



ENSAIO DE PROFICIÊNCIA IAC PARA LABORATÓRIOS DE ANÁLISE DE SOLO PARA FINS AGRÍCOLAS

ANO 37

RELATÓRIO N°1/2020
(corrigida)
Amostras 557 a 560

Junho de 2020

Notas

Livro de Métodos de Análise de 2001 disponível para ser baixado gratuitamente no site.

Coronavirus: datas de inserção de resultados foram adiadas

Análise granulométrica no Ensaio de Proficiência (vide texto interno)

INSTITUTO AGRÔNOMICO
Centro de Solos e Recursos Ambientais

Av. Barão de Itapura, 1481
Caixa Postal 28
13020-902 Campinas, SP
Tel. (19) 2137-0750
<http://lab.iac.sp.gov.br>

ENSAIO DE PROFICIÊNCIA IAC PARA LABORATÓRIOS DE ANÁLISE DE SOLO PARA FINS AGRÍCOLAS - ANO 37

Relatório No. 1/20209

O Ensaio de Proficiência IAC é listado como provedor de Ensaio de Proficiência nas seguintes instituições:

- INMETRO – Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial – Inmetro, do Ministério do Desenvolvimento, Indústria e Comércio Exterior, Rio de Janeiro, RJ (<http://www.inmetro.gov.br/laboratorios/indiceProvedores.asp>)
- EPTIS – The International Proficiency Testing Information System, Berlin, Alemanha (www.eptis.bam.de)

P ARTICIPANTES:

A participação no Programa é voluntária e os laboratórios não são identificados nos documentos contendo resultados, divulgados pela Coordenação, a fim de evitar o uso indevido dos dados por parte de laboratórios concorrentes. É obrigatório o emprego dos métodos analíticos padronizados pelo Programa.

Os métodos de análise adotados são os seguintes¹: MO por Walkley Black modificado, pH em CaCl₂, P por resina de troca iônica; K, Ca, Mg por resina de troca iônica ou outro método para teores trocáveis; H+Al em tampão SMP, Al extraído com KCl, S-SO₄²⁻ em fosfato de cálcio, B em água quente, Cu, Fe, Mn e Zn em DTPA-TEA, argila silte e areia pelos métodos da pipeta ou densímetro.

Os laboratórios podem participar em um ou mais dos três conjuntos analíticos avaliados no Programa:

Análises básicas: MO, pH, H+Al, P, K, Ca, Mg, Al e S-SO₄²⁻

Micronutrientes: B, Cu, Fe, Mn e Zn

Granulometria: argila, silte e areia (ou areia fina e areia grossa).

Além das determinações acima, os laboratórios podem participar de determinações especiais, as quais não são computadas para a obtenção de selos: Si, Na e metais [extraídos com DTPA-TEA (Cd, Cr, Ni e Pb)], e determinações feitas em adubos orgânicos e substratos, de acordo com os novos métodos estabelecidos pelo Ministério da Agricultura.

A VALIAÇÃO DOS RESULTADOS – ESTATÍSTICA USADA.

Os procedimentos estatísticos utilizados no EP-IAC estão descritos em publicação internacional².

Os dados são utilizados para o cálculo da média (valor verdadeiro ou valor mais provável) e da faixa de aceitação dos resultados para cada determinação. O intervalo

¹ Detalhes dos métodos no livro “Análise Química para Avaliação da Fertilidade de Solos Tropicais” (Campinas, Instituto Agrônomo, 2001. 285p.)

² QUAGGIO, J.A.; CANTARELLA, H. & RAIJ, B. van. Evolution of the analytical quality of soil testing laboratories integrated in a sample exchange program. Commun. Soil Sci. Plant Anal., New York, 25(7&8): 1007-1014, 1994

da faixa de aceitação depende do valor do coeficiente de variação (CV) do conjunto de resultados de cada elemento analisado:

CV (%) Faixa de aceitação

> 40%	média ± 1,0 s
20-40%	média ± 1,5 s
< 20%	média ± 2,0 s

onde s é o desvio padrão dos resultados obtidos por todos os laboratórios para uma dada determinação.

Os resultados que ficarem fora da faixa (discrepantes), recebem um asterisco (penalização) e são retirados do conjunto dos dados antes da segunda rodada de cálculo. Nova média e faixa de aceitação são definidas. Os resultados que ficarem fora da segunda faixa de aceitação calculada, recebem um asterisco de forma que os que ficaram fora da faixa na primeira rodada ficam com dois asteriscos. Caso o CV da determinação em questão, ainda esteja acima de 20%, uma nova rodada de cálculos é realizada, excluindo-se novamente os resultados discrepantes, e um terceiro asterisco é concedido.

Esse cálculo às vezes resulta em intervalos de aceitação muito estreitos para amostras com valores analíticos muito baixos. Esse é o caso das determinações de Al, em que muitos resultados são próximos de zero. O cálculo se torna irrealisticamente severo. Para evitar o problema, a partir de setembro de 2000, foi estabelecido um intervalo mínimo de valores para a faixa de aceitação. Por exemplo, para o Al, o intervalo mínimo é média ± 2 mmol/dm³. Assim, a faixa de aceitação calculada pelo procedimento estatístico só é aplicada se for maior que o intervalo mínimo.

Mn Os resultados de Mn estão, provisoriamente, seguindo os mesmos métodos estatísticos usados para os demais nutrientes, mas os problemas de variação de resultados ainda não foram resolvidos.

Os laboratórios precisam, desse modo, tomar o devido cuidado ao entregar resultados para seus clientes.

C **ORNAVIRUS & PRAZOS:** com a quarentena adotada em várias cidades devido aos problemas causados pelo Covid-19, o funcionamento de muitos laboratórios ficou prejudicado. Desse modo, o prazo para a entrega dos resultados da primeira rodada, originalmente de 15 de abril, foi adiado para 2 de junho. Para dar tempo para que os laboratórios examinem os dados de seu desempenho com as amostras 557 a 560 e, se for o caso, tomarem medidas corretivas, o prazo de entrega de resultados da segunda rodada (amostras 561 a 564) foi **PRORROGADO PARA 30 DE JUNHO**.

E **XIGÊNCIAS PARA A OBTENÇÃO DOS SELOS:**

Para concorrer aos “selos” do Programa, os laboratórios devem efetuar todas as determinações do conjunto analítico dos quais planejam participar, além de analisar um número mínimo de 16 amostras durante o ano, correspondente a 80% das amostras distribuídas.

R ESULTADOS DAS AMOSTRAS 557 a 560

A primeira rodada do Ensaio de Proficiência de 2020 foi concluída. 138 laboratórios estão inscritos no Ensaio de Proficiência neste ano, mas, 14 laboratórios não enviaram os resultados na primeira rodada, provavelmente por limitações devido à quarentena. De qualquer maneira, esses laboratórios ainda terão a oportunidade de enviar 80% dos resultados de 2020 e, assim, concorrer aos selos em 2021.

G ranulometria & o Ensaio de Proficiência

As partículas minerais dos solos são agrupadas em classes de tamanho ou frações granulométricas. Essas frações são: matacões (diâmetro maior que 20 cm ou 200 mm), calhaus (diâmetro entre 2 e 20 cm ou 20 a 200 mm), cascalhos (diâmetro entre 0,2 e 2 cm ou entre 2 e 20 mm), areia (diâmetro entre 2 e 0,053 mm), silte (diâmetro entre 0,053 e 0,002 mm) e argila (diâmetro menor que 0,002 mm), conforme Santos et al. (2013), (Tabela 1).

Tabela 1. Frações granulométricas dos solos.

Fração/Classe	Tamanho da partícula
Matacão	> 200 mm
Calhau	20 mm – 200 mm
Cascalho	2 mm -20 mm
Areia	2 mm – 0,053 mm
Silte	0,053 mm-0,002 mm
Argila	< 0,002 mm

A textura do solo é caracterizada pela proporção entre as frações areia, silte e argila. Por isso, a análise granulométrica é feita apenas na fração do solo menor do que 2 mm. Quando a amostra para análise granulométrica chega ao laboratório deve ser toda passada na peneira de 2mm (sem uso do moinho). Caso a amostra tenha grãos maiores que 2mm (cascalhos, calhaus e matacões), que não se desfazem manualmente, eles são descartados.

Eventualmente, o usuário do laboratório pode ter interesse em saber o teor de partículas maiores que 2 mm presente na massa de solo. Nesse caso, utilizam-se as peneiras de diâmetros 200 e 20 mm para separar essas partículas que são lavadas com água e dispersante e pesadas. É feita a proporção dessas frações em relação à massa total de amostra de solo que chegou ao laboratório.

O usuário do laboratório pode também ter interesse em classificar a areia em duas frações (areia grossa e areia fina - Tabela 2), em cinco frações (areia muito grossa, areia grossa, areia média, areia fina e areia muito fina - tabela 3) ou em outras classes de tamanho.

Tabela 2: Frações areia grossa e areia fina, que também podem ser reportadas no Ensaio de Proficiência.

Frações de areia	Tamanho da partícula
Areia Grossa	2,00-0,210 mm
Areia Fina	0,210-0,053 mm

Tabela 3. Frações areia em solos em cinco classes de tamanho.

Fração de areia	Tamanho da partícula
Areia Muito Grossa	2-1 mm
Areia Grossa	1-0,50 mm
Areia Média	0,50-0,25 mm
Areia Fina	0,25-0,105mm
Areia Muito Fina	0,105-0,053 mm

Frações granulométricas e o Ensaio de Proficiência

As amostras de solo enviadas aos laboratórios pelo Ensaio de Proficiência passam por peneira de 2 mm e, por isso, as frações cascalho, calhau e matacão não estão presentes. Assim, para o Ensaio de Proficiência, os laboratórios devem reportar apenas as frações areia, silte e argila (Tabela 1), que são as frações consideradas na avaliação do desempenho do laboratório.

Opcionalmente, os laboratórios podem também reportar as frações areia grossa e areia fina (Tabela 2). Para essas, os laboratórios receberão a avaliação no Ensaio de Proficiência e, se for o caso, asteriscos indicando resultados fora do intervalo de confiança. Porém, essas frações não fazem parte da avaliação do laboratório no final do ano, ou seja, não contam para a nota final.

Este texto está disponível no site do Ensaio de Proficiência, aba Publicações, para ser baixado

R ELATÓRIOS DISPONÍVEIS TAMBÉM PELA INTERNET

Os relatórios bimensais estarão disponíveis em pdf na internet para serem baixados.

<http://lab.iac.sp.gov.br/publicacoes.html>

Lembramos também que as tabelas com as análises estatísticas ficam à disposição para consulta no site tão logo são calculadas:

<http://lab.iac.sp.gov.br/Acesso/Acessa.asp>

<http://lab.iac.sp.gov.br>

CORRESPONDÊNCIA PARA A COORDENAÇÃO:

Heitor Cantarella ou Mônica Ferreira de Abreu ou Fernando Zambrosi

**INSTITUTO AGRONÔMICO
Centro de Solos e Recursos Ambientais
Caixa Postal 28
13020-902 Campinas, SP
Brasil**

**Tel.: (019) 2167-0750
E-mail: cantarella@iac.sp.gov.br
E-mail: monica@iac.sp.gov.br
E-mail: zambrosi@iac.sp.gov.br**

ENSAIO DE PROFICIÊNCIA IAC - Relatório 1/2020

Quadro 8. Resultados analíticos de sódio (Na) enviados pelos laboratórios

Nº Lab	557	558	559	560	Nº Lab	557	558	559	560
-----mg/kg-----					-----mg/kg-----				
1					87				
2					88				
3					89				
4					90				
5					91				
6					92				
7					93				
8					94				
9	0,1	0,1	0,1	0,1	95				
10					97				
11					98				
13	0,1	0,1	0,1	0,1	99				
15	0,1	0,1	0,1	0,1	100				
16					101				
17					102				
18	0	0	0,1	0,1	104				
19					105				
20					106				
21					107				
23					108				
24					109				
25					110				
26					111				
27	0,1	0,1	0,1	0,1	112				
28	0,1	0,1	0,1	0,1	113				
30	0,1	0	0,1	0,1	115				
31					116				
32					117				
33					118				
34					119				
35					120				
36					121				
37	0,2	0,1	0,1	0,1	122	0	0	0,1	0,1
38	0,1	0	0,1	0,1	123				
39	0,2	0,2	0,1	0,2	124	0,2	0,2	0,2	0,2
40	0,1	0,1	0,1	0,1	125				
41	0,2	0,2	0,1	0,2	126				
42					127				
43					128				
44					130				
45					131				
46	0,1	0,1	0,2	0,2	132				
47					134				
48					135				
49					136				
50					137				
51	0,1	0,2	0,1	0,1	138				
52									
53									
54									
55									
56									
57									
58									
59									
60	0,1	0,1	0,1	0,1	MÉDIA 1	0,11	0,11	0,12	0,13
61					S	0,06	0,08	0,04	0,04
62					CV%	58	72	34	36
63					MÍNIMO	-0,1	-0,1	-0,1	-0,1
65					MÁXIMO	0,3	0,3	0,3	0,3
66					Critério	m±0,2	m±0,2	m±0,2	m±0,2
67					MÉDIA 2	0,11	0,11	0,12	0,13
68					S	0,06	0,08	0,04	0,04
69					CV%	58	72	34	36
70					MÍNIMO	-0,1	-0,1	-0,1	-0,1
71					MÁXIMO	0,3	0,3	0,3	0,3
72					Critério	m±0,2	m±0,2	m±0,2	m±0,2
73					MÉDIA 3	0,11	0,11	0,12	0,13
74					S	0,06	0,08	0,04	0,04
75					CV%	58	72	34	36
76					MÍNIMO	-0,1	-0,1	-0,1	-0,1
77	0,2	0,2	0,2	0,2	MÁXIMO	0,3	0,3	0,3	0,3
78					Critério	m±0,2	m±0,2	m±0,2	m±0,2
79									
80									
81	0,1	0,2	0,2	0,1					
83									
84									
85	0	0	0,1	0,1					
86									

Resumo dos asteriscos distribuídos				
LCA	TA	TL	TL	TL
		20	20	20

LCA - Laboratórios com asteriscos; TA - Total de asteriscos e TL - Total de laboratórios com resultados

Quadro 9. Resultados analíticos de metais pesados em EDTA-TEA

Amostra 557

<i>Nº Lab</i>	<i>Cd</i>	<i>Cr</i>	<i>Ni</i>	<i>Pb</i>
----- mg/kg -----				
9	0,00	0,00	0,00	1,59
72	0,08	0,46	0,36	1,84
77	0,01	0,00	0,06	2,34
124	0,04	0,06	0,04	1,92
134	0,01	0,03	0,05	1,78

Amostra 558

<i>Nº Lab</i>	<i>Cd</i>	<i>Cr</i>	<i>Ni</i>	<i>Pb</i>
----- mg/kg -----				
9	0,00	0,00	0,14	1,56
72	0,10	0,42	0,18	1,96
77	0,03	0,02	0,27	2,00
124	0,03	0,04	0,26	2,04
134	0,02	0,00	0,23	1,64

Amostra 559

<i>Nº Lab</i>	<i>Cd</i>	<i>Cr</i>	<i>Ni</i>	<i>Pb</i>
----- mg/kg -----				
9	0,00	0,00	0,22	2,19
72	0,12	0,30	0,10	2,60
77	0,02	0,02	0,34	2,51
124	0,03	0,04	0,34	2,44
134	0,02	0,00	0,33	2,32

Amostra 560

<i>Nº Lab</i>	<i>Cd</i>	<i>Cr</i>	<i>Ni</i>	<i>Pb</i>
----- mg/kg -----				
9	0,00	0,00	0,00	1,19
72	0,06	0,46	0,42	1,54
77	0,01	0,01	0,11	1,41
124	0,03	0,04	0,10	1,38
134	0,01	0,00	0,10	1,28

LCA - Laboratórios com asteriscos; TA - Total de asteriscos e TL - Total de laboratórios com resultados