



**CONTROLE DE QUALIDADE EM LABORATÓRIOS DE FERTILIDADE  
DO SOLO QUE ADOTAM O MÉTODO EMBRAPA**

RELATÓRIO DE DESEMPENHO NO PERÍODO DE 1994-1998



**República Federativa do Brasil**

*Presidente:* Fernando Henrique Cardoso

***Ministério da Agricultura e do Abastecimento***

*Ministro:* Marcus Vinicius Pratini de Moraes

***Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (Embrapa)***

*Presidente:* Alberto Duque Portugal

*Diretores:* Elza Ângela Battaglia Brito da Cunha  
José Roberto Rodrigues Peres  
Dante Daniel Giacomelli Scolari

***Embrapa Solos***

*Chefe Geral:* Doracy Pessoa Ramos

*Chefe Adjunto de Pesquisa e Desenvolvimento:* Celso Vainer Manzatto

*Chefe Adjunto de Apoio e Administração:* Paulo Augusto da Eira



---

*Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária  
Centro Nacional de Pesquisa de Solos  
Ministério da Agricultura e do Abastecimento*

CONTROLE DE QUALIDADE EM LABORATÓRIO DE FERTILIDADE DO  
SOLO QUE ADOTAM O MÉTODO EMBRAPA

RELATÓRIO DE DESEMPENHO NO PERÍODO DE 1994-1998

*Carlos Alberto Silva*

*Daniel Vidal Pérez*

*Neli do Amaral Meneguelli*

*Alberto Carlos de Campos Bernardi*

*Márcia Linhares Avellar*

Rio de Janeiro, RJ

2000

Copyright © 2000. Embrapa.  
Embrapa Solos. Boletim de Pesquisa nº 17

Exemplares desta publicação podem ser adquiridos na:

***Embrapa Solos***

Rua Jardim Botânico, 1.024  
22460-000 Rio de Janeiro, RJ  
Tel: (21) 2274-4999  
Fax: (21) 2274-5291  
E-mail: sac@cnps.embrapa.br  
Site: <http://www.cnps.embrapa.br>

***Projeto gráfico e tratamento editorial***

Jacqueline Silva Rezende Mattos

***Revisão de Português***

André Luiz da Silva Lopes

***Normalização bibliográfica***

Maria da Penha Delaia

***Revisão Final***

Jacqueline Silva Rezende Mattos

***Todos os direitos reservados.***

***A reprodução não autorizada desta publicação, no todo ou em parte,  
constitui violação dos direitos autorais (Lei no. 9.610).***

Catálogo-na-publicação (CIP)  
Embrapa Solos

---

Controle de qualidade em laboratórios de fertilidade do solo que adotam o método Embrapa:  
relatório de desempenho no período de 1994-1998 / Carlos Alberto Silva ... [et al.] . - Rio de  
Janeiro : Embrapa Solos, 2000.

1 CD-ROM. - (Embrapa Solos. Boletim de Pesquisa ; n. 17).

ISSN 1517-5219

1. Solo - Fertilidade. 2. Laboratório - Controle de qualidade. 3. Análise de solo. I. Silva,  
Carlos Alberto. II. Pérez, Daniel Vidal. III. Meneguelli, Neli do Amaral. IV. Bernardi, Alberto  
Carlos de Campos. V. Avellar, Márcia Linhares. VI. Embrapa Solos (Rio de Janeiro). VII.  
Série.

CDD (21. ed.) 631.478

---

# AUTORIA

Carlos Alberto Silva<sup>1</sup>

Daniel Vidal Pérez<sup>1</sup>

Neli do Amaral Meneguelli<sup>1</sup>

Alberto Carlos de Campos Bernardi<sup>1</sup>

Márcia Linhares Avellar<sup>2</sup>

---

<sup>1</sup> Pesquisador da Embrapa Solos. Rua Jardim Botânico, 1.024. Rio de Janeiro, RJ. CEP: 22460-000.

<sup>2</sup> Assistente de operações da Embrapa Solos.

## **AGRADECIMENTOS**

Aos senhores Carlos Souza Dias dos Santos e Aroaldo Lopes Lemos pela ajuda nas análises laboratoriais, processamento e envio de relatórios e na coleta e envio das amostras de solo para os laboratórios participantes do PAQLF.

# SUMÁRIO

*Resumo • ix*

*Abstract • xi*

1 INTRODUÇÃO • 1

2 MATERIAL E MÉTODO • 4

2.1 Perfil das instituições participantes do PAQLF • 4

2.2. Sistemática de funcionamento do PAQLF • 7

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES • 9

3.1 Cadastro de informações laboratoriais e sua implicação na qualidade das análises executadas • 9

3.2 Evolução da qualidade dos resultados analíticos em laboratórios participantes do PAQLF • 24

3.2.1 Critérios para a interpretação dos resultados • 24

3.2.2 Análise individual da amostra • 25

3.2.3 Análise conjunta • 29

4 CONCLUSÕES • 37

5 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS • 39

ANEXO - Relação dos endereços e responsáveis pelos laboratórios participantes do PAQLF, no ano de 1998 • 41

## RESUMO

Neste relatório são discutidos assuntos associados ao controle de qualidade das análises realizadas em 68 laboratórios de fertilidade do solo do Brasil durante o período de 1994-1998. A metodologia de controle de qualidade do Programa Análise de Qualidade dos Laboratórios de Solos da Embrapa - PAQLF baseia-se no envio, a cada três meses, de 02 amostras de solo para a análise de pH em água, dos teores trocáveis de cálcio, magnésio, potássio e alumínio, e do fósforo extraível (Mehlich-1). Com base nas 04 rodadas de controle de qualidade, emitiu-se, a cada ano, uma lista com conceitos e classificação de cada laboratório, sendo considerado com qualidade mínima aceitável somente os laboratórios com conceito A ou B. A infra-estrutura e os procedimentos analíticos usados nos laboratórios participantes do Programa foram levantados através da análise de questionários enviados no ano de 1998. No período de 1994-1996, cerca de 80% dos laboratórios obtiveram conceitos A ou B; em 1997, cerca de 74% dos laboratórios apresentaram qualidade mínima aceitável, e, em 1998, somente 58% dos laboratórios obtiveram conceitos A ou B. Contudo, considerando-se o período de 1994 a 1998, o número de laboratórios aptos a usarem o selo de participação no PAQLF saltou de 13 para 30. De um modo geral, o nível de qualidade das análises geradas em cada laboratório variou muito de um ano para outro. A elaboração de cadastro com informações dos laboratórios participantes do PAQLF permitiu identificar as seguintes deficiências: baixa automatização dos laboratórios, uso de protocolos antigos que não refletem o estado da arte de marchas analíticas ajustadas para os solos brasileiros, ausência de uniformização de procedimentos entre os laboratórios e infra-estrutura laboratorial deficiente, o que resulta em baixa produtividade.

*Termos de indexação:* análise de solo, método de avaliação da fertilidade do solo, acidez potencial,  $\text{pH}_{\text{SMP}}$ , selo de qualidade, infra-estrutura laboratorial.



# ABSTRACT

*QUALITY CONTROL IN SOIL FERTILITY LABORATORIES WHICH ADOPT THE EMBRAPA 'S METHOD:*

*REPORT OF PERFORMANCE IN THE PERIOD OF 1994-1998*

In this report are discussed subjects related to the quality control of analysis performed in 68 soil fertility laboratories of Brazil, taking into account the period between 1994 and 1998. The Embrapa's quality control program (PAQLF) procedure is based on the analysis, in all soil laboratories, of two soil samples, each three months, for pH in water, exchangeable calcium, magnesium, aluminum and potassium, and extractable phosphorus (Mehlich-1). Each year, it was edited a report with the performance and grades of each laboratory in relation to other soil laboratories participating of the PAQLF, based on the data generated in the four phases of Embrapa's quality program. The Embrapa quality seal is allowed to be used only by soil laboratories that reach the minimum quality level (Laboratories that obtain grades A or B), or excellence level higher than 70%. In 1998, the infra-structure and analytical procedures used in the soil laboratories controlled was evaluated through the tabulation of data generated in questionnaires sent to Embrapa by these institutions. From 1994-1996, roughly 80% of soil laboratories obtained grades A or B; In 1997, roughly 74% of soil laboratories obtained minimum quality level, and, in 1998, only 58% of the soil laboratories evaluated obtained grades A or B. However, taking into account the period from 1994 to 1998, the number of soil laboratories with permission to use the Embrapa's quality seal increased from 13 to 30. The quality of the results generated in each soil fertility laboratory varied from one year to another. The development of a data base with information associated with infra-structure and analytical procedures of the soil laboratories monitored allowed to identify the following deficiencies: laboratories are not automated; analytical protocols are old and do not reflect the state of art of analytical procedures available in Brazil for soil analysis; the analytical procedures used by the soil laboratories monitored are not uniform; the infra-structure are obsolete and the productivity of soil laboratories monitored is low.

*Index terms:* soil analysis, soil fertility evaluation method, potential acidity, SMP pH., Quality seal, laboratory infra-structure.

## 1 INTRODUÇÃO

Os resultados das análises químicas de solo e/ou de folhas, usados para avaliar a fertilidade do solo e o estado nutricional das plantas, estão sujeitos a erros de diversas naturezas e imperfeições em sua emissão. Diferenças nos resultados de um mesmo laboratório, ou entre eles, causam descrédito, não só das análises em si, mas de todo o sistema de recomendação de adubação. A diminuição dos erros pode ser conseguida através de programas interlaboratoriais, que almejam 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). Esses objetivos têm implicações importantes, já que estabelecem critérios indispensáveis à sustentação e ao incremento da credibilidade das análises de solo e planta como ferramentas imprescindíveis à recomendação correta de adubação e calagem. Nesse sentido, notáveis aumentos na qualidade analítica dos resultados emitidos por laboratórios de fertilidade do estado de São Paulo foram conseguidos no programa do Instituto Agrônomo de Campinas de análise de solo (Quaggio et al., 1985).

As reuniões anuais do programa interlaboratorial, criado a partir do convênio entre o Ministério da Agricultura e a Universidade Estadual da Carolina do Norte, após um início muito profícuo, transformaram-se nas reuniões brasileiras de fertilidade do solo, que acabaram por reduzir a atenção dada aos problemas de laboratório. Essas reuniões são realizadas a cada dois anos, como atividade da Sociedade Brasileira de Ciência do Solo (SBCS). Quer seja por essa razão ou pela dificuldade em reunir um número crescente de representantes de laboratórios, as questões de análises químicas foram sendo retomadas, em programas regionais. Cabe ressaltar, que a adesão dos laboratórios aos programas de controle de qualidade é facultativa, sem nenhum caráter oficial, embora, pela sua natureza, os programas interlaboratoriais estejam sediados em órgãos governamentais de pesquisa. Além disso, é prerrogativa dos coordenadores dos diversos programas interlaboratoriais a permissão para uso de selo de qualidade para os laboratórios que conseguirem

manter um padrão definido de qualidade analítica. À Sociedade Brasileira de Ciência do Solo compete ainda a tarefa de acolher os encontros dos membros dos programas interlaboratoriais, em suas reuniões anuais - Congressos alternados com as Reuniões Brasileiras de Fertilidade do Solo - e de divulgar outras informações e relatórios concernentes ao desempenho dos laboratórios em termos de qualidade, em Boletim Informativo da SBCS. A Embrapa Solos presta um apoio global, desde a organização do programa interlaboratorial que visa atender qualquer laboratório do país que não participe de outro programa, até à publicação de protocolos analíticos e o cadastro dos laboratórios de análise.

Com o encerramento do convênio do Ministério da Agricultura com a Universidade da Carolina do Norte, foram sendo organizados os programas interlaboratoriais de análise de solo. O mais antigo deles é o chamado Rolas, que vem operando desde o início do anos 80 no Rio Grande do Sul e Santa Catarina. O segundo Programa mais antigo é o de São Paulo, conhecido como Sistema IAC, que vem funcionando desde 1984 com aprimoramento comprovado da qualidade dos resultados emitidos pelos laboratórios desse estado (Cantarella et al., 1995). Esse programa, apesar de ser estadual, conta, hoje, com a adesão de 70 laboratórios de 8 estados, interesse que demonstra as razões discutidas anteriormente. Existem, ainda, outros programas no Paraná, em Minas Gerais e no Centro Oeste.

Até 1991, só existiam quatro Programas de Controle de Qualidade, a saber: o do Rio Grande do Sul e Santa Catarina, o de Minas Gerais, o de São Paulo e o do Paraná. Em 1992, surgiu o Programa de Análise de Qualidade dos Laboratórios de Fertilidade (PAQLF), que usam o método da Embrapa Solos, com vistas a estimular laboratórios de outras regiões não assistidas a participarem de um sistema que pudesse avaliar e corrigir, se necessário, sua qualidade analítica. Este trabalho tem como objetivos discutir todas as informações levantadas pelo PAQLF no período de 1994/98 e avaliar a evolução da qualidade dos laboratórios que fazem parte desse Programa e que adotam o método de avaliação da fertilidade da Embrapa Solos. O levantamento da infraestrutura dos laboratórios e das rotinas adotadas, bem como suas influências sobre a qualidade das análises são também discutidos, levando-se em conta a formulação de alternativas que conduzam a um maior grau de confiabilidade das análises de solo realizadas pelos participantes do PAQLF.

## 2 MATERIAL E MÉTODO

### 2.1 Perfil das instituições participantes do PAQLF

Na Tabela 1, nota-se que a maioria dos laboratórios participantes é da Embrapa ou de instituições particulares, embora a adesão por parte das Universidades tenha crescido bastante no período de 92/98.

**TABELA 1. Número de laboratórios das diversas instituições participantes do PAQLF no período de 1992-1998.**

Ano	Instituição				Total
	Embrapa	Universidade	Instituto Estadual	Particular	
1992	10	4	9	4	27
1993	10	6	9	4	29
1994	10	6	9	5	30
1995	14	7	9	5	35
1996	14	12	10	6	42
1997	19	11	12	13	55
1998	22	10	13	23	68

Na Tabela 2, é apresentada a distribuição dos laboratórios, por região geográfica. Ao se analisar os dados nele contidos, pode-se observar que a participação de laboratórios pertencentes a regiões não abrangidas diretamente por outros Programas de Qualidade é substancial. Vale ressaltar que a maioria dos laboratórios pertencentes à região Sudeste refere-se aos Estados do Rio de Janeiro (6) e Espírito Santo (3). Um outro ponto a ser destacado, diz respeito à maior participação, a partir de 1996, de laboratórios da Região Centro Oeste no PAQLF. Esse fato coincide com a transferência do Programa de Controle de Qualidade coordenado pela Embrapa Cerrados para a Embrapa Solos. Verifica-se, ainda, que o número de laboratórios existentes nas regiões Norte e

Nordeste vem crescendo, sistematicamente, nos últimos anos. A participação efetiva dos pertencentes ao Nordeste tem contribuído, em muito, para a formação de um cadastro da infraestrutura bem como de outras informações relativas à qualidade das análises, nesses locais. Nesse sentido, foi submetido ao sistema SEP, em março de 1999, um projeto de pesquisa que trata, especificamente, do diagnóstico, melhoria e monitoramento da qualidade em laboratórios do Nordeste. Entre os objetivos do projeto em questão, destacam-se: o aumento no número de análises efetuadas na região; a atualização dos protocolos analíticos utilizados; a automatização de laboratórios da Embrapa e a capacitação de laboratórios para que possam funcionar como referência, na região, para outros laboratórios. Na medida em que a maioria das análises de tecido foliar em projetos agrícolas é realizada nos laboratórios do Sudeste, um outro objetivo seria o de capacitar alguns laboratórios locais para a realização desse tipo de análise.

**TABELA 2. Distribuição regional dos laboratórios que participam do PAQLF (Período de 1992 a 1998).**

Região	Ano						
	1992	1993	1994	1995	1996	1997	1998
Sudeste	8	9	9	10	12	12	12
Nordeste	11	11	12	12	17	17	21
Centro-Oeste	6	6	6	7	5	17	25
Norte	1	2	2	5	7	8	9
Sul	1	1	1	1	1	1	1

Os nomes dos responsáveis pelos laboratórios e os endereços das instituições participantes do PAQLF no ano de 1998 encontram-se relacionados no Anexo I.

Na Tabela 3, observa-se que a evolução do número de análises de solo realizadas em diferentes regiões do Brasil. Assim sendo, no período de 1988 a 1994, constata-se um aumento sensível do número de amostras analisadas, no total, pelos laboratórios que participam atualmente do PAQLF. Vale ressaltar, contudo, que, regionalmente, este incremento só foi observado nos

laboratórios do Sudeste e Centro-Oeste. Os da região Nordeste sofreram uma queda no período de 88 a 90, recuperando-se, até se estabilizar, nos anos subseqüentes. Segundo informações recebidas, esse decréscimo, provavelmente, está relacionado à ocorrência de seca prolongada nesse período.

**TABELA 3. Evolução do número de amostras de solo analisadas pelos 35 laboratórios que, em 1995, participavam do PAQLF.**

Região	Ano						
	1988	1989	1990	1991	1992	1993	1994
Sudeste	18075	20468	17765	28138	28437	29994	32051
Nordeste	19065	16359	14194	15519	16134	16495	16743
Norte	6010	6192	6066	6649	6073	7989	5030
Centro-Oeste	14204	14773	48616	44767	39791	44829	54132
Sul				450	450	600	1000
Total	57354	57792	86641	95523	90885	99907	108956

## 2.2 Sistemática de funcionamento do PAQLF

A metodologia de trabalho baseia-se no envio de duas amostras de terra, a cada três meses, para o laboratório participante, que efetua a análise de fertilidade e envia os respectivos resultados para a Embrapa Solos, onde é realizada a análise estatística, que permitirá a observação dos desvios, caso ocorram. O resultado dessa avaliação é, então, enviado aos laboratórios e, no final do ano, procede-se uma classificação geral com base no grau de inexatidão e imprecisão das análises realizadas por cada um dos participantes, de acordo com a metodologia proposta por Quaggio (1987).

Os parâmetros avaliados são: pH em água, cálcio, magnésio, fósforo, potássio, sódio, H+Al, alumínio e matéria orgânica. À exceção do pH em água, cálcio + magnésio, alumínio, fósforo e

potássio, que são obrigatórias, as demais determinações não são exigidas para que um laboratório participe do PAQLF.

O laboratório é identificado por um número que só é conhecido pelo participante e pelo coordenador do PAQLF.

### **3 RESULTADOS E DISCUSSÕES**

#### **3.1 Cadastro de informações laboratoriais e sua implicação na qualidade das análises executadas**

A maioria dos resultados a partir de agora apresentados encontra-se disposta em tabelas. Para obtê-las, foram enviados questionários a cada um dos laboratórios. As percentagens indicadas, ao longo do texto, referem-se ao número total de laboratórios que responderam ao questionário, salvo alguma outra observação feita.

A qualidade da água utilizada no laboratório é um dos fatores mais importantes na análise, notadamente o teor de impurezas (argila e sais, principalmente) que nela existe. A grande maioria dos laboratórios utiliza algum método de purificação da água. Contudo, vale ressaltar que, a destilação, nem sempre é o melhor método, principalmente se a região onde o laboratório se localiza é de origem calcária. Por isso, é sempre necessário realizar uma análise periódica da água que será utilizada no laboratório, para acompanhar seu grau de pureza.

Com relação às soluções utilizadas, a grande maioria dos laboratórios (88%) prepara soluções e as estoca. Isto traz uma grande vantagem no que concerne à rotina de análise, porém, as condições de armazenamento são relevantes para garantir a qualidade e o título das soluções. 76% dos laboratórios que estocam soluções, o fazem por período superior a uma semana. Desde que essas soluções sejam mantidas em refrigeração, poucos problemas poderiam ocorrer. Contudo, só 72% dos laboratórios avaliados procedem desta forma.

As principais conseqüências do armazenamento de soluções padronizadas, por longo período, podem ser assim descritas:

- mudança do título da solução, por evaporação, carbonatação (como é o caso específico do NaOH) ou desenvolvimento de fungos (comum nas soluções de KCl 1N, Duplo Ácida, Acetato de Cálcio 1N);
- formação de depósitos, comum em solução de acetato de cálcio e de molibdato ácido de sódio;
- perda de eficiência do indicador, por degradação química, comum no Eriochrome Black T (negro de eriocromo) e no Calcon; e
- contaminação da solução, pelo recipiente de armazenamento, comum em EDTA armazenado em vidro, entre outros.

Com relação à análise propriamente dita, 84% dos laboratórios utilizam amostra de solo padrão (Figura 1a). Essa prática é muito importante, posto que permite ao próprio laboratório avaliar a precisão dos seus resultados, já que a exatidão só pode ser medida em análise interlaboratorial. É interessante observar, também, que 62% dos laboratórios que usam amostra padrão, o fazem para um número máximo de 20 amostras analisadas, o que garante ainda mais a qualidade dos resultados (Figura 1b).

O pH é uma medida, em princípio, muito simples e, como se verá mais adiante, em geral, apresenta poucos problemas de qualidade de resultados. A aferição do potenciômetro com soluções-padrão (em geral, de pH 4,0 e 7,0) é um dos fatores que propicia esses bons resultados, pois permite visualizar a eficácia do equipamento na leitura do pH correto, da solução testada. Vale enfatizar que 100% dos laboratórios utilizam esse método (Figura 1c). Outro dado curioso é que 31% dos laboratórios, utilizam potenciômetros analógicos, o que não representa um problema em si. Contudo, o mercado de equipamentos de laboratórios tem dado preferência ao desenvolvimento e venda de modelos digitais.



Com respeito à análise de cálcio e magnésio (Figura 1d), a maioria dos laboratórios (79%) ainda emprega o método clássico da titulação complexométrica com EDTA. Os outros laboratórios (21%) já utilizam técnicas mais modernas (principalmente espectrometria de absorção atômica) que permitem, não só maior precisão dos resultados mas também a determinação de micronutrientes.



Legenda : NR-Nenhuma das respostas; ND-Não determinado.

**FIGURA 1. Diagnóstico das rotinas, técnicas e equipamentos empregados pelos laboratórios participantes do PAQLF no ano de 1998.**

OBS.: os números destacados em cada figura de distribuição percentual referem-se à quantidade de laboratórios que optaram pelo item em julgamento.

A determinação em separado do cálcio (Figura 1e) segue, basicamente, a mesma distribuição anterior. Vale ressaltar, contudo, que dos laboratórios que adotam a titulação (79% do total), visualizam-se dois grandes grupos em função do tipo de indicador metalocrômico empregado: murexida ou ácido calconcarboxílico (“calcon”). A principal vantagem do calcon refere-se à nitidez do ponto de “viragem” (ou equivalência), quando a solução titulada passa de vermelho a azul, o que é similar à titulação, em conjunto, do cálcio e magnésio utilizando o Erichrome Black T (Negro de eriocromo).

Todos os laboratórios determinam o alumínio por titulação ácido-base (Figura 1f), ocorrendo, porém, diferença no tipo de indicador utilizado: um grupo (79%) utiliza o azul de bromotimol e o outro (21%) a fenolftaleína. A principal diferença entre os dois está na faixa de pH em que ocorre a “viragem” (ou ponto de equivalência). No caso do primeiro, a faixa de viragem ocorre próxima a neutralidade (entre pH 6 e 7,6) e, no do segundo, entre pH 8,0 e 10,0. Desta forma, os valores obtidos com fenolftaleína são um pouco superiores aos obtidos com o azul de bromotimol. Vale lembrar que, em princípio, o alumínio trocável ( $Al^{3+}$ ) desaparece de soluções cujo pH esteja acima de 5,5. Logo, o azul de bromotimol seria o indicador mais próximo e, por isso, o mais indicado.

Com relação à determinação de fósforo (Figura 1g), todos os laboratórios empregam o método colorimétrico clássico (redução do complexo fósforo-molibdênio com ácido ascórbico), porém, só 83% dos laboratórios responderam que costumam determinar, também, a curva padrão que, neste caso, vem a ser a relação entre a concentração de soluções padronizadas de fósforo e a leitura, que pode ser em absorbância, transmitância ou a própria concentração. Essa prática é importante, pois permite avaliar as flutuações de leitura que os espectrofotômetros (ou colorímetros) podem apresentar em função do tempo de uso, da conservação e das variações de corrente elétrica ou da intensidade luminosa que incide na cubeta. Ressalta-se, ainda, que 41% dos laboratórios utilizam uma mesma curva padrão por períodos superiores a 1 mês, o que pode representar um

problema em relação à qualidade dos resultados, principalmente se o aparelho empregado tem muitos anos de uso. O número de pontos utilizados é um outro fator importante. Quanto maior o número de pontos, mais preciso será o resultado. A maioria dos laboratórios que utilizam a curva padrão emprega de quatro a sete pontos para confeccioná-la, o que pode ser considerado satisfatório (Figura 1h).

Um ponto a ser destacado diz respeito à determinação de altos teores de P disponível no solo. Na maioria dos laboratórios, quando da sua determinação, tem-se optado pela diluição dos extratos em que a cor azulada já foi desenvolvida, no caso em que a intensidade de cor não está na faixa de leitura ótima do colorímetro (25 a 75% de transmitância). Tal estratégia provoca erro na quantificação do P disponível no solo. A rotina mais adequada deveria envolver uma nova extração e diluição do substrato de leitura numa etapa anterior à adição dos reagentes para o desenvolvimento de cor azulada.

Todos os laboratórios determinam o potássio e o sódio em fotômetro de chama. Contudo, da mesma forma como no fósforo, só 83% dos laboratórios fazem a curva padrão (neste caso, a relação entre soluções padronizadas do elemento e a concentração lida pelo aparelho) e desses, só 62% a determinam por período inferior a uma semana e, somente 73% a confeccionam com quatro a sete pontos, fato importante para aplicação da técnica (Figura 1i).

A maioria dos laboratórios participantes do PAQLF, determina a acidez potencial (H+Al) utilizando a solução de acetato de cálcio  $0,5\text{mol L}^{-1}$  a pH 7,0. Entre os 49 laboratórios que responderam aos questionários de cadastro enviados, 12 usam o método do  $\text{pH}_{\text{SMP}}$  para estimar esse parâmetro de acidez do solo. Uma das limitações do método do acetato de cálcio é subestimar os valores de H+Al nos solos que apresentam pH acima de 6,0 (Pereira et al., 1998), em razão do tamponamento deficiente da solução de acetato de cálcio para valores de pH na faixa de 6,5 a 7,0 (Raij, 1991). Além disso, o indicador utilizado apresenta difícil visualização do seu ponto de viragem, o que se deve, em parte, às impurezas dos reagentes analíticos empregados (Pereira et al., 1998). Em função dessas deficiências, o método do SMP tem sido mais usado no Brasil. O mesmo acontece em outros países, onde a solução-tampão SMP é o método mais utilizado para análise da

acidez, em virtude de sua simplicidade e eficiência no controle do pH, para uma ampla diversidade de solos (Pereira et al., 1998). No Brasil, os dados e as equações apresentadas na Tabela 4 confirmam essa maior eficiência do método SMP. Por outro lado, as informações contidas nesta tabela contribuem para eliminar um dos maiores entraves ao uso desse método, no país, que é a obtenção de equações que relacionam os valores de  $pH_{SMP}$  com os teores de  $H+Al$ , para diferentes regiões e estados. A descrição dessas equações possibilita proporcionar a confecção de tabelas para conversão do  $pH_{SMP}$  em teores de  $H+Al$  no solo, o que poderia estimular o uso, em solos brasileiros, de solução-tampão na avaliação da acidez potencial.

Com relação à determinação do teor de matéria orgânica em solo, não há unanimidade na metodologia adotada. Um grupo utiliza o método de Walkley & Black (sem aquecimento externo), enquanto o outro utiliza modificações do método de Schollenberg ou de Walkley & Black, executando o aquecimento externo (Figura 1k). Mesmo assim, há unanimidade na determinação dos teores de carbono, já que todos os laboratórios avaliados utilizam o método da titulação de oxirredução, empregando-se a difenilamina como indicador (Figura 1l).

A análise dos dados que tratam da emissão dos resultados pelos laboratórios e transferência de laudos para os usuários, foi verificado que a maioria dos laboratórios entrega seus resultados num prazo não superior a duas semanas (94%), sendo que, boa parte dos laboratórios, os encaminham antes de uma semana, o que pode ser considerado um tempo satisfatório (Figura 1m).

Muitos, sequer, usam algum “software” para facilitar a impressão e o armazenamento de dados (Figura 1n). Dos 13 laboratórios que usam “software” na emissão de laudos de análise de solo, 10 deles desenvolveram seus próprios programas, ou seja, não existe uma padronização nas informações disponibilizadas ao produtor (Figura 1o). Assim, o laboratório de Fertilidade da Embrapa Solos desenvolveu um programa, “SOLOS”, atualmente em fase de teste, e pretende colocá-lo à disposição daqueles que utilizam seu método de análise.

**TABELA 4. Equações de conversão de  $pH_{SMP}$  em  $H+Al$  (cmol<sub>c</sub>/kg solo) para diferentes regiões e estados brasileiros.**

Equação	Faixa de $pH_{SMP}$ dos solos testados	Estados ou regiões abrangidas	Referência
$\ln(H+Al)=10,05-1,02pH_{SMP}$	3,7 a 7,3	Rio de Janeiro	Pereira et al. (1998)
$(H+Al)=7968,4(2,71828)^{-0,9004pH_{SMP}}$	3,9 a 7,3	Rio Grande do Sul e Santa Catarina	Escosteguy & Bissani (1999)
$\ln(H+Al)=7,76 - 1,053pH_{SMP}$	3,5 a 7,9	São Paulo	Quaggio (1983), citado por Raij (1991)
$\ln(H+Al)=6,068 - 0,744pH_{SMP}$		Paraná	Pavan et al. (1996)
$(H+Al)=1004,54 - 896,97(pH_{SMP})^{0,5} + 257,92pH_{SMP} - 23,49(pH_{SMP})^{1,5}$	4,0 a 7,5	Espírito Santo	Prezotti (1996)
$(H+Al)=13,294(pH_{SMP})^2 - 201,73(pH_{SMP}) + 786,3$	4,0 a 7,5	Nordeste Paraense	Gama et al. (1998)
$\ln(H+Al)=8,06 - 1,111pH_{SMP}$	4,0 a 7,4	Minas Gerais	Correa et al. (1985)
$\ln(H+Al)=8,086 - 1,062pH_{SMP}$	4,8 a 7,2	Mato Grosso do Sul	Maeda et al. (1997)
$\ln(H+Al)=7,719 - 1,068pH_{SMP}$	4,1 a 6,8	Cerrados	Sousa et al. (1989)

Na figura 1p, observa-se que a grande maioria dos laboratórios, que atualmente participam do PAQLF, julga importante adotar o Selo de Qualidade como forma de atestar a qualidade dos seus resultados.

No ano de 1998, houve uma queda acentuada na qualidade das análises efetuadas nos laboratórios participantes do PAQLF, de um modo geral. Por essa razão, será focado, nesse documento, a discussão dos dados relativos aos erros cometidos pelos laboratórios no decorrer desse mesmo período.

A análise do desempenho dos laboratórios participantes do PAQLF/1998, em termos de número total de asteriscos, após a análise de diversos parâmetros de fertilidade das amostras 47 a 54, é apresentada na Tabela 5. Aqui, vale uma ressalva: os dados apresentados não foram os únicos usados na classificação final dos laboratórios nesse ano. Desse modo, a obtenção de um número maior de asteriscos por um dado laboratório não implica em desempenho ruim do mesmo em relação aos demais, principalmente, se for levado em conta que alguns dos laboratórios participantes deixaram de enviar resultados das oito amostras de solo remetidas no decorrer de 1998. Após essas considerações, podem ser feitas algumas inferências com relação aos dados apresentados. Uma análise geral da Tabela 5 mostra que é na análise de pH que os laboratórios cometem menos

erros. O número de asteriscos computados para o pH em água correspondeu a somente 1,3% do total. Também na matéria orgânica o percentual de erros foi pequeno, contudo eles foram superiores aos cometidos na medição do pH em água. Na quantificação dos parâmetros H+Al e P disponível, os erros cometidos foram mais ou menos equivalentes, na medida em que o número de asteriscos para esses dois parâmetros se situou em torno de 10% do total levantado.

De um modo geral, ficou evidente que os laboratórios cometeram mais erros nas análises de Al, K, Ca, Ca+Mg e, por cálculo indireto, Mg. Se fossem somados, os asteriscos computados para os parâmetros Ca, Mg e Ca+Mg corresponderiam a mais de 40% do total de asteriscos mostrado na Tabela 5. Na quantificação dos teores de Ca e Ca+Mg, 33 dos 51 laboratórios avaliados, usavam o método da titulação. O restante lançava mão da técnica de absorção atômica. No cruzamento de informações efetuado, não foi observada qualquer relação do uso dessas técnicas com a qualidade das análises efetuadas. Contudo, ficou claro que os laboratórios cometeram mais erros na medição dos teores de Ca, quando esses foram inferiores a 0,5cmol/kg solo, e, para o Mg, quando os teores encontravam-se em torno de 0,3cmol/kg. No caso do alumínio trocável, ocorreram mais erros nas análises de amostras onde o pH foi alto o bastante para neutralizar o Al tóxico, ou seja, para valores de Al próximos de zero. Nessas situações, os cuidados nas análises devem ser redobrados, para que esses erros não sejam perpetuados. Para os demais parâmetros, não foi observada nenhuma relação entre a qualidade das análises realizadas e os teores encontrados no solo.

**TABELA 5. Avaliação do desempenho dos laboratórios participantes do PAQLF em função do número total de asteriscos obtidos na mensuração de diferentes parâmetros de fertilidade do solo, após as análises, em 1998, das amostras de solo de números 47 a 54.**

Laboratório	Parâmetro de fertilidade do solo									Total
	P	MO	pH (H <sub>2</sub> O)	Ca	Mg	Ca+Mg	Al	H+Al	K	
1	1			2	2	5	3		3	16
2	8		3	1			8			20
3					4		3		3	10
4	7				2		4			13
5	1	2	1	2	8	3	7	7		31
6		7		4	4	5	6	7	5	38
7				6	12	1	1			20
8				2	13	3	7	4		29
9	2	11		13	2	14	8		1	51
10	1			3	2	2	1		1	10
11	4	2		8	4	8	2		8	36
12	1			3			1		3	8
13	5		1	3	10	6	8			33
14	1				1		4	1	5	12
15	1			4	2	5	8	14	10	44
16				2		2				4
17	6	2		5	10	6	3	1	2	35
18	3	4		1	2		1	3	4	18
19		5		6	4	7	4	3	3	32
20							1	4	5	10
21	1	1		5	3		3		4	17
22				2	6	3	2		5	18

23				4		1	2			7
24	3			1	2					6
25	1			2	3	3			3	12
26				4	4	5	9	8		30
27	2	9			2		4	5	1	23
28	5	6			5		1		2	19
29	4	3	3	6	8	6	2	6	4	42
30	8			5	7	9	3			32
31	1	1		3	1	1	3			10
32		2			2	1	3			8
33				8	11	6	9		1	35
34		2	1		1		7	1	2	14
35	3			9		7	6	6	5	36
36		2		1			2		2	7
37	1	2		5	1	3	2		3	17
38	3	8		5	4	5	5	1	3	34
39										
40	2				5		5		1	13
41	6		2		5	2	7	13	3	38
42	2			4		2	3		5	16
43	6	3		11	8	11	8	3	12	62
44		2								2
45	3	3	1	5		3	5		2	22
46				2	2		6			10
47	1		3	4		5	5	2		20
48	8			4	3	7	7	11	5	45



49	2	1		2				9	5	19
50	2						1			3
51	5	2		5	5	1	1		3	22
52				5	6	1	1	3	3	19
53	2					1				3
54			2				2	3		7
55		2		4	4	5	3	1	5	24
56	7			4			4	1		16
57	2		2	2	5	3	5	2		21
58	4	11		5	3	6	2		17	48
59	3			1	3	1	7	11	6	32
60				2		1	2		1	6
61	2				2					4
62	6				2		2	1	10	21
63	8			9	12	10		4	12	55
64				3	14					17
65				4	4	8	4			20
66	8			12		8	9	4	16	57
67	3					3	3		17	26
68	3									3
Total	158	93	19	213	225	195	235	139	211	1488
Percentual *	10,6	6,2	1,3	14,3	15,1	13,1	15,8	9,3	14,2	100

\* Percentual em relação ao número total de asteriscos.

## **3.2 Evolução da qualidade dos resultados analíticos em laboratórios participantes do PAQLF**

### ***3.2.1 Critérios para a interpretação dos resultados***

A base estatística para avaliar a precisão e exatidão dos laboratórios está descrita, na íntegra, no trabalho de Quaggio (1987), do qual serão apresentados somente alguns conceitos importantes para que se possa compreender e discutir a avaliação dos resultados analíticos que se fará a seguir.

### ***3.2.2 Análise individual da amostra***

Todos os resultados analíticos de uma mesma amostra recebidos dos laboratórios participantes do PAQLF são organizados a exemplo do que se observa na Tabela 6. Com isso, para cada tipo de análise realizada, calculam-se a média, o desvio padrão e o coeficiente de variação (CV). Desta forma, de acordo com o CV, é calculado o intervalo de confiança que possibilita a exclusão do resultado discrepante, atribuindo-se a ele um asterisco. Outra rodada de cálculos é realizada com os resultados restantes, obtendo-se, de novo, a média, o desvio padrão, o coeficiente de variação e o intervalo de confiança. Se o novo valor calculado estiver fora do intervalo, será eliminado de acordo com a mesma seqüência já descrita acima, recebendo mais um asterisco. São realizadas, no máximo, três rodadas de cálculo, logo, um resultado só poderá receber, no máximo, três asteriscos.

**TABELA 6. Exemplo de apresentação dos resultados de uma amostra de solo controle, no caso a amostra 17/94, enviados aos laboratórios que participam do PAQLF.**

Lab	PH	Ca+Mg	Ca	Mg	Al	P	K	Na	H+Al	MO
		----- cmol <sub>c</sub> /dm <sup>3</sup> -----				----- mg/dm <sup>3</sup> -----			cmol <sub>c</sub> /dm <sup>3</sup>	%
15	4,5	2,6	1,6	1	0,25	6	23 *	11	4,62	2,81
22	5,3	3,1			0,34	7,2	57 *			1,87
6	5,39	2,55	1,41	1,14 *	0,06 *	35,16 *	27		7,42***	
32	4,9	2,4	1,4	1	0,6 *	8	39	18	4,9	2,5
31	4,8	2,6	2	0,6	0,4	6	41	16	5,72	3,25
30	4,9	2,9			0,3	8	15 *			
21	4,7	1,91	1,56	0,35	0,34	5	29	11	5,15	1,97
8	5,2	3,3 *	2	1,3 **	0,5	6,2	39		7,38***	1,7
26	5,1	2,3	1,7	0,6	0,4	6	41		5	2,7
28	4,8	2,2	1,3	0,9	0,3	7	31	14	5,3	2,22
11	4,9	2,5	1,5	1	0,4	6	39	179 **	4,8	3,66 *
9	5	1,9	1,2	0,7	0,3	6,7	32	21 *	5,2	5,96 **
29	5,1	2,2	1,7	0,5	0,3	4	27	11	4,6	2,4
33	4,9	2,3	1,4	0,9	0,3	5,7	34	15	5	
1	5	2,5	2	0,5	0,3	9,4	45		8,5***	
5	5,3	3,4 **	2	1,4 **	0,4	9	44	28 **		
18	5,3	3	2,3 *	0,7	0,3	7,5	43	17	4,7	3,1
3	5	2,2	1,5	0,7	0,1 *	5	35	16	6,3 *	4,01 *
19	4,9	2,2	1,5	0,7	0,4	9	40	18	5,6	2,1
4	5,1	1,7	1,26	0,44	0,39	6	29	11	3,29***	2,68
7	4,6	2,02	1,15	0,87	0,25	4	31		4,59	2,01
2	5	2,5	1,9	0,6	0,5	6	50			2,33
20	5,1	2,4	1,65	0,75	0,25	7	35	14	6,83 **	
13	5,2	2,8			0,2	5	42			0,62 **
16	4,8	3	2,5 *	0,5	0,25	5,5	44		4,2	2,8
10	4,8	2,1	1,7	0,4	0,5	6	46			3,3
Média 1	4,98	2,48	1,66	0,76	0,33	7,56	37	15,79	5,46	2,7
D.P.	0,22	0,43	0,34	0,28	0,12	5,69	8,87	4,52	1,22	1,05
CV	4,39	17,25	20,57	36,29	35,57	75,33	24	28,65	22,41	38,8
Máximo	5,4	3,3	2,2	1,2	0,5	13	50	23	7,3	4,27
Mínimo	4,5	1,6	1,1	0,3	0,2	2	24	9	3,6	1,13
Média 2		2,45	1,59	0,71	0,34	6,45	37,54	14,85	5,16	2,63
D.P.		0,4	0,27	0,22	0,08	1,41	6,45	3,11	0,66	0,62
CV		16,14	16,66	30,92	24,41	21,92	17,19	20,94	12,77	23,6
Máximo		3,2	2,1	1	0,5	9	50	20	6,5	3,57
Mínimo		1,7	1,1	0,4	0,2	4	25	10	3,8	1,7
Média 3		2,41		0,69				14,33	5,05	2,48
DP		0,36		0,2				2,66	0,51	0,48
CV		15,01		29,31				18,53	10,16	19,2
Máximo		3,1		1				20	6,1	3,44
Mínimo		1,7		0,4				9	4	1,53

Com base no que foi exposto, elabora-se uma tabela de resultados, que é enviado, então, a cada laboratório. Quanto maior o número de asteriscos, maior a dispersão em relação ao valor da última média.

De forma a se poder avaliar quais determinações têm apresentado maiores problemas analíticos, construiu-se a Tabela 7, com base no percentual de laboratórios que receberam asteriscos em relação ao total.

**TABELA 7. Número médio de laboratórios que tiveram algum asterisco nas amostras analisadas em 1996 (amostras de números 23 a 30).**

Amostras	pH	Ca+Mg	Ca	Mg	Al	H+Al	P	K	Na	MO
	%									
23	3	7	18	26	23	10	20	13	24	25
24	0	3	15	22	14	52	10	23	47	25
25	0	10	11	11	0	41	27	14	56	14
26	7	7	14	29	17	18	13	7	13	18
27	3	16	10	38	35	4	6	9	19	21
28	10	16	18	25	7	52	10	10	25	18

Considerando as análises realizadas por todos os laboratórios (pH, cálcio e magnésio, alumínio, potássio e fósforo), pode-se observar que o pH é a determinação que apresenta menos problemas, o que já era esperado, por se tratar de metodologia mais simples.

As outras quatro determinações, em média, apresentam faixa de erros pequena. Contudo, é nesse ponto, que ocorrem os maiores erros individuais por amostra, notadamente no fósforo e no potássio. Convém ressaltar que as amostras de solo variáveis, que são escolhidas para o PAQLF, visam testar a ampla faixa de detecção dos elementos em estudo. Um laboratório que está acostumado a receber amostras de uma mesma região, normalmente, estará acostumado com certos valores, o que pode “viciar” o analista ou o equipamento. Com respeito às outras análises, que não são obrigatoriamente realizadas e enviadas por todos os laboratórios, observa-se que os maiores

problemas encontram-se, em ordem decrescente, nas determinações de sódio, matéria orgânica, acidez potencial (H+Al), magnésio e cálcio.

Não se esperava tantas discrepâncias na análise do sódio, posto que sua determinação em fotômetro de chama é bem simples. Um fator que poderia estar contribuindo para isso, diz respeito à qualidade da água utilizada ou problemas de limpeza no sistema de nebulização/queimador. É importante ressaltar este último fato, pois é comum a acumulação de argila fina na câmara de mistura, entre o nebulizador e o queimador que passará a ser uma fonte de contaminação das amostras a serem lidas.

No caso da matéria orgânica, o maior problema se deve às variações na metodologia empregada, como pode se observar na Figura 1k.

Já no H+Al, os asteriscos estão, provavelmente, relacionados à qualidade do reagente empregado, principalmente do acetato de cálcio e ao tempo de estocagem das soluções utilizadas, como é o caso do NaOH, cuja concentração pode mudar com o tempo de acordo com o contato com o CO<sub>2</sub> (processo de carbonatação).

O problema na determinação de magnésio advém do fato de que os teores trocáveis desse nutriente em solo são obtidos pela subtração dos teores de Ca dos teores de Ca+Mg. Logo, qualquer erro na análise desses dois parâmetros implica em cálculo errado dos teores trocáveis de magnésio.

### 3.2.3 *Análise conjunta*

Este tipo de análise só pode ser feito se o laboratório tiver analisado e enviado, em tempo hábil pré-estabelecido, os resultados das oito amostras enviadas, ao longo do ano. Vale ressaltar, também, que só se computam os resultados de pH, cálcio e magnésio, alumínio, potássio e fósforo, nessa avaliação, pois são as análises consideradas obrigatórias.

A inexatidão, maior afastamento do valor mais provável, é avaliada, concomitantemente, de duas formas, a saber:

- soma de todos os asteriscos recebidos para cada determinação, de todas as oito amostras enviadas no mesmo ano (Tabela 8);
- soma de todos os asteriscos recebidos, para cada determinação média, que deriva da média, para cada determinação, das quatro amostras repetidas enviadas no ano (Tabela 9).

**TABELA 8. Exemplo de soma dos asteriscos atribuídos para um total de oito amostras de solo (Amostras de números 23 a 30) analisadas durante o ano de 1995 nos laboratórios de fertilidade que participam do PAQLF.**

Laboratório	pH	Ca+Mg	Al	K	P	Total	Taxa de participação
1	2 (2)	7 (4)	6 (3)	10 (5)	7 (4)	32 (18)	4/4
2	0	1	1	0	5 (2)	7 (4)	4/4
3	0	0	6 (3)	0	0	6 (3)	4/4
4	2 (2)	0	5 (2)	0	0	7 (4)	4/4
5	0	0	0	0	1	1	3/4
6	0	0	1	0	0	1	2/2
7	0	0	0	1	2 (1)	3 (2)	4/4
8	1	3 (2)	3 (1)	4 (2)	0	11 (6)	4/4
9	0	1	0	1	0	2 (2)	2/4
10	0	1	0	2 (1)	0	3 (2)	2/4
11	0	0	3 (2)	0	0	3 (2)	1/4
12	0	5 (2)	5 (3)	0	0	10 (5)	4/4
13	2 (2)	4 (2)	3 (2)	4 (2)	4 (3)	17 (11)	4/4
14	0	0	2 (1)	0	0	2 (1)	4/4
15	0	0	3 (2)	3 (1)	3 (3)	9 (6)	3/4
16	0	2 (1)	1	2 (2)	0	5 (4)	3/4
17	1	0	3 (2)	1	2 (1)	7 (5)	4/4
18	0	1	2 (2)	0	0	3 (3)	4/4
19	0	1	0	0	4 (3)	5 (4)	4/4
20	0	0	0	0	0	0	4/4
21	1	2 (1)	4 (2)	2 (1)	3 (2)	12 (7)	4/4
22	0	2 (1)	6 (3)	7 (6)	3 (2)	18 (12)	4/4
23	0	0	2 (2)	2 (1)	0	4 (3)	3/4
24	1	2 (1)	4 (2)	0	3 (2)	10 (6)	3/4
25	0	0	2 (1)	1	0	3 (2)	4/4
26	1	2 (1)	0	0	0	3 (2)	4/4
27	0	0	3 (2)	3 (2)	4 (2)	10 (6)	3/4
28	0	1	0	0	0	1	4/4

29	0	3 (1)	0	3 (2)	0	6 (3)	3/4
30	0	1	2 (2)	0	4 (2)	7 (5)	4/4
31	0	0	0	0	0	0	4/4
32	0	0	4 (2)	0	0	4 (2)	3/4
33	0	0	0	0	2 (2)	2 (2)	4/4
34	0	2 (1)	0	1	0	3 (2)	3/3
35	0	0	0	1	1	2 (2)	3/3
36	1	1	3 (2)	0	0	5 (4)	2/2
37	0	0	3 (1)	0	0	3 (1)	1/1
39	0	0	0	0	0	0	1/1

OBS.: - números entre parênteses indicam o número de amostras que receberam pelo menos um asterisco.

A imprecisão de cada laboratório (menor reprodutibilidade do resultado) foi calculada com base na amostra repetida, através da média dos coeficientes de variação (CV) individuais das determinações de pH, cálcio e magnésio, alumínio, potássio e fósforo (Tabela 10).

De posse dos resultados de inexatidão e imprecisão, calcula-se um índice de excelência, que serve como base para a classificação dos laboratórios. Com isso, o responsável técnico tem em mãos, além da noção do desempenho de seu laboratório, as informações básicas para detectar as suas principais fontes de erro analíticas.

**TABELA 9. Exemplo de resultados médios de 4 repetições, para as diferentes determinações analíticas e o valor mais provável (VP). No caso, a tabela se refere às amostras 23, 26, 27, 30/95.**

Média	pH	Ca+Mg	Al	P	K	Total de asteriscos
1	5,3	2,9	0,1*	15*	47	2
2	4,7	3,1	0,3	11	47	0
3	5,1	2,5	0,1*	8	41	1
4	5,2	2,4	0,4	10	39	0
7	5,1	2,6	0,3	9	35	0
8	5,0	3,3	0,4	9	48	0
12	5,2	2,4	0,3	8	41	0
13	5,2	2,6	0,2	9	54*	1
14	4,8	3,1	0,4	10	46	0
17	4,5*	2,5	0,4	9	38	1
18	4,9	3,1	0,2	9	38	0
19	4,8	2,5	0,3	12	41	0
20	5,0	2,7	0,3	9	36	0
21	5,0	3,0	0,3	10	40	0
22	4,7	3,1	0,3	10	56**	2
25	5,0	2,3	0,2	8	31	0
26	5,3	3,0	0,4	10	44	0
28	4,7	2,6	0,3	10	37	0
30	4,9	2,9	0,2	6	38	0
31	5,1	2,7	0,4	8	38	0
33	4,8	2,4	0,3	7	34	0



**TABELA 10. Exemplo de apresentação dos coeficientes de variação obtidos para as diferentes determinações e médias para cada laboratório, no caso, referentes às amostras 23, 26, 27, 30/95.**

Coeficiente de variação (CV) de cada laboratório	pH	Ca+Mg	Al	P	K	CV médio
CV 1	12	20	101	39	39	42,1
CV 2	2	12	27	20	7	13,7
CV 3	4	7	141	12	13	35,4
CV 4	6	12	19	9	14	12,1
CV 7	6	13	19	13	18	13,7
CV 8	1	4	0	9	12	5,3
CV 12	4	28	46	12	9	19,6
CV 13	12	35	38	25	28	27,8
CV 14	4	6	17	13	6	9,2
CV 17	1	11	21	20	24	15,4
CV 18	6	10	22	7	6	10,2
CV 19	1	15	0	21	14	10,2
CV 20	1	6	14	9	6	7,1
CV 21	3	35	78	22	31	33,8
CV 22	3	9	67	24	10	22,8
CV 25	2	9	41	10	14	15,2
CV 26	2	8	16	17	7	10,0
CV 28	3	8	0	13	7	6,3
CV 30	2	19	22	33	18	18,9
CV 31	2	7	16	16	9	10,2
CV 33	6	5	15	13	11	10,3

Na Tabela 11, é apresentada a classificação dos laboratórios participantes do PAQLF, com seus respectivos conceitos, no período de 1994/98. Verifica-se que, de 1994/96, cerca de 80% dos laboratórios apresentaram conceitos A ou B, o mínimo aceitável para o uso do selo de participação. A partir de 1997, houve uma redução desse número no PAQLF, ou seja, em 1997, cerca de 74% dos laboratórios obtiveram conceitos A ou B. Em 1998, essa queda acentuou-se, sendo somente conferidos tais conceitos, a aproximadamente, 58% dos laboratórios participantes do programa. A queda de qualidade em 1998 coincidiu com uma maior adesão de laboratórios, principalmente, com a inclusão daqueles que faziam parte do Programa de controle de qualidade da Embrapa Cerrados. Pode ser que essa queda esteja relacionada à pouca familiarização dos laboratórios iniciantes com as normas e sistemática de operação do nosso Programa. Desse modo, espera-se que, em 1999, a qualidade, como um todo, seja aumentada.

Um outro dado que causa preocupação é o fato dos laboratórios não apresentarem uma regularidade no padrão de qualidade das análises, o que pode ser verificado na classificação mostrada na Tabela 11, na medida em que a grande maioria não mantém sua posição, num dado ano, próxima às dos anos anterior e posterior ao ano avaliado. Isso nos leva a crer, que a sistemática de controle aqui executada não tem sido suficiente para verificar, com mais rigor, a qualidade nos laboratórios membros do PAQLF. Nesse sentido, uma ação complementar que poderia surtir um maior efeito seria aquela voltada ao controle interno da qualidade pelos próprios laboratórios, de forma sistemática, e com a introdução de conceitos estatísticos e de análise de amostra-referência. Essa oscilação no padrão de qualidade pode estar relacionada, também, à qualidade dos reagentes utilizados nos laboratórios. Muitas vezes, a simples análise de marcas já nos permite fazer uma seleção dos melhores reagentes; outras vezes, tal análise se torna mais complexa, pois não existe, dentre aquelas de preço mais baixo, uma regularidade na qualidade dos diferentes lotes produzidos. De qualquer modo, um fato que deve ser destacado é o de que o preço dos reagentes contribui somente com 20 a 30% do custo da análise de solo, sendo, desse modo, bastante interessante para os laboratórios investir em reagentes de melhor qualidade, visando assegurar laudos de análise de solo de maior confiabilidade.

**TABELA 11. Evolução da qualidade de laboratórios de fertilidade do solo participantes do PAQLF, no período de 1994 a 1998.**

Laboratório	1994		1995		1996		1997		1998	
	Classificação	Conceito	Classificação	Conceito	Classificação	Conceito	Classificação	Conceito	Classificação	Conceito
01			17°	C			39°	C	8°	B
02			9°	B	18°	B	31°	C	37°	C
03	21°	C	13°	B	12°	B	29°	B	21°	B
04	4°	A	8°	B	5°	A	18°	B	23°	B
05	15°	B			36°	C	20°	B	34°	C
06	20°	C			9°	B			36°	C
07	11°	B	6°	B	4°	A			31°	C
08	6°	A	9°	B			14°	B	38°	C
09					17°	B	37°	C	46°	C
10	7°	A					12°	B	3°	B
11									47°	C
12			12°	B	27°	B	15°	B	5°	B
13	17°	B	15°	C	28°	B	23°	B	49°	C
14			3°	A	10°	B	19°	B	14°	B
15	13°	B			22°	B	13°	B	44°	C
16	14°	B			23°	B	22°	B	20°	B
17			11°	B	35°	C	28°	B		
18	8°	A	5°	A	6°	A	3°	A	4°	B
19	9°	A	7°	B			16°	B	29°	B
20	3°	A	1°	A	1°	A	4°	A	24°	B
21	12°	B	14°	C	13°	B	5°	A	16°	B
22	18°	B	16°	C	20°	B	24°	B	42°	C
23					32°	C	34°	C	15°	B
24					34°	C	9°	A	22°	B
25			7°	B	8°	A	1°	A	10°	B
26	2°	A	4°	A	7°	A	7°	A	27°	B
27					25°	B	2°	A	9°	B
28	10°	B	1°	A	16°	B	17°	B	33°	C
29	5°	A			29°	B				
30			10°	B	30°	C	32°	C	39°	C
31	1°	A	2°	A	2°	A	8°	A	7°	B
32	16°	B			31°	C	10°	B	6°	B

Laboratório	1994		1995		1996		1997		1998	
	Classificação	Conceito	Classificação	Conceito	Classificação	Conceito	Classificação	Conceito	Classificação	Conceito
33	19°	C	3°	A	15°	B	30°	C	43°	C
34					37°	C	11°	B	11°	B
35									51°	C
36					11°	B	21°	B		
37					26°	B	33°	C	30°	B
38					19°	B	6°	A	25°	B
39					24°	B	35°	C		
40									17°	B
41					3°	A	26°	B	28°	B
42					21°	B	25°	B		
43					33°	C	40°	C		
44					14°	B	38°	C		
45							36°	C	40°	C
46										
47							27°	B	19°	B
48									41°	C
49										
50										
51									12°	B
52									13°	B
53									2°	A
54										
55									18°	B
56									32	C
57										
58									48°	C
59									35°	C
60										
61									1°	A
62									45°	C
63									50°	C
64									26°	B
65										
66									52°	C

## 4 CONCLUSÕES

- a) A confecção de cadastro com informações dos laboratórios participantes do PAQLF permitiu identificar deficiências que, em última instância, comprometem a qualidade das análises de solo. Entre essas, poderiam ser citadas: a baixa automatização dos laboratórios; o uso de protocolos antigos que não refletem o estado da arte de marchas analíticas ajustadas para os solos brasileiros; baixa capacitação de recursos humanos; ausência de uniformização de procedimento entre os laboratórios; infra-estrutura deficiente e uso de equipamentos inadequados; não há, dentro de cada laboratório avaliado, com o decorrer dos anos, uma constância no grau de qualidade das análises executadas;
- b) controle periódico de qualidade, em laboratórios de fertilidade do solo, permite identificar aqueles que, sistematicamente, apresentam qualidade analítica abaixo do nível aceitável e, a partir do cruzamento de informações, levantar pontos de estrangulamento que, diretamente, condicionam essas deficiências; e
- c) no sentido de promover a melhoria da qualidade em laboratórios de solo e planta brasileiros, principalmente naqueles participantes do PAQLF, seria bastante útil que as informações levantadas e discutidas neste trabalho fossem utilizadas para:
- rever e ampliar os protocolos de análises de solos e plantas;
  - modernizar a automação dos laboratórios;
  - melhorar a qualidade das análises;
  - implantar o gerenciamento informatizado dos laboratórios;
  - promover o treinamento e aumentar a capacitação de recursos humanos ligados aos laboratórios; e
  - implementar estratégias de marketing e gerenciamento voltadas ao incentivo do uso de análises de solo e planta como ferramentas imprescindíveis à recomendação da adubação.

## 5 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...** Petrolina: EMBRAPA-CPATSA/SBCS, 1995. p.9-33
- CORRÊA, J. B.; COSTA, P. C.; LOPES, A. S.; CARVALHO, J. G. Avaliação de H+Al pelo método SMP. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE PESQUISAS CAFEEIRAS, 12, 1985, Caxambu. **Resumos...** Rio de Janeiro: IBC, 1985. p.111-112.
- GAMA, M. A. P.; PROCHNOW, L. I.; GAMA, J. R. N. F. Avaliação da acidez potencial pelo método do pH SMP em solos do Nordeste Paraense. In: FERTBIO 98; INTERRELAÇÃO FERTILIDADE, BIOLOGIA DO SOLO E NUTRIÇÃO DE PLANTAS: consolidando um paradigma, 1998, Caxambu. **Resumos...** Lavras: UFLA/SBCS/SBM, 1998. p.544.
- ESCOSTEGUY, P. A.; BISSANI, C. A. Estimativa de H+Al pelo pH SMP em solos do Rio Grande do Sul e de Santa Catarina. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v.23, n.1, p.175-179, 1999.
- MAEDA, S.; KURIHRA, C. H.; HERNANI, L. C.; FABRICIO, A. C.; SILVA, W. M. **Estimativa da acidez potencial, pelo método do pH SMP, em solos do Mato Grosso do Sul**. Dourados: EMBRAPA-CPAO, 1997. 25 p. (EMBRAPA-CPAO. Boletim de Pesquisa, 3).
- PAVAN, M. A.; OLIVEIRA, E. L.; MIYAZAWA, M. Determinação indireta da acidez extraível do solo (H+Al) por potenciometria com a solução tampão SMP. **Arquivos de Biologia e Tecnologia**, Curitiba, v.39, p.307-312, 1996.
- PEREIRA, M. G.; VALLADARES, G. S.; SOUZA, J. M. P. F.; PÉREZ, D. V.; DOS ANJOS, L. H. C. Estimativa da acidez potencial pelo método do pH SMP em solos do estado do Rio de Janeiro. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v.22, n.1, p.159-162, 1998.
- PREZOTTI, L. C. Seleção de métodos de determinação da necessidade de calcário em solos do Estado do Espírito Santo. In: REUNIÃO BRASILEIRA DE FERTILIDADE DO SOLO E NUTRIÇÃO DE PLANTAS, 22, 1996, Manaus. **Anais...** Manaus: Universidade do Amazonas, 1996. p.518-519.
- QUAGGIO, J. A.; RAIJ, B. van; MALAVOLTA, E. Alternative use of the SMP-buffer solution to determine lime requirement of soils. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, New York, v.16, n.3, p.245-260, 1985.
- QUAGGIO, J. A. Programa de laboratórios de análise de solo do Estado de São Paulo. **Boletim Informativo da Sociedade Brasileira de Ciência do Solo**, Campinas, v.12, n.2, p.61-69, 1987.
- RAIJ, B. van. **Fertilidade do solo e adubação**. Piracicaba: Ceres/Potafos, 1991. 343 p.
- SOUSA, D. M. G.; MIRANDA, L. N.; LOBATO, E.; CASTRO, L. H. R. Métodos para determinar as necessidades de calagem em solos dos Cerrados. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Campinas, v.13, n.2, p.193-198, 1989.



***ANEXO***



**Relação dos endereços e responsáveis pelos laboratórios participantes do PAQLF no ano de 1998.**

Instituição	Responsável	Endereço	Telefone
Adufos	Antero Horácio Santos	Caixa Postal. 291 CEP.75701-970 Catalão-GO	(062) 4413307
Agro Análise	José J. de S. Neto	Av. Carmindo de Campos, 1550 CEP 78065-800 Cuiabá, MT	(065)6343893
AGRO-LAB	Hugo Fittipaldi	Av. Brasil, 3759, Centro CEP 79900-000 Ponta Porã, MS	(067)4311915
CAMPO	Geraldo J. Lima	R. Joaquim Adjuto Botelho, 89. CP 139 CEP 38600-000 Paracatu, MG	(061)6711164
Caufes	Adilson Caten	Caixa Postal 16 CEP 29500-000 Alegre-ES	(027)5521453
CEPLAC	Maria H. de C. F. Serôdio	Caixa Postal 7 CEP 45600-000 Itabuna, BA	(073)2110885
COMIGO	Paulo de Tarso F. Almeida	Rod. BR 060, km 427 CEP 75901- 970 Rio Verde, GO	(062)6223322
COOABRIEL	João L. Perinni	Caixa Postal 57 - S.Gabriel da Palha CEP29780-000 - ES	(027)7271152
CRPAAA / NATT / DACQ	Celso Silva Caldas	R. Sá e Albuquerque, 184 - Jaraguá CEP 57025-180 Maceió,AL	(082)3265388
EBDA Barreiras	José Neves Barbosa	Caixa Postal 024 CEP.47800-000 Barreiras-BA	(073)8114354
EBDA Salvador	Ariomar de C. Aguiar	Av. Ademar de Barros, 967. Ondina CEP 40170-110 Salvador, BA	(071)2351453
Emater - Goiânia, GO	Helio A. Meneses	R. Jornalista Geraldo Vale, nº10 CEP.74610-060 Goiânia-GO	(062)2023400
Emater - Niterói	Abnyr K. de Mattos	Alameda S. Boaventura, 770 CEP24120-191 Niterói-RJ	(021)6271490
Embrapa Acre	Edyr M. Batista	Caixa Postal 392 CEP69901-180 Rio Branco-AC	(068)2244035
Embrapa Agrobiologia	José Guilherme	Ant. Rio-São Paulo, km47 CEP.23851-970 Seropédica-RJ	(021)6821500
Embrapa Agropecuária Oeste	William Marra Silva	Caixa Postal 661 CEP.79804-970 Dourados-MS	(067)4225122
Embrapa Algodão	Orozimbo S. Carvalho	Caixa Postal 174 CEP58107-720 Campina Grande-PB	(083)3419845
Embrapa Amazônia Occidental	Newton Bueno	Caixa Postal 319 CEP69048-660 Manaus-AM	(092)6222012
Embrapa Amazônia Oriental	Eduardo J. M. Carvalho	Caixa Postal 48 CEP66095-100 Belém-PA	(091)2261941

Instituição	Responsável	Endereço	Telefone
Embrapa Arroz e Feijão	Nand K. Fageria	Caixa Postal 179 CEP:74001-970 Goiânia-GO	(062)8332100
Embrapa Cerrados	Nirceu W. Linhares	Caixa Postal 8223 CEP 73301-970 Planaltina, DF	(061)3891171
Embrapa Florestas	Adão de Vargas	Caixa Postal 319 CEP 83405-970 Colombo-PR	(041)7661313
Embrapa Gado de Corte	Manuel C. Macedo	Rod. BR 262, km 4, CP 154/155 CEP 79002-970 Campo Grande, MS	(067)7682000
Embrapa Gado de Leite	José R. Ferreira	Rod. MG 133, km42 CEP.36155- 000 Coronel Pacheco-MG	(032)2494822
Embrapa Hortaliças	Manoel V. Mesquita	Caixa Postal 218 CEP 70359-970 Brasília-DF	(061)5565011
Embrapa Mandioca e Fruticultura	Antonia F. J. Magalhães	Caixa Postal 7 - CEP44380-000 Cruz Das Almas - BA	(075)7212120
Embrapa Meio Norte	Luiz F. Garcia	Av. São Sebastião, 2055 CEP 64202-020 Parnaíba, PI	(086)3223385
Embrapa Pantanal	Valdete J. Santos Sanchez	Caixa Postal 109 CEP.79320-900 Corumbá-MS	(067)2311430
Embrapa Rondônia	Ângelo M. Mendes	Caixa Postal 406 CEP78900-000 Porto Velho-RO	(069)2223080
Embrapa Roraima	Rita de C. S. Alves	BR 174 km 8, Caixa Postal 133 CEP 69301-970 Boa Vista, RR	(095)2256025
Embrapa Semi Árido	Davi José Silva	Caixa Postal 23 CEP 56300-000 Petrolina-PE	(081)8621711
Embrapa Solos	Carlos Alberto Silva	R. Jardim Botânico, 1024 CEP.22460-000 Rio de Janeiro - RJ	(021)2744999
Embrapa Tabuleiros Costeiros	Lafayette F. Sobral	Caixa Postal 49001-970 CEP.49025-040 Aracaju, SE	(079)2171300
Emcapa (EEL)	Eli A. Fullin	Caixa Postal 62 CEP.29900-000 Linhares-ES	(027)3711210
Emcapa (EEMF)	Luis C. Prezotti	BR 262, km94 CEP29375-000 Aracê-ES	(027)2483188
Empaer Mato Grosso	Maria L. P. Villar	R. do Pintado, S/N. Bairro Ponte Nova CEP 78115-100 Várzea Grande, MT	(065)6854433
EMPARN	José S. de Holanda	Caixa Postal 77 CEP 59300-000 Caicó-RN	(084)2212340
ESAM	Maurício de Oliveira	Caixa Postal 137 CEP59625-900 Mossoró-RN	(084)3122100
Escola Agrotécnica Federal de Rio Verde	Gentil de G. Marques	Caixa Postal 66 CEP 75901-970 Rio Verde, GO	

Instituição	Responsável	Endereço	Telefone
EXATA	Carlos H. H. Brait	R. José Gêda, 55 CEP 75800-000 Jataí, GO	(062)6317774
FCAI	Jaqueline F. Rodrigues	R. Caldas Novas, 320 – Nova Aurora CEP 75522-100 Itumbiara, GO	
FESURV	Elihú de A. Santos	Caixa Postal 104 CEP 75901-970 Rio Verde, GO	(062) 6221839
Fundenor	Lauro R. Rangel	Av. Presidente Vargas, 180 CEP.28050-010 Campos-RJ	(0247)331755
Funtac	Alcimar N. de Souza	Caixa Postal 395 CEP.69910-550 Rio Branco-AC	(068)2291269
IAGRO	Paulo M. Hanaoka	Av. Sem. Filinto Muller, 1146. CP 2011 CEP 79074-902 Campo Grande, MS	(067)7462788
INPA	Newton P. de S. Falcão	Alameda Cosme Ferreira, 1756, CP 478 CEP 69011-970 Manaus, AM	(92)2377032
IPA - Caruaru, PE	Maria C. L. da Silva	Caixa Postal 125 CEP.55000-000 Caruaru-PE	(081)7217246
IPA - Recife, PE	Francisco J. A. Cavalcanti	Av. Gal. San Martin, 1371 CEP 50761-000 Recife-PE	(081)4452200
ITPSE	Lúcia C. B. de Macedo	R. Campo do Brito, 371 CEP49020-380 Aracaju-SE	(079)2119300
Laboratório de Análise de Solos de Goiânia	Hélio A. Meneses	R. 114A, Q. F 36, Lt. 06. Setor Sul CEP 74085-220 Goiânia, GO.	(062)2410497
Laboratório de Na. de Solos de Porangatu	Cláudio A. Vasconcelos	Avenida do Lago, 700 CEP 76550- 000 Porangatu,GO	(062)7712443
Laboratório Terra	Francisco J. B. Silva Thé	Av. Cariri, 140. Jardim Diamantina CEP 74573-130 Goiânia, GO	(062)2101862
Plante Certo	Luiz G. de Barros	Av. da FEB, 1150-A Bairro Ponte Nova CEP 78115-000 Várzea Grande, MT	(065)6854065
SAADER-Prefeitura Municipal de Teresópolis	Sávio A. de R. Ribeiro	Av. Feliciano Sodré, 675 CEP25963-001 Teresópolis-RJ	(021)7423352
Solocria	Orlando Cavalcante de Castro	Av. Goiás, 5106, Quadra B, Lote 8 CEP 74565-250 Goiânia, GO	(062)2101622
Soloquímica	Paulo C. V. Furtado	CRS 511, Bloco B, 49 CEP 70361- 520 Brasília, DF	(061)3463611
Solos Lab. de Na. Consultoria Inf.	Iberê Delmar G. Lins	R. Sete de Setembro, 1035. Centro. Campo Grande, MS CEP 79002- 130	(067)7213554

Instituição	Responsável	Endereço	Telefone
UAM (FCA)	José R. M. Baldeón	Av. Gal. Rodrigo O. J. Ramos,3000 CEP69077-000 Manaus-AM	(092)6442802
UFAC	Manuel A. R. Neto	Caixa Postal 500 CEP69915-900 Rio Branco-AC	(068)2292244
UFAL (CECA)	José C. Lira	BR 104-Norte km 85 CEP57072- 970 Maceió - Al	(082)2611688
UFCE (DCA)	Raimunda I. da Costa	Caixa Postal 12168 CEP.60115- 210 Fortaleza-CE	(085)2889686
UFPB (CCA)	Roberto W. C. Raposo	Caixa Postal 31 CEP 58397-000 Areia-PB	(083)3622300
UFPB (LIS)	Lúcia H.G. Chaves	Av. Aprício Veloso, 882 CEP58109-970 Campina Grande - PB	(083)3101186
UFPI	José C. Cordeiro	R. Irapuã Rocha, 1871 CEP.64048- 230 Teresina-PI	(086)2323001
UFRPE (DEPA)	Clístenes Williams	R. Dom Manoel Medeiros, s/n CEP.52171-900 Recife-PE	(081) 4414577
UFRPE (EEC)	Tiago D. C. Filho	R. Angela Cristina C.P. de Luna, s/nº CEP55810-000 Carpina-PE	(081)6210848
UFRRJ - Campus Leonel Miranda	Luis A. Costa	Estrada do Açúcar, km 05 CEP.28020-560 Campos-RJ	(0247)330505
ZOOFERTIL	Artur Emylio França	ASR - NE 25, Quadra 7, Lote 23, CP 186 Palmas, TO	(063)2131630