

6th Meeting of the Latin American Soil Laboratory Network (LATSOLAN)

8-9 November 2023



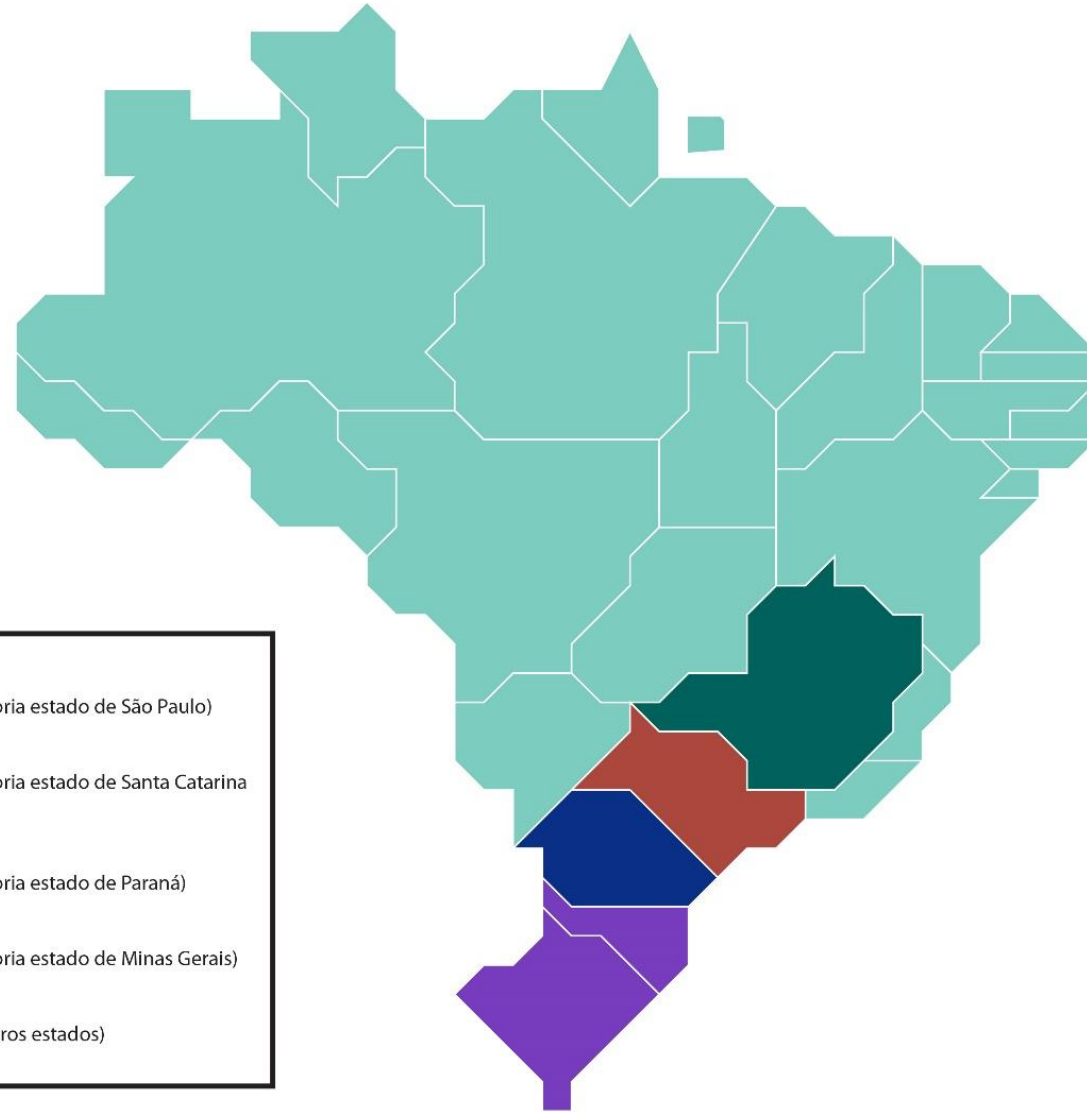
Presentación del:



Programa de Análise de Qualidade de
Laboratórios de Fertilidade da Embrapa

<https://www.embrapa.br/solos/paqlf>

LATSOLAN
LATIN AMERICAN SOIL LABORATORY NETWORK

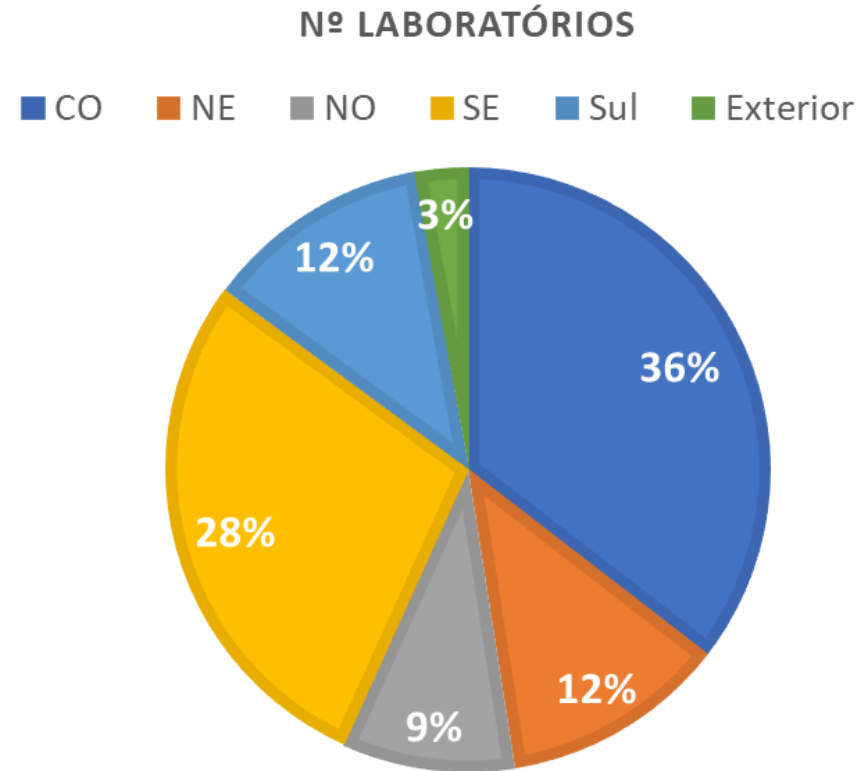


- **IAC**
1984 - 85 laboratórios (maioria estado de São Paulo)
- **ROLAS**
1968 - 26 laboratórios (maioria estado de Santa Catarina e Rio Grande do Sul)
- **CELA**
1995 - 39 laboratórios (maioria estado de Paraná)
- **PROFERT**
1987 - 57 laboratórios (maioria estado de Minas Gerais)
- **PAQLF**
1992 - 120 laboratórios (outros estados)

6th Meeting of the **Latin American Soil Laboratory Network (LATSOLAN)** | 8-9 November 2023



- Resultados

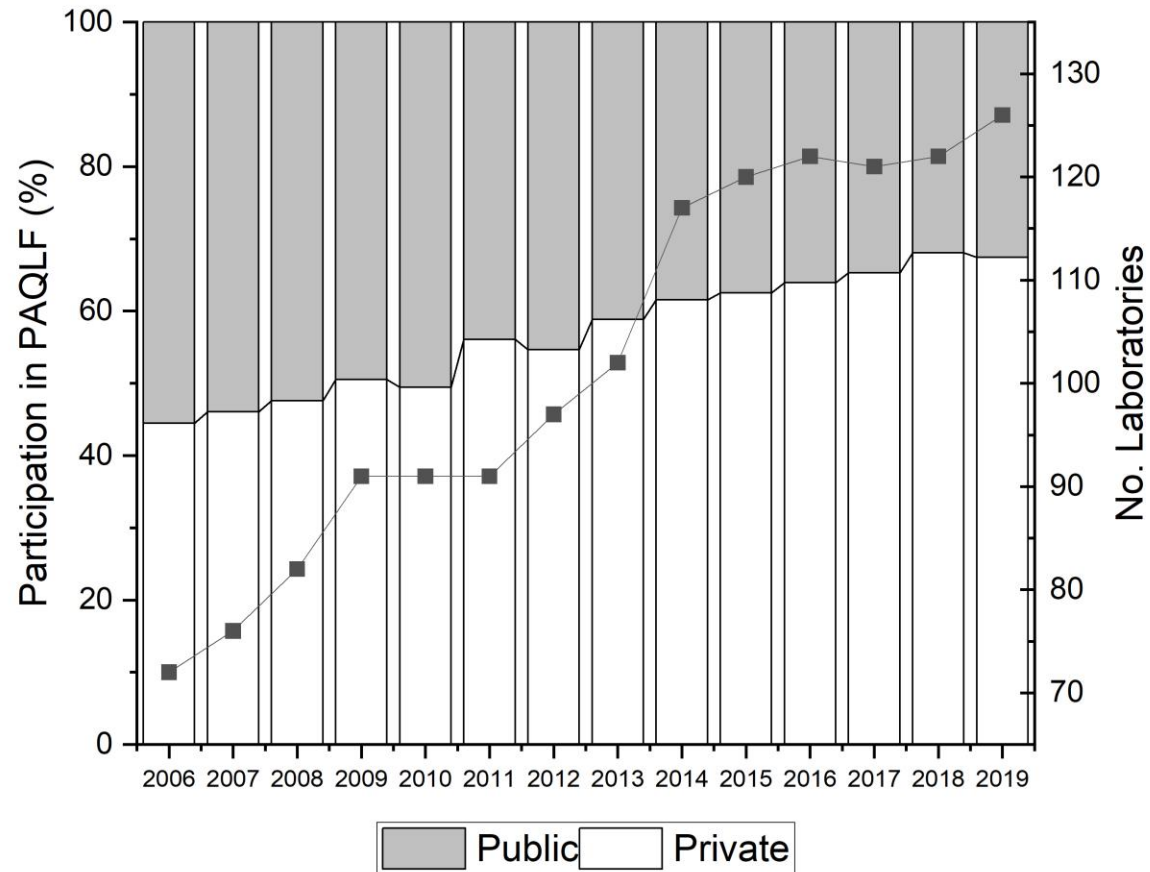


141 laboratórios enviaram todos resultados de fertilidade (2022/2023)

6th Meeting of the **Latin American Soil Laboratory Network (LATSOLAN)** | 8-9 November 2023



- Resultados



- Problemas abordados:

- Automação;
- Equipamentos de detecção modernos (ICP, NEAR, etc);
- Sistemas de gerenciamento do laboratório;
- Certificação – ISO 17025 y 17043;
- Ataque cibernético.



6th Meeting of the **Latin American Soil Laboratory Network (LATSOLAN)** | 8-9 November 2023



6th Meeting of the **Latin American Soil Laboratory Network** (LATSOLAN)

8-9 November 2023



Presentación del ejercicio de
intercomparación entre
laboratorios en:
BRAZIL



Programa de Análise de Qualidade de
Laboratórios de Fertilidade da Embrapa

<https://www.embrapa.br/solos/paqlf>

LATSOLAN

LATIN AMERICAN SOIL LABORATORY NETWORK



• Preparación del Año



Informações aos Participantes sobre o funcionamento do EP - Ano 31 (2023)

1 Envio dos itens de ensaio aos participantes

Serão enviadas, na modalidade PAC, aos cuidados da pessoa cadastrada no banco de dados postal do PAQLF como "destinatário", quatro conjuntos contendo três itens de ensaio cada um, durante o exercício 2022/2023. As remessas se darão conforme o cronograma a seguir:

- 1ª remessa: 26/06/2023
- 2ª remessa: 28/08/2023
- 3ª remessa: 30/10/2023
- 4ª remessa: 05/01/2024

2 Compromisso de confidencialidade e Identificação do participante

A identidade dos participantes no PAQLF é confidencial e conhecida apenas pelas pessoas envolvidas na operação do programa de ensaio de proficiência, salvo se o participante renunciar à confidencialidade. Da mesma forma, toda e qualquer informação fornecida por um participante ao provedor do ensaio de proficiência é tratada como confidencial.

Para preservar a identidade do participante, são atribuídos dois códigos numéricos distintos a cada um dos laboratórios:

- o **número de identificação** do participante junto à coordenação do EP, que inicia em 01.
- o **código do participante** no Portal do PAQLF, que inicia em 501.

Não há conexão e relação lógica ou intuitiva entre as duas informações, que permita revelar a identidade do participante.

O número de identificação junto à coordenação do EP é utilizado para o controle administrativo (envio de correspondências, e-mails, controle de pagamentos, etc...).

O código do participante é utilizado no Portal do PAQLF e também nos relatórios, para a divulgação do desempenho do laboratório.

Tanto nos e-mails quanto nas etiquetas de correspondências, o número de identificação junto à coordenação do EP encontra-se antes do nome do laboratório.

O número de identificação e o código do participante não devem ser divulgados em nenhuma hipótese.



3 Manipulação dos itens de ensaio

O laboratório receberá, em cada remessa, três embalagens identificadas, contendo cerca de 130 cm³ de um item de ensaio cada um. Ao receber os itens de ensaio, o laboratorista deve manuseá-los com bastante cuidado. Tal procedimento se faz necessário uma vez que a embalagem é selada a quente e pode furar durante o transporte, ocasionando a perda do material. Antes de utilizar os itens de ensaio, faça cuidadosa homogeneização, conforme as instruções a seguir.

4 Homogeneização dos itens de ensaio

Os itens de ensaio do PAQLF foram submetidos a testes de homogeneidade antes de serem enviados aos participantes. Apesar disso, deve ser dedicada atenção especial à homogeneização da amostra, antes da retirada de alíquotas para ensaios específicos. A vibração produzida por transporte, armazenamento ou movimentação das embalagens pode provocar segregação de partículas de tamanhos diferentes. Retirar uma pequena amostra sem ter garantida a homogeneidade da amostra total pode produzir (e frequentemente o faz) amostras tendenciosas.

Os itens de ensaio devem ser homogeneizados imediatamente antes de serem usados, na própria embalagem onde estão acondicionados. Para tanto, descole a etiqueta de identificação, desdobre a embalagem e, com a mesma ainda vedada, vire para um lado e para o outro, girando 180° por três vezes.

O aprimoramento da qualidade analítica deve ser a principal finalidade almejada ao se participar de um Ensaio de Proficiência. Portanto, cada item de ensaio deve ser tratado como se fosse uma amostra de rotina.

5 Parâmetros avaliados no exercício 2023

Os parâmetros avaliados no exercício interlaboratorial serão os seguintes:

- P (fósforo disponível)
- M.O. (matéria orgânica)
- pH em água
- pH em CaCl₂ - opcional
- K (potássio)
- Ca (cálcio)
- Mg (magnésio)



- Al (alumínio)
- H+Al (acidez potencial)
- Na (sódio) - opcional
- S (enxofre) - opcional
- B (boro) - opcional
- Cu (cobre) - opcional
- Fe (ferro) - opcional
- Mn (manganês) - opcional
- Zn (zinco) - opcional
- Argila - opcional
- Silte - opcional
- Areia - opcional

6 Métodos de ensaio a serem utilizados

A metodologia analítica a ser seguida para a determinação dos parâmetros listados no item anterior está descrita no Manual de Métodos de Análise de Solos (Embrapa, 2017), e será enviada por meio de mensagem eletrônica (e-mail), juntamente com as instruções de participação, antes do envio do primeiro conjunto de amostras aos participantes.

7 Procedimento para preparação e/ou acondicionamento dos itens de ensaio de proficiência antes da realização dos ensaios ou calibrações

Não são necessários procedimentos especiais para preparação ou acondicionamento dos itens de EP antes da realização dos ensaios. Os itens de ensaio podem permanecer nas embalagens em que foram originalmente acondicionados, durante todo o processo analítico.

8 Instruções sobre o manuseio dos itens de ensaio de proficiência

Por se tratar de matriz solo, que possui material particulado muito fino, além de microorganismos vivos (fungos, bactérias, nematóides, ácaros, etc...), a utilização de jaleco de algodão de mangas compridas, luvas, óculos de segurança e respiradores semifaciais sem manutenção é obrigatória.

• Preparación del Año



9 Condições ambientais específicas para a realização dos ensaios

Todos os ensaios podem ser realizados nas condições normais do laboratório, não havendo a necessidade de controle de temperatura e umidade, ou de qualquer outra.

10 Registro e relato dos resultados dos ensaios

Os resultados dos ensaios deverão ser tabulados diretamente na aba "Resultados" do Portal do PAQLF, nos campos apropriados de cada parâmetro.

Deve-se ter muita atenção com a expressão dos valores, em consonância com as unidades solicitadas, que são informadas ao lado do campo para a tabulação do resultado de cada parâmetro analisado.

Deve-se informar os resultados com três casas decimais, como definido pelo sistema.

As unidades adotadas são as seguintes:

P (fósforo disponível): mg/dm³

M.O. (matéria orgânica): g/kg

pH em água: adimensional

pH em CaCl₂: adimensional

K (potássio): mg/dm³

Ca (cálcio): cmolc/dm³

Mg (magnésio): cmolc/dm³

Al (alumínio): cmolc/dm³

H+Al (acidez potencial): cmolc/dm³

Na (sódio): mg/dm³

S (enxofre): mg/dm³

B (boro): mg/dm³

Cu (cobre): mg/dm³

Fe (ferro): mg/dm³

Mn (mangânês): mg/dm³

Zn (zinco): mg/dm³

Argila: g/kg

Silte: g/kg



11 Prazos para recebimento dos resultados de medições para análise dos dados pelo provedor

O Portal do PAQLF está programado para o recebimento dos resultados de medições por um período de cinco dias úteis e consecutivos, entre segunda e sexta-feira, conforme o cronograma a seguir:

1ª rodada: de 28 de agosto a 1º de setembro de 2023

2ª rodada: de 20 a 24 de novembro de 2023

3ª rodada: de 15 a 19 de janeiro de 2024

4ª rodada: de 11 a 15 de março de 2024

As datas acima são estabelecidas levando-se em conta o prazo estimado de 30 dias corridos para o recebimento do conjunto de amostras pelos laboratórios, a partir do dia da postagem. Como é sabido, atrasos dos Correios são recorrentes, devido a greves e outros fatores. Em casos excepcionais as datas acima poderão ser alteradas para não prejudicar nenhum laboratório.

Em um prazo de até 15 dias a contar do fim do prazo para a tabulação dos resultados analíticos no Portal do PAQLF, os laboratórios serão informados de seu desempenho na rodada, onde será informado, para cada amostra, o número de asteriscos atribuído a cada parâmetro avaliado, em função da faixa de erro (score-z).

Tal procedimento objetiva fornecer aos laboratórios informações sobre sua qualidade analítica, a fim de promover seu aprimoramento técnico ao longo do exercício. Com isto, eventuais fontes de erros poderão ser identificadas e sanadas, antes do envio da próxima remessa de resultados. Para tanto, o laboratório deverá localizar, no relatório, os parâmetros em que obteve asteriscos, e identificar em sua rotina analítica a fonte de erro, a fim de saná-la.

12 Apelações e reclamações

O PAQLF tem um procedimento para o participante fazer reclamações ou apelar contra a avaliação de desempenho. Em tais casos, o participante deve fazer a reclamação ou apelação enviando um e-mail para paqlf@paqlf.com.br relatando o fato que gerou a reclamação ou a apelação.

- Toma y preparación de muestras:
 - ✓ 20 cm; seca al aire; 2mm; cuarteada -130g; 12 muestras/año



- Número de participantes: 164 (2023-24); 17 nuevos con respecto al año pasado (2022-23)
- Parámetros analizados

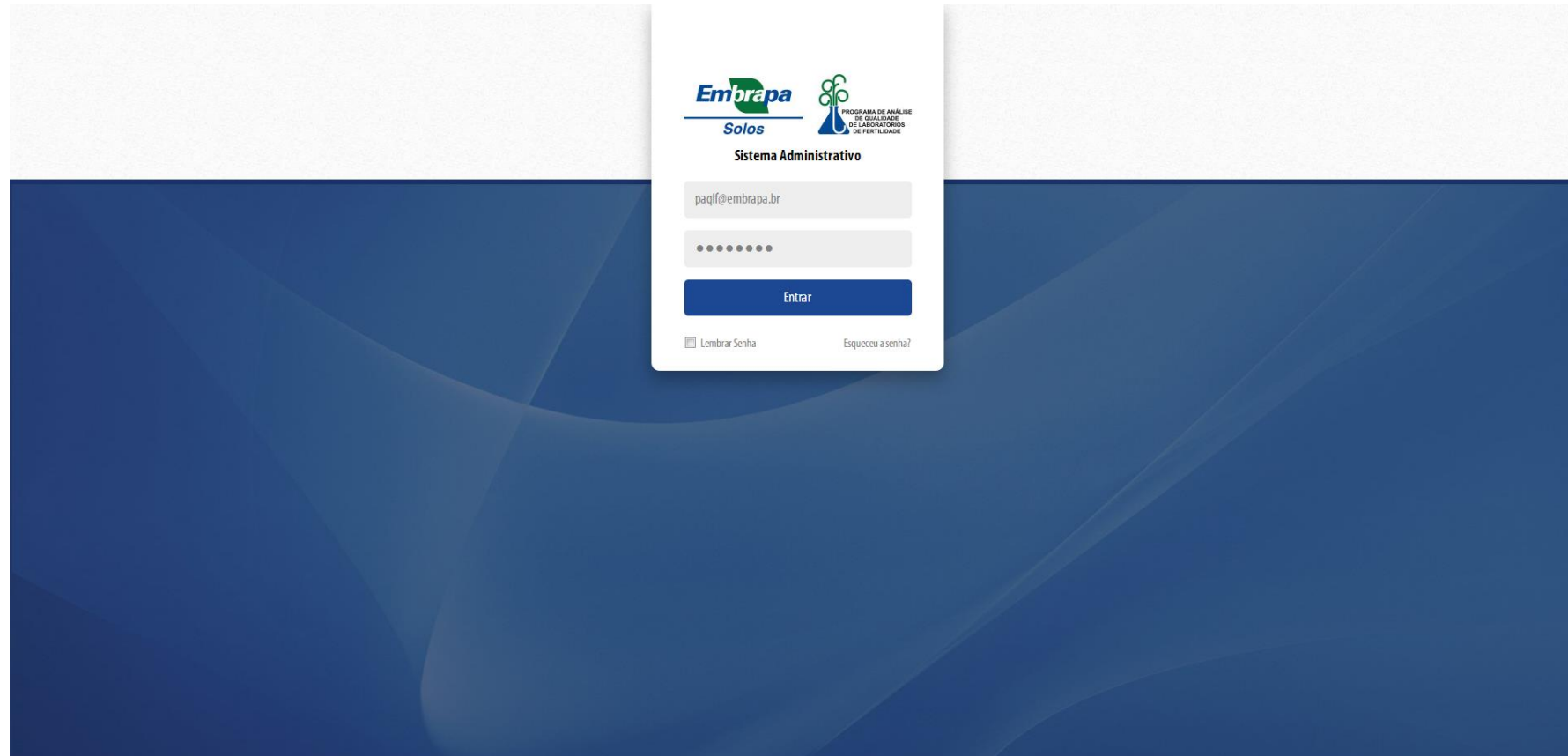
<https://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/infoteca/bitstream/doc/330496/1/Manual-de-analises-quimicas-de-solos-plantas-e-fertilizantes-ed02-reimpressao-2014.pdf>




- Parâmetros analisados

	PARÂMETRO	EXTRATOR
Fertilidade	P (fósforo disponível)	Mehlich 1 (HCl 0,05M + H ₂ SO ₄ 0,0125M)
	M.O. (matéria orgânica)	Dicromato + aquecimento externo
	pH em água	1:2,5
	K (potássio)	Mehlich 1 (HCl 0,05M + H ₂ SO ₄ 0,0125M)
	Ca (cálcio)	KCl 1 M
	Mg (magnésio)	KCl 1 M
	Al (alumínio)	KCl 1 M
	H+Al (acidez potencial)	Acetato de Cálcio 0,5 M, pH 7,0
	pH em CaCl ₂ - opcional	1:2,5
	Na (sódio) - opcional	Mehlich 1 (HCl 0,05M + H ₂ SO ₄ 0,0125M)
Micronutrientes	S (enxofre) - opcional	Solução 500 mg de P/L dissolvido em ácido acético 2M
	B (boro) - opcional	Água quente (BaCl ₂ 1,25 g/L)
	Cu (cobre) - opcional	Mehlich 1 (HCl 0,05M + H ₂ SO ₄ 0,0125M)
	Fe (ferro) - opcional	Mehlich 1 (HCl 0,05M + H ₂ SO ₄ 0,0125M)
	Mn (manganês) - opcional	Mehlich 1 (HCl 0,05M + H ₂ SO ₄ 0,0125M)
	Zn (zinco) - opcional	Mehlich 1 (HCl 0,05M + H ₂ SO ₄ 0,0125M)
Granulometria	Argila - opcional	NaOH 1 M + Agitação
	Silte - opcional	NaOH 1 M + Agitação
	Areia - opcional	NaOH 1 M + Agitação

- Resultados Individuales (2023-2024)



• Resultados Individuais (2023-2024)

Programa: Proficiência em Análise de Solo Matriz: Solo Analito: P Unidade: mg/dm ³ Rodada: Item de EP nº 337, 1ª Rodada de 2023 Provedor: PAQLF Estatística: Norma ISO 13528:2022 Data: 15/09/23	
--	---

Parâmetros da análise: P Item de EP nº 337, 1ª Rodada de 2023

Parâmetro	Estatística	Valor	Unidade [#]
valor designado	x_{pt}	6,863	mg/dm ³
incerteza padrão de x_{pt}	$u(x_{pt})$	0,133	
desvio padrão da proficiência	σ_{pt}	1,361	
limite para $u(x_{pt})$	$0,3\sigma_{pt}$	0,408	
largura da banda do kernel	h	1,021	
média pelo algoritmo A	x^*	6,86305575	
desvio padrão pelo algoritmo A	s^*	1,26957019	
desvio padrão de reprodutibilidade	s_R	1,36093143	
valor mínimo aceitável	x_{min}	4,147	
valor máximo aceitável	x_{max}	9,579	
coeficiente de variação da rodada	CV	18,5	%
CV da proficiência	$C\tilde{V}$	19,8	
nº de participantes	p_o	160	-
nº usado na estimação	p	142	
nº com sinal de alerta (z^*)	$2,0 < z < 2,5$	5	
nº com sinal de alerta (z^{**})	$2,5 \leq z < 3,0$	3	
nº com sinal de ação (z^{***})	$ z \geq 3,0$	10	

[#]unidades iguais não foram repetidas; "-": sem unidade

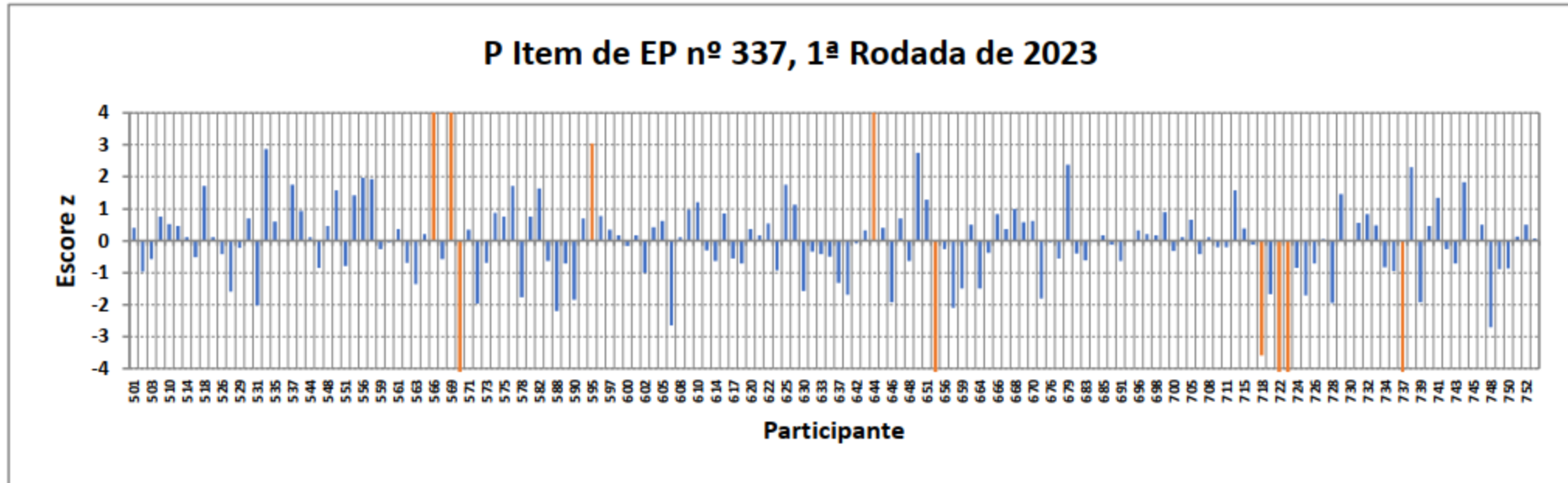
Score z por participante

P, mg/dm³

Lab	x_i	z_i	z_i^*	z_i^{**}	z_i^{***}
501	7,401	0,40			
502	5,559	-0,96			
503	6,073	-0,58			
504	7,9	0,76			
510	7,59	0,53			
512	7,5	0,47			
514	7	0,10			
516	6,163	-0,51			
518	9,21	1,72			
525	7,018	0,11			
526	6,3	-0,41			
527	4,7	-1,59			
529	6,55	-0,23			
530	7,811	0,70			
531	4,113		-2,02		
532	10,77			2,87	
535	7,67	0,59			
536	6,91	0,03			
537	9,25	1,75			
542	8,126	0,93			
544	7	0,10			
545	5,7	-0,85			
548	7,5	0,47			
550	9,01	1,58			
551	5,77	-0,80			
555	8,8	1,42			
556	9,533	1,96			

- Resultados Individuais (2023-2024)

Distribuição dos Escores z dos participantes para P, mg/dm³



$$z_i = \frac{x_i - x_{pt}}{\sigma_{pt}}$$

Escore z

• Resultados Individuales (2023-2024)

Teores médios, dispersão, mínimos e máximos aceitáveis dos mensurandos básicos nos itens de ensaio de proficiência de 2023 do PAQLF

Item de EP nº	Unid. Mens.	mg/dm ³ P	g/kg M.O.	pH _{emH₂O}	mg/dm ³ K	cmolc/dm ³ Ca	cmolc/dm ³ Mg	cmolc/dm ³ H+Al	cmolc/dm ³ Al	mg/dm ³ Na
337	Média	6,863	29,957	5,404	256,764	3,329	1,060	4,981	0,064	7,304
	s	1,361	3,821	0,153	34,709	0,379	0,160	0,917	0,064	3,180
	mín	4,147	22,331	5,098	187,484	2,572	0,741	3,151	-0,063	0,956
	máx	9,579	37,583	5,710	326,044	4,087	1,378	6,810	0,191	13,651
338	Média	1,657	30,003	5,782	31,972	4,148	0,747	4,770	0,012	2,747
	s	0,523	3,825	0,160	4,311	0,467	0,121	0,878	0,063	1,487
	mín	0,614	22,368	5,463	23,368	3,216	0,506	3,018	-0,113	-0,221
	máx	2,701	37,639	6,101	40,576	5,081	0,989	6,522	0,137	5,716
339	Média	4,532	24,402	5,378	72,169	1,901	0,604	3,755	0,048	2,494
	s	0,952	3,258	0,153	8,873	0,231	0,105	0,637	0,063	1,408
	mín	2,631	17,899	5,073	54,457	1,440	0,395	2,484	-0,078	-0,316
	máx	6,433	30,905	5,683	89,880	2,362	0,813	5,026	0,175	5,304

- Resultado Anual (2022-2023)

Amostra	pH (Água)	Ca	Mg	H+Al	Al	K	P	M.Org.	Argila
		cmolc/dm ³				mg/dm ³		q/kg	
324	8.0	1.9	2.1	0.4	0.0	216.2	13.2	2.2	27.8
325	5.8	10.4	0.4	3.7	0.0	175.4	76.6	41.6	542.1
326	6.6	4.2	0.5	1.6	0.0	21.9	2.8	17.4	366.7
327	4.7	0.8	0.5	9.6	2.7	79.5	3.9	21.7	544.6
328	6.1	20.2	7.2	4.8	0.0	355.2	53.9	61.6	310.8
329	5.1	0.6	0.2	3.8	0.5	18.3	8.8	17.4	83.3
330	5.3	0.9	0.3	2.4	0.1	19.0	1.1	8.7	319.9
331	7.6	13.3	5.6	0.6	0.0	210.4	76.7	47.1	360.6
332	4.8	1.1	0.5	5.7	0.7	74.6	2.9	23.9	346.1
333	5.9	7.1	2.1	5.2	0.0	512.7	13.1	33.7	595.4
334	5.8	3.0	0.9	2.7	0.0	165.9	19.0	25.3	257.8
335	7.3	19.7	3.2	1.3	0.0	331.5	23.5	78.0	394.5
336	7.1	3.5	0.7	1.2	0.0	45.4	44.9	15.4	192.9

- Resultado Anual (2022-2023)

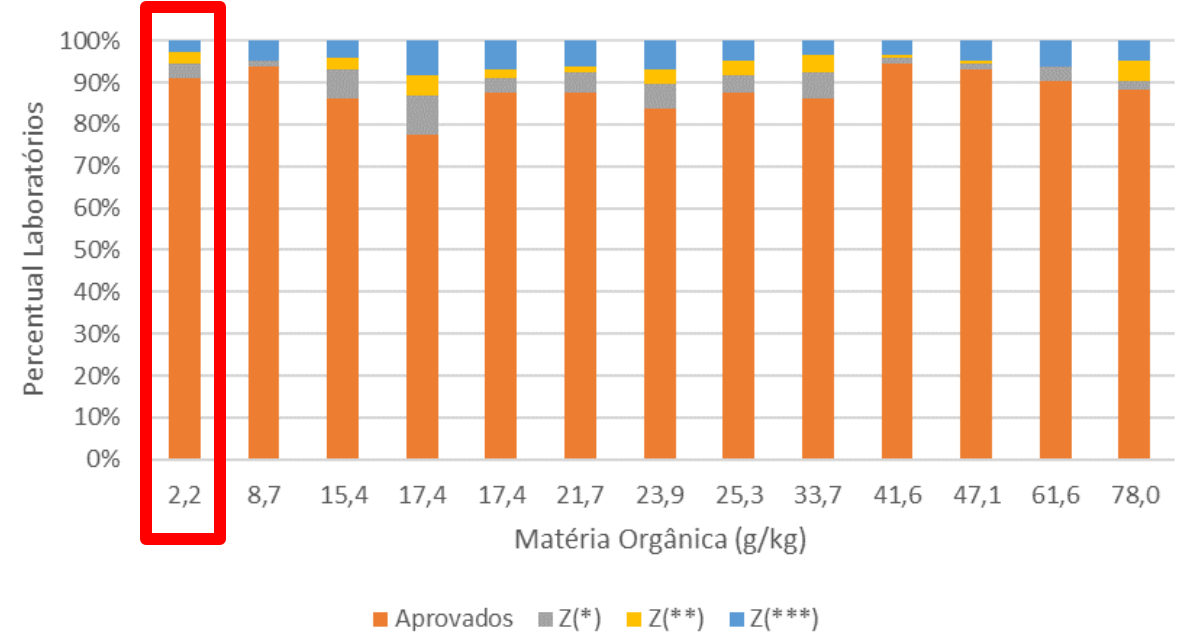
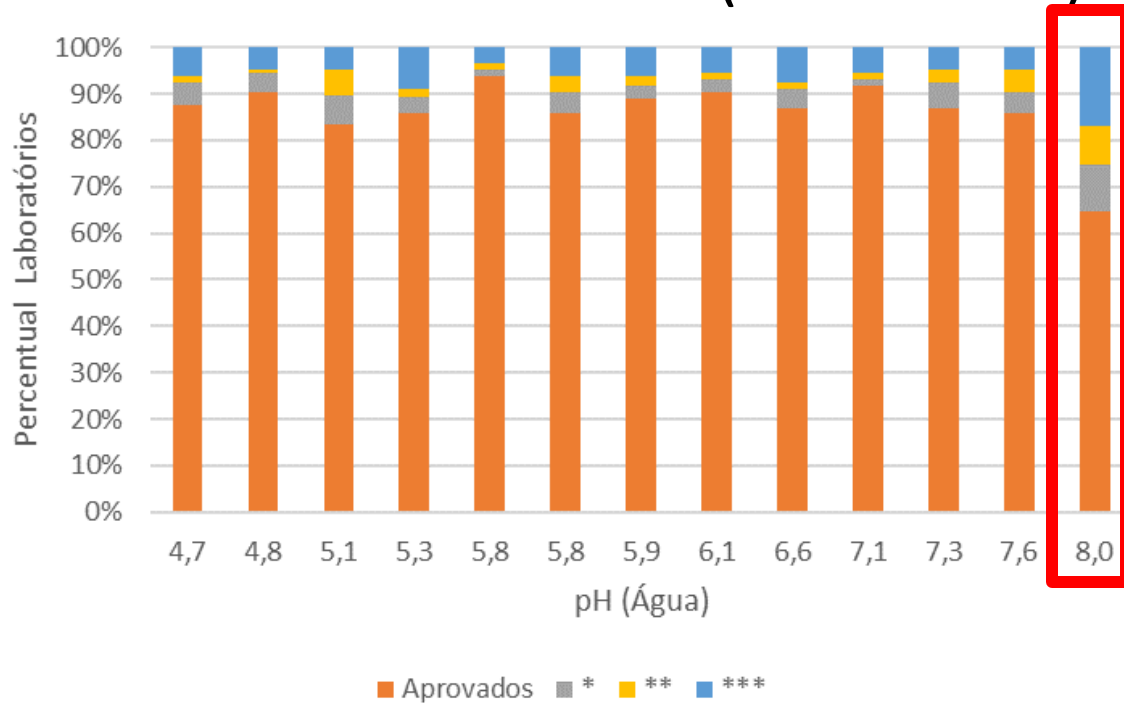
Muestra 324



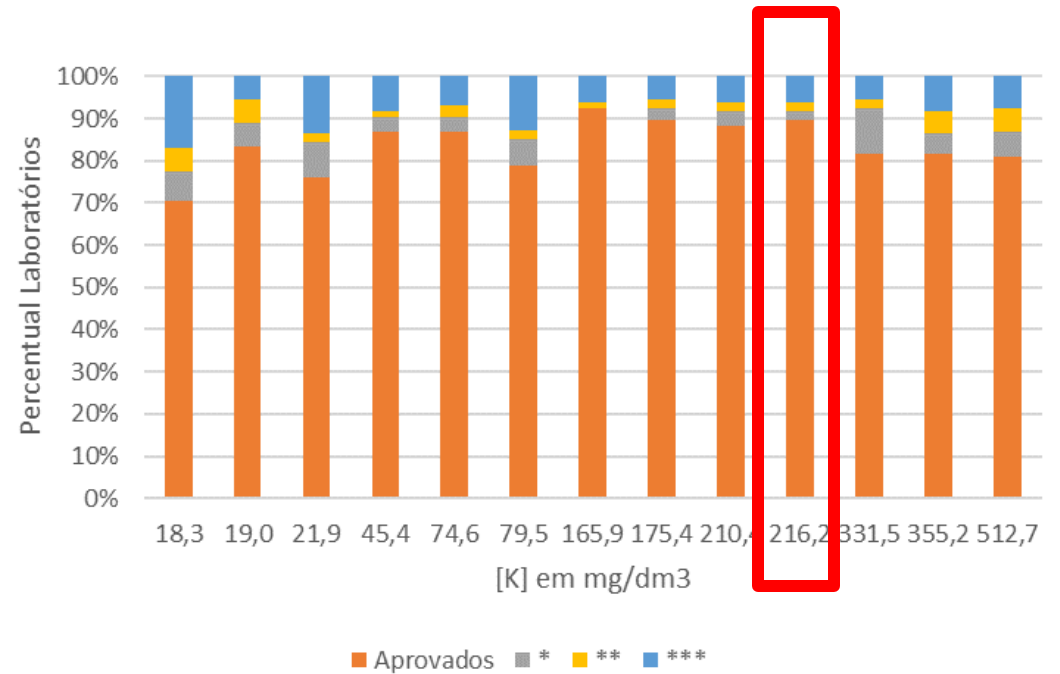
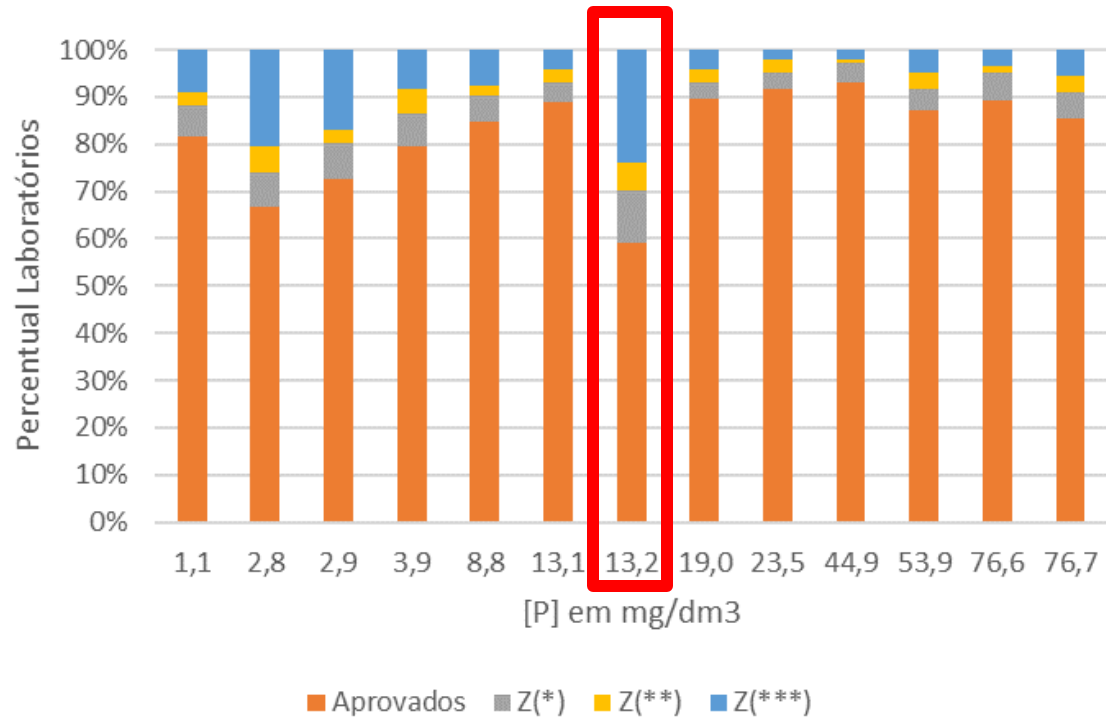
6th Meeting of the **Latin American Soil Laboratory Network (LATSOLAN)** | 8-9 November 2023



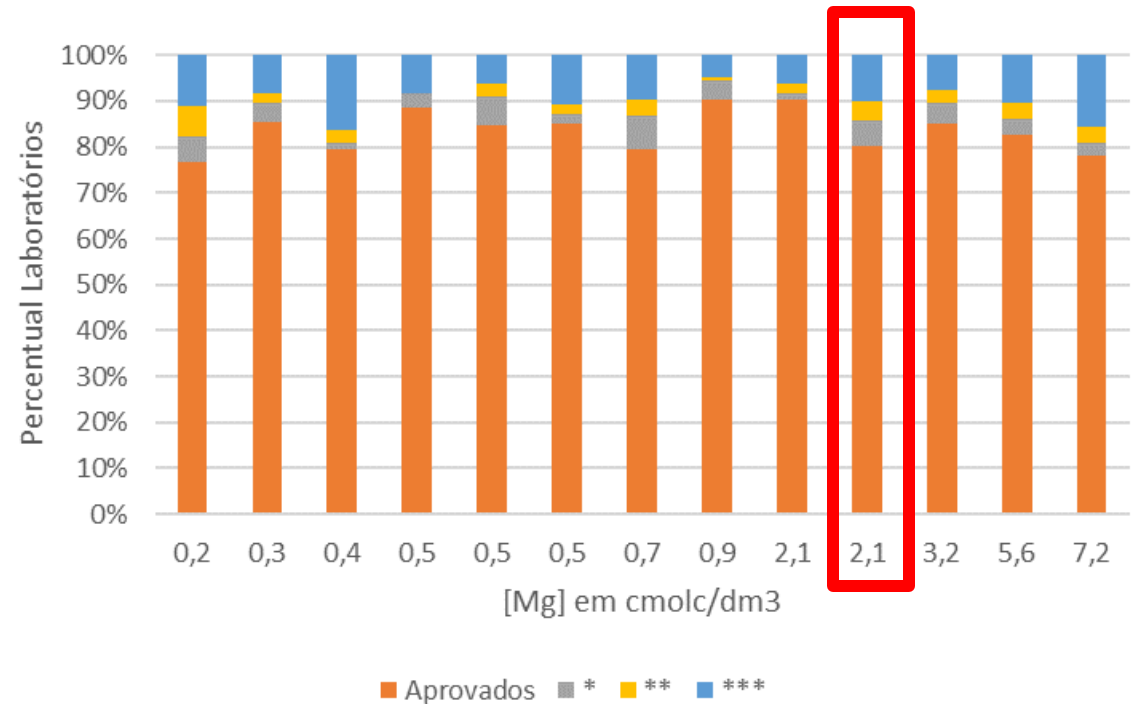
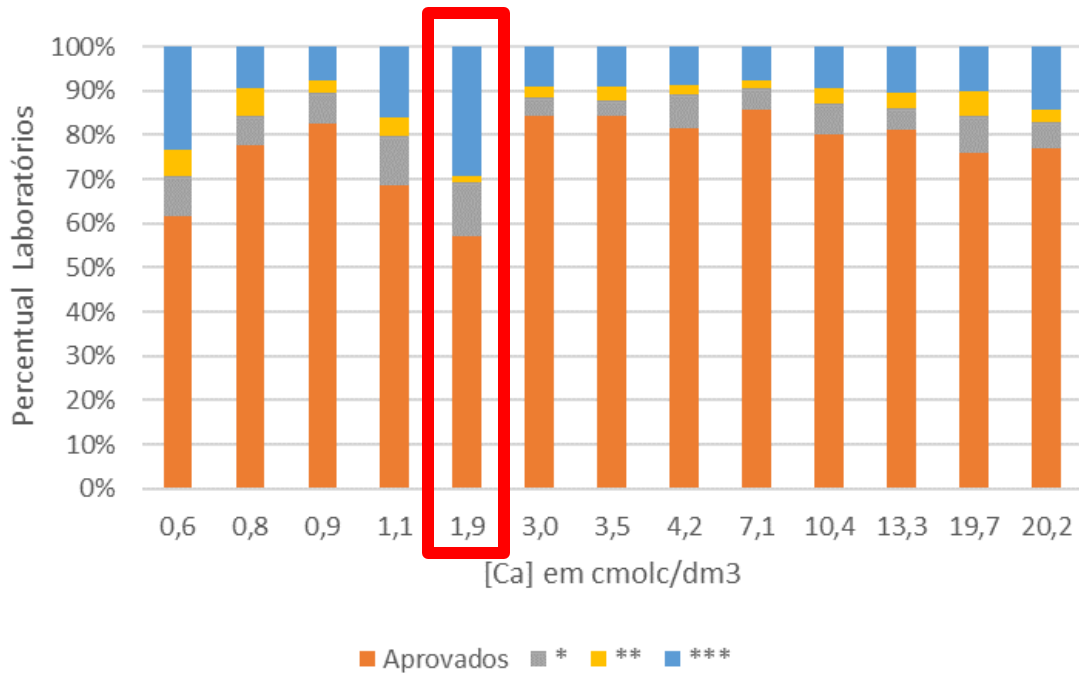
• Resultado Anual (2022-2023)



- Resultado Anual (2022-2023)

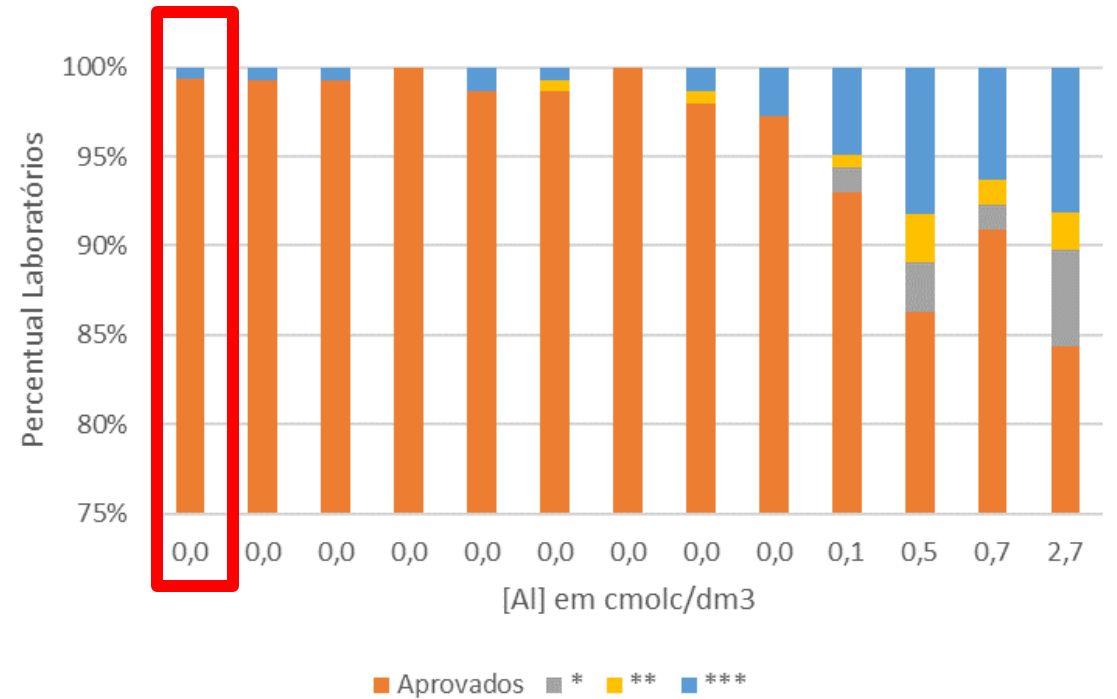
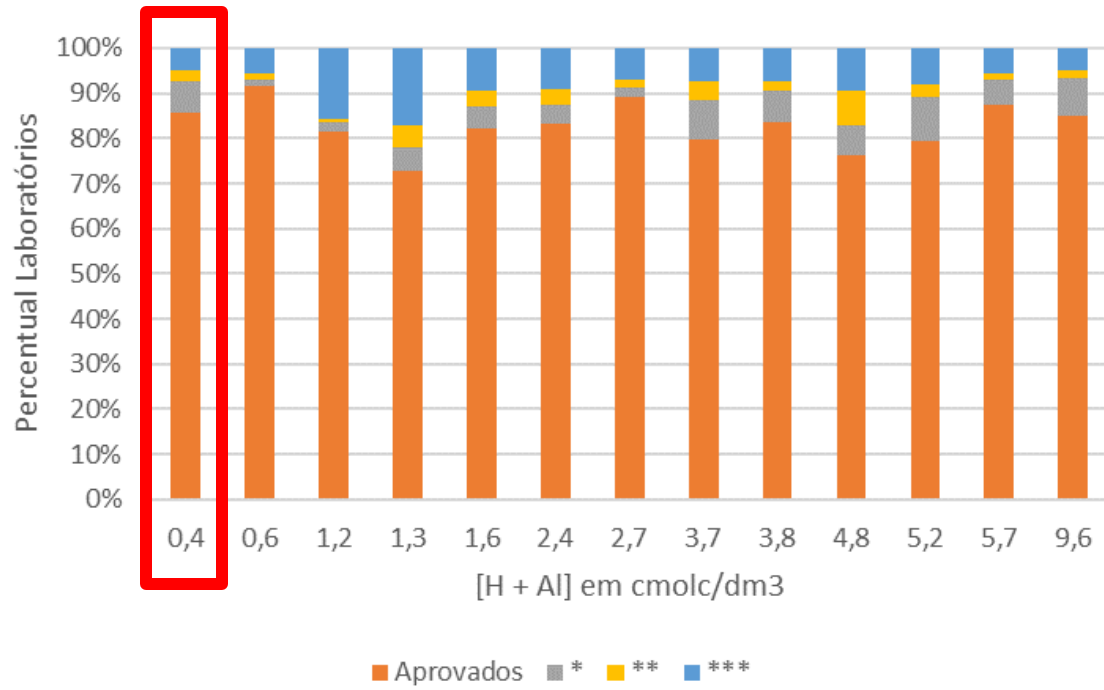


- Resultado Anual (2022-2023)

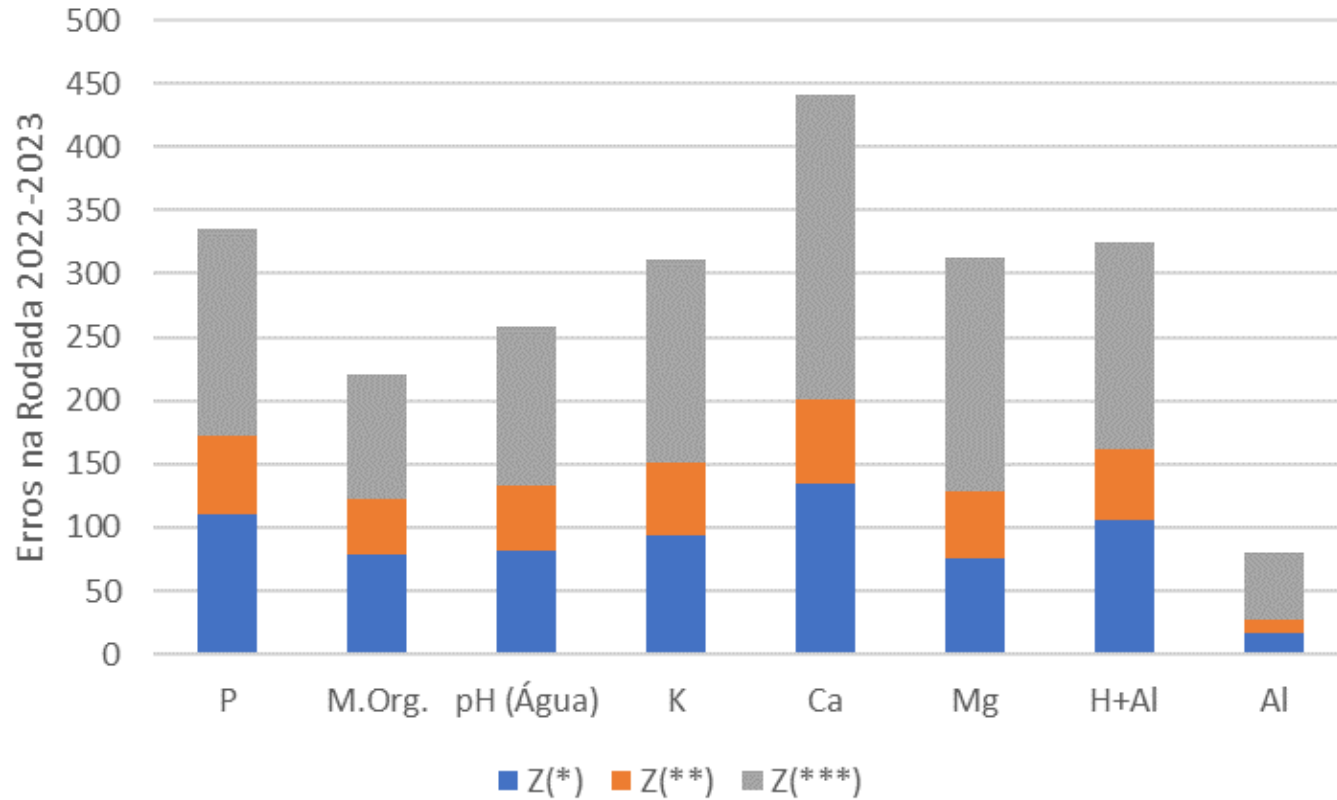


Aparentemente, os erros foram maiores na determinação de Ca

• Resultado Anual (2022-2023)



- Resultados



Al < M.Org. < pH (água) < K \cong Mg < P < Ca





Food and Agriculture
Organization of the
United Nations

LATSOLAN

LATIN AMERICAN SOIL LABORATORY NETWORK

Gracias!

Marcelo F.C. Saldanha – Embrapa Meio Ambiente
Daniel V. Pérez – Embrapa Solos

<https://www.embrapa.br/solos/paqlf>

