



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

ANO 37

**RELATÓRIO N°2/2020
Amostras 561 a 564**

Julho de 2020

Notas

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

Análise granulométrica no Ensaio de Proficiência (vide texto interno)

INSTITUTO AGRONÔMICO
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. 2/2020

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.

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

RESULTADOS DAS AMOSTRAS 561 a 564

Passada a fase mais restritiva de atividades dos laboratórios no início do semestre, a maior parte dos laboratórios voltaram a funcionar. Assim, nesta segunda rodada, apenas cinco laboratórios, dos 139 inscritos, não enviaram resultados.

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 2/2020

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

Amostra 561

| <i>Nº Lab</i> | <i>Cd</i> | <i>Cr</i> | <i>Ni</i> | <i>Pb</i> |
|-------------------|-------------------|-----------|-----------|-----------|
| | ----- mg/kg ----- | | | |
| 9 | 0,00 | 0,00 | 0,04 | 2,27 |
| 77 | 0,02 | 0,02 | 0,15 | 2,19 |
| 124 | 0,01 | 0,01 | 0,14 | 2,06 |
| 134 | 0,02 | 0,02 | 0,20 | 1,66 |

Amostra 562

| <i>Nº Lab</i> | <i>Cd</i> | <i>Cr</i> | <i>Ni</i> | <i>Pb</i> |
|-------------------|-------------------|-----------|-----------|-----------|
| | ----- mg/kg ----- | | | |
| 9 | 0,00 | 0,00 | 0,05 | 1,07 |
| 77 | 0,02 | 0,01 | 0,14 | 1,77 |
| 124 | 0,01 | 0,01 | 0,12 | 0,86 |
| 134 | 0,02 | 0,00 | 0,14 | 2,84 |

Amostra 563

| <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 | 0,65 |
| 77 | 0,00 | 0,00 | 0,11 | 1,00 |
| 124 | 0,01 | 0,01 | 0,04 | 0,54 |
| 134 | 0,00 | 0,00 | 0,20 | 1,62 |

Amostra 564

| <i>Nº Lab</i> | <i>Cd</i> | <i>Cr</i> | <i>Ni</i> | <i>Pb</i> |
|-------------------|-------------------|-----------|-----------|-----------|
| | ----- mg/kg ----- | | | |
| 9 | 0,00 | 0,00 | 0,15 | 0,68 |
| 77 | 0,02 | 0,02 | 0,17 | 0,71 |
| 124 | 0,01 | 0,01 | 0,26 | 0,52 |
| 134 | 0,02 | 0,00 | 0,02 | 0,78 |

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