fato é importante, uma vez que estas regiões não possuem outros programas de controle de qualidade. Na região Sudeste, a maior parte dos laboratórios está situada no Rio de Janeiro (08) e no Espírito Santo (05).

TABELA 2. Localização geográfica das instituições participantes do PAQLF.

Região	1999		2000	
	Número	%	Número	%
Centro-Oeste	24	33,8	28	35,4
Nordeste	23	32,4	25	31,6
Norte	10	14,1	10	12,7
Sudeste	13	18,3	15	19,0
Sul	1	1,4	1	1,3
Total	71	100,0	79	100,0

A natureza dos laboratórios é variada, indicando o caráter abrangente do PAQLF, pois participam unidades da Embrapa, Universidades, órgãos de pesquisa e extensão, além de laboratórios particulares e de cooperativas (Tabela 3).

TABELA 3. Natureza das instituições participantes do PAQLF.

Tipo	1999		2000	
	Número	%	Número	%
Embrapa	20	28,2	21	26,6
Órgãos Pesquisa e Extensão	12	16,9	17	21,5
Particular	24	33,8	25	31,6
Universidade	15	21,1	16	20,3
Total	71	100,0	79	100,0

O número de participantes tem crescido anualmente (Figura 1), indicando que o PAQLF tem obtido um reconhecimento do seu papel de avaliar a qualidade dos laboratórios de fertilidade do solo.

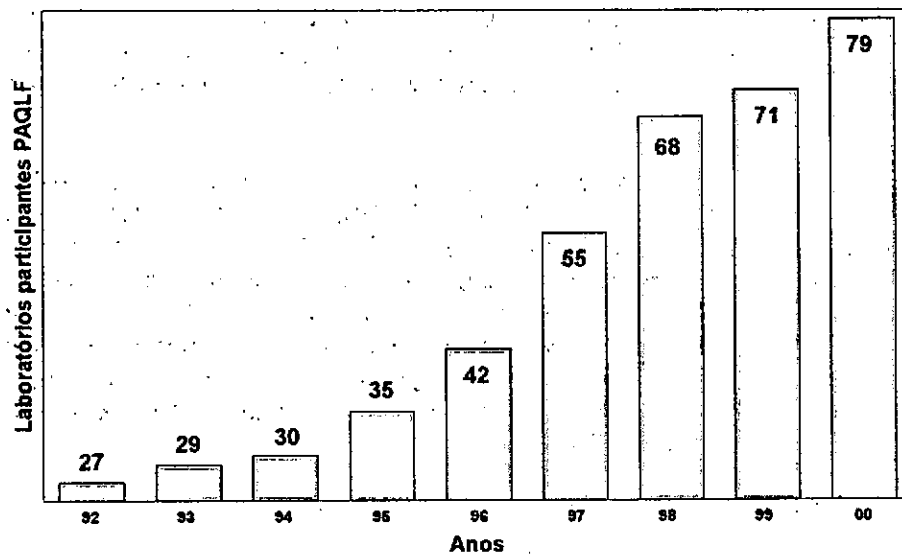


Figura 1. Evolução do número de participantes do PAQLF de 1992 a 2000.

A Tabela 4 mostra o destino das análises realizadas pelos participantes do PAQLF. As instituições cujas análises destinam-se preferencialmente aos produtores são as particulares e as cooperativas (85 a 100%). Os institutos de pesquisa, órgãos de extensão e universidades atendem tanto aos produtores (70 a 100%) quanto à pesquisa (até 30% do total de análises). Grande parte das Unidades da Embrapa contemplam a pesquisa (60 a 95%), porém algumas delas atendem, eqüitativamente, tanto à pesquisa quanto aos agricultores, havendo uma Unidade em que 90% dos resultados se destinam aos agricultores. Apesar do grande número de amostras destinarem-se aos produtores, deve-se ressaltar que apenas 57,8% dos participantes fazem recomendação de adubos e corretivos, como pode ser visto na Tabela 5.

TABELA 4. Destino das amostras de fertilidade realizadas pelos participantes do PAQLF.

Participantes	Destino (%)	
	Produtores	Pesquisa
Embrapa*	< 40	60 a 95
Particulares e cooperativas	85 a 100	< 15
Órgãos de pesquisa e extensão, Universidades	70 a 100	< 30

TABELA 5. Infra-estrutura laboratorial dos participantes do PAQLF.

Infra-estrutura	%
Potenciômetro	100,0
Espectrômetro	100,0
Espectrofotômetro de chama	95,1
Espectrômetro de absorção atômica (EAA)	67,2
ICP	3,1
Qualidade da água:	
• destilada	56,3
• desmineralizada	57,6
Preparo de amostra solo:	
• manual	81,3
• moinho	24,1
P resina	26,2
Microcomputadores e impressoras	100,0
Endereço eletrônico	93,8
Software (emissão dos resultados ou gerenciamento do laboratório)	78,1
Recomendação de adubos e corretivos	57,8
Controle interno (amostra conhecida)	81,3

Na Figura 2, observa-se o total de amostras de solo para fins de fertilidade analisadas pelos participantes do PAQLF de 1990 a 1999. Verifica-se uma forte tendência de crescimento, no número total de amostras, sendo que, em 1999, este valor foi da ordem de 320 mil. A região com maior participação corresponde à Centro-Oeste, seguida pelas regiões Nordeste, Sudeste e Norte. A partir de 1996, observa-se um maior número de amostras por parte dos laboratórios do Nordeste.

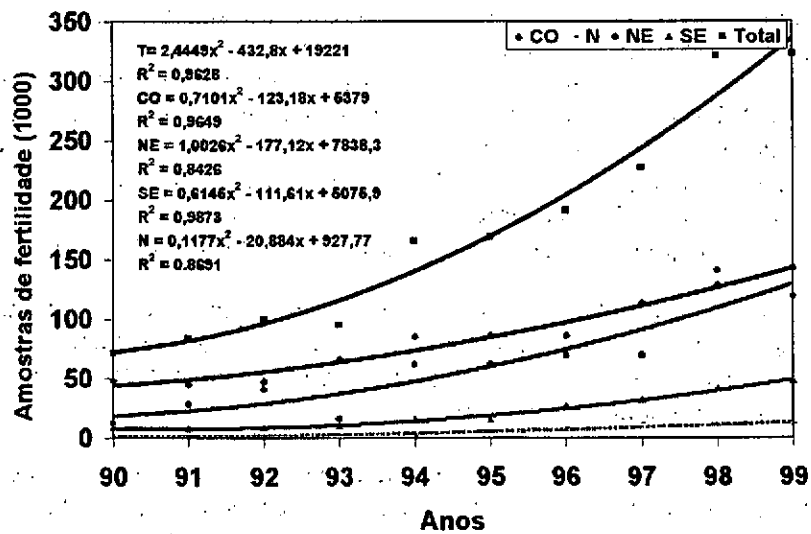


Figura 2. Número de amostras de solo, para fins de fertilidade, analisadas pelos participantes do PAQLF.

Este crescimento do número de análises pode ser evidenciado através dos levantamentos anteriores reunidos por Raij et al. (1994) e Cantarella et al. (1995), que indicaram um aumento de 266 mil em 1972 para 718 mil em 1989, quando o número de laboratórios cresceu de 24 para 167.

Os dados relativos à infra-estrutura laboratorial apresentados na Tabela 6 indicam que 81,3% dos participantes preparam, manualmente, as amostras de solo destinadas à análise de fertilidade, sendo usada, pela metade dos laboratórios, a estufa para a secagem das amostras de solo.

TABELA 6. Protocolos analíticos utilizados pelos participantes do PAQLF.

Protocolo	Extrator	%	Determinação	%
pH			Água	100,0
P	Mehlich-1	100,0	Colorimetria	100,0
K	Mehlich-1	100,0	Fotometria chama	95,3
Ca e Mg	KCl	100,0	• Volumetria • Absorção atômica	79,7 25,0
Al	KCl	100,0	Volumetria	100,0
H+Al	• Acetato Ca • Método SMP	68,8 28,1	• Volumetria • Potenciometria	68,8 28,1
C orgânico			• Dicromato K • Walkey-Black	92,2 7,8
Sódio	Mehlich1	57,8	Fotometria chama	57,8
Sulfato	Ca(H ₂)PO ₄	25,0	Turbidimetria	25,0
Cu, Fe, Mn e Zn	• Mehlich1 • DTPA	42,1 3,1	• Absorção atômica • ICP	42,1 3,1
B	• Água quente • HCl	25,0 3,1	Colorimetria	28,1

Em termos da qualidade da água utilizada pelos laboratórios, 56,3% utilizam água destilada e 57,6% água desmineralizada, indicando que há laboratórios que usam ambos os tipos de água. Quanto aos equipamentos, todos os laboratórios possuem potenciômetros e espectrômetros. O fotômetro de chama está presente em 95,1% dos laboratórios. Os três que não possuem este equipamento determinam o K colorimetricamente, no espectrômetro de absorção atômica (EAA) e no espectrômetro de emissão atômica com indução de plasma (ICP-EAS). O EAA está presente em 67,2% do total e o ICP em apenas dois laboratórios. A extração do P, pelo método da resina, é realizada em 26,2%, provavelmente indicando que estes laboratórios participam também de outro programa de qualidade, como o do IAC.

A informatização dos laboratórios possibilita um melhor gerenciamento das análises, facilitando a comunicação e aumentando a agilidade. Todos os participantes do Programa possuem microcomputadores e impressoras. Destes, 93,8% forneceram o endereço eletrônico e 78,1% possuem software para emissão do resultado ou para gerenciar o laboratório.

A utilização de amostras com teores conhecidos no controle interno de qualidade também é um importante meio de avaliação da qualidade, e deveria ser incluída, regularmente, nas baterias de análise. Dos participantes do PAQLF, 81,3% utilizam este controle interno.

Todos os participantes fazem as determinações conforme o preconizado pela metodologia, para pH, P, K⁺ e Al³⁺. No caso do Ca²⁺ e Mg²⁺, o extrator é o KCl, porém na determinação, 79,7% utilizam a volumetria com EDTA e 25% admitem usar a EAA, indicando que alguns adotam ambos os métodos. Nem

todos determinam H+Al (Acidez potencial). Desses, 68,8% utilizam o acetato de amônio e 28,1%, o método SMP. Na determinação do C orgânico também há diferenças, sendo que a maioria aplica o método colorimétrico com dicromato de K e 7,8%, o método Walkey-Black. As determinações de sódio e de sulfato são realizadas por 57,8% e 25% dos participantes, respectivamente (Tabela 6).

Em função da crescente demanda pelas análises de micronutrientes por parte dos agricultores, no ano de 2000, o PAQLF instituiu o acompanhamento voluntário das análises nos laboratórios. Menos da metade deles analisam os elementos Cu, Fe, Mn e Zn. Do total de participantes, 42,1% utilizam o extrator Mehlich-1, enquanto que 3,1%, o DTPA. A determinação é feita, predominantemente, no EAA, uma vez que apenas dois laboratórios indicaram possuir o ICP. O B é analisado apenas por 27,9% dos laboratórios, sendo utilizado para esse fim o método colorimétrico.

Outras análises realizadas pelos laboratórios do PAQLF são: foliar, 48,4%; adubos e corretivos, 43,4%; água, 50%; metais pesados, 7,8% e resíduos orgânicos, 26,6%; análises físicas: granulometria, 56,3%; curva de retenção de água, 25%; densidade, 37,5% e estabilidade de agregados, 6,3% (Tabela 7).

TABELA 7. Outras análises realizadas pelos participantes do PAQLF.

Outras análises realizadas	%
Foliar	48,4
Adubos e corretivos	43,4
Água	50,0
Metais pesados	7,8
Resíduos orgânicos	26,6
Físicas:	
• granulometria	56,3
• curva de retenção de umidade	25,0
• densidade	37,5
• estabilidade de agregados	6,3

CONCLUSÕES

Com o objetivo de melhorar a qualidade dos laboratórios de solo dos participantes do PAQLF, as informações levantadas e discutidas nesse estudo serão úteis para:

- rever e atualizar os protocolos de análises de solos;
- promover a automação dos laboratórios;
- averiguar a qualidade dos resultados emitidos;
- implantar o gerenciamento informatizado dos laboratórios;
- promover o treinamento e aumentar a capacitação de recursos humanos ligados aos laboratórios;
- implementar estratégias de marketing e gerenciamento voltadas ao incentivo do uso de análises de solo e planta como ferramentas imprescindíveis à recomendação da adubação.

PERSPECTIVAS FUTURAS

Diante dos resultados obtidos, do desempenho e das características dos laboratórios participantes do PAQLF, estabeleceram-se as metas para 2001, a seguir:

- desenvolver a home page do Programa;
- introduzir, voluntariamente, o controle de qualidade da análise granulométrica;
- manter o controle de qualidade voluntário para as determinações de micronutrientes.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

CANTARELLA, H.; RAIJ, B. van; QUAGGIO, J.A. Situação da análise de solo e planta no Brasil. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE FERTILIDADE DO SOLO E NUTRIÇÃO DE PLANTAS, 21., 1994, Petrolina. **Anais do Simpósio...** Petrolina: Embrapa-CPATSA/SBCS, 1995. p.9-33

CANTARELLA, H.; QUAGGIO, J.A.; MATTOS JÚNIOR, D. A análise de solo no Brasil: 1982-1989. **Boletim Informativo Sociedade Brasileira Ciência do Solo**, Campinas, v.19, n.3, p.96-112, 1994.

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. 16p. (EMBRAPA-CNPS. Pesquisa em Andamento, 3)

QUAGGIO, J.A. Programa de laboratórios de análise de solo do Estado de São Paulo. **Boletim Informativo Sociedade Brasileira Ciência do Solo**, Campinas, v.12, n.2, p.61-69, 1987.

RAIJ, B. van; CANTARELLA, H.; QUAGGIO, J. A.; PROCHNOW, L. I.; VITTI, G. C.; PEREIRA, H.S. Soil testing and plant analysis in Brazil. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v.25, n.7/8, p.739-751, 1994.

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).

Tiragem: 50 exemplares

Também disponível na Internet em <http://www.cnps.embrapa.br>

**MINISTÉRIO DA AGRICULTURA,
PECUÁRIA E ABASTECIMENTO**

**GOVERNO
FEDERAL**
Trabalhando em todo o Brasil

Produção editorial
Embrapa Solos
Área de Comunicação e Negócios (ACN)