

CONTROLE DE QUALIDADE DAS ANÁLISES DO LABORATÓRIO TEMÁTICO DE SOLOS E PLANTAS DO INPA. HISTÓRICO E ATUAL ESTADO DA ACURÁCIA DO PROCESSO ANALÍTICO

Raimundo Nonato de ARAÚJO FILHO¹; Tania Pena PIMENTEL²; Carlos Alberto QUESADA³

¹Bolsista PIBIC/CNPq; ²Orientadora INPA/CPEC; ³Co-orientador INPA/CEPEC

1. Introdução

O Laboratório Temático de Solos e Plantas (LTSP) do INPA atua como uma importante base de infraestrutura para pesquisa dentro da instituição, onde desenvolvem-se pesquisas em diversas áreas de interesse do INPA, sobretudo nas ciências florestais, agrônômicas, ecologia e ciclos biogeoquímicos. O número de estudos desenvolvidos no LTSP é enorme, incluindo trabalhos de graduação e pós-graduação, além de vários projetos de pesquisa nacionais e de cooperação internacional. Entretanto, até o momento não foi feita nenhuma avaliação formal da qualidade das análises realizadas no LTSP. Quase todo projeto desenvolvido neste laboratório toma suas próprias providências quanto ao controle de qualidade durante o processo analítico. Rotineiramente, são incluídas nas análises algumas amostras de referência conhecidas como amostras padrão, as quais são capazes de informar se os valores obtidos para cada bateria de análises encontram-se dentro do esperado. A grande quantidade de estudos já realizados no LTSP, sempre utilizando amostras padrão, pode nos fornecer o material necessário para viabilizar uma avaliação formal da acurácia das análises deste laboratório. Em geral, os resultados das amostras de referência são tratados como sugerido por Klesta e Bartz (1996) onde segundo estes autores, a acurácia de um processo analítico pode ser medida pelo cálculo de médias e desvio padrão dos resultados analíticos, sendo que os resultados obtidos devem estar dentro da média ± 2 desvios padrão ($\mu \pm 2DP$) ou seja dentro do intervalo de 95,4% da variância dos valores analíticos.

Hoje, devido à enorme demanda por análises de solos e plantas no INPA, torna-se transparente a necessidade de caracterizar e controlar a qualidade dos resultados produzidos pela instituição. Este trabalho visa então produzir um levantamento do histórico da qualidade das análises já efetuadas, bem como proceder novas análises de amostras de referência que permitam avaliar a qualidade das análises no passado e no presente.

2. Material e Métodos

Foi realizado um levantamento histórico das análises em amostras de solo de referência realizadas no LTSP/INPA a fim de verificar sua acurácia no passado. Ao todo foram encontrados 54 registros históricos de amostras de referência, provenientes de estudos diferentes e de vários analistas. Posteriormente, foram realizadas análises repetidas (100 repetições) de uma mesma amostra de referência (Solo Padrão fornecido pela EMBRAPA), visando determinar o atual estado de acurácia do LTSP.

As análises químicas dos solos foram realizadas no Laboratório Temático de Solos e Plantas – LTSP / INPA, utilizando-se o conjunto de metodologias da EMBRAPA (EMBRAPA 1997): Cálcio (Ca), magnésio (Mg) e alumínio trocáveis foram extraídos por KCl 1N. Potássio (K), fósforo (P) e micronutrientes do solo (Ferro e Zinco): foram extraídos com solução extratora de Mehlich I, também chamada de solução de duplo-ácido, constituída por uma mistura de HCl 0,05 M + H₂SO₄ 0,0125 M. Os elementos Ca, Mg, K, Al, Fe and Zn foram determinados por Espectrometria de Absorção Atômica – EAA, com a adição de lantânio 0,5% como supressante (Ca, Mg e Al apenas). Fósforo foi determinado por colorimetria em espectrofotômetro.

3. Resultados e discussão

Foram usados dados históricos de análises de padrões da EMBRAPA referentes a 54 baterias de análises. Observa-se que há uma grande variabilidade nos resultados das análises. A Tabela 1 apresenta a média dos resultados históricos obtidos, seu desvio padrão e a faixa de aceitação dos resultados, calculada como sendo $\mu \pm 2DP$, sendo que este parâmetro foi obtido utilizando-se a média e desvio padrão fornecidos pela amostra de referência, portanto não

foram utilizados valores obtidos no LTSP. Observou-se que para a extração de cálcio, apenas 52% das análises podem ser consideradas satisfatórias em relação ao critério adotado que declara que os resultados analíticos devem cair no intervalo de $\mu \pm 2DP$. Para o íon magnésio, observou-se uma ligeira maior eficiência em sua determinação, onde 59% dos resultados caíram dentro do intervalo esperado de $\mu \pm 2DP$. Com relação ao potássio, os resultados dos padrões foram inferiores. Observa-se uma grande dispersão dos resultados analíticos e também um alto nível de resultados desviantes. Apenas 38% dos resultados podem ser considerados aceitáveis.

Tabela 1 - Resultados do levantamento histórico das amostras de referência analisadas no LTSP.

Elemento	n	Média $\text{cmol}_c \text{kg}^{-1}$	DP	Valor min. para aceite*	Valor max. para aceite*	leituras dentro da faixa de aceite %
Ca	50	0,05	0,03	0,04	0,09	50
Mg	54	0,08	0,03	0,04	0,08	59
K	48	0,06	0,02	0,05	0,06	38
Al	17	1,93	0,51	1,41	2,09	65

* faixa de aceite é calculada como $\mu \pm 2DP$ da amostra de referência

Quanto ao alumínio, uma vez que poucos pesquisadores e estudantes determinam alumínio usando a absorção atômica, o número de resultados encontrados foi bem menor do que para os outros elementos, com apenas 17 resultados históricos encontrados. Entretanto, para o alumínio, a dispersão dos resultados foi menor maior estando 65% dentro do intervalo esperado. Vários fatores podem estar relacionados a esta ampla variação nos resultados, sobretudo no que diz respeito ao fator humano (Cantarella *et al.* 2001).

Tabela 2 - Resultados das novas análises de solo padrão no LTSP

Elemento	n	Média $\text{cmol}_c \text{kg}^{-1}$	DP	min	max	leituras dentro da faixa de aceite %
Ca	100	0,182	0,016	0,152	0,232	99
Mg	100	0,137	0,010	0,119	0,160	100
Al	100	0,019	0,165	1,350	2,139	100
K	80	1,755	0,001	0,017	0,022	100
P	80	2,722	0,179	2,000	3,290	95
Fe	80	44,262	1,864	38,300	47,700	99
Zn	80	0,935	0,180	0,400	1,300	96

Os dados históricos envolvem um grande número de pessoas responsáveis pela análise química (estudantes) e também uma grande variedade na qualidade dos reagentes empregados (os diferentes grupos atuando no LTSP usam reagentes de qualidade variada). Ainda, parece ter havido variação no lote de solo padrão utilizado ao longo da vida do LTSP, ou seja os resultados históricos encontrados podem não ser oriundos exatamente do mesmo solo. Portanto, os resultados históricos apresentados aqui devem ser considerados com cautela, pois podem não representar fielmente a qualidade das análises do LTSP.

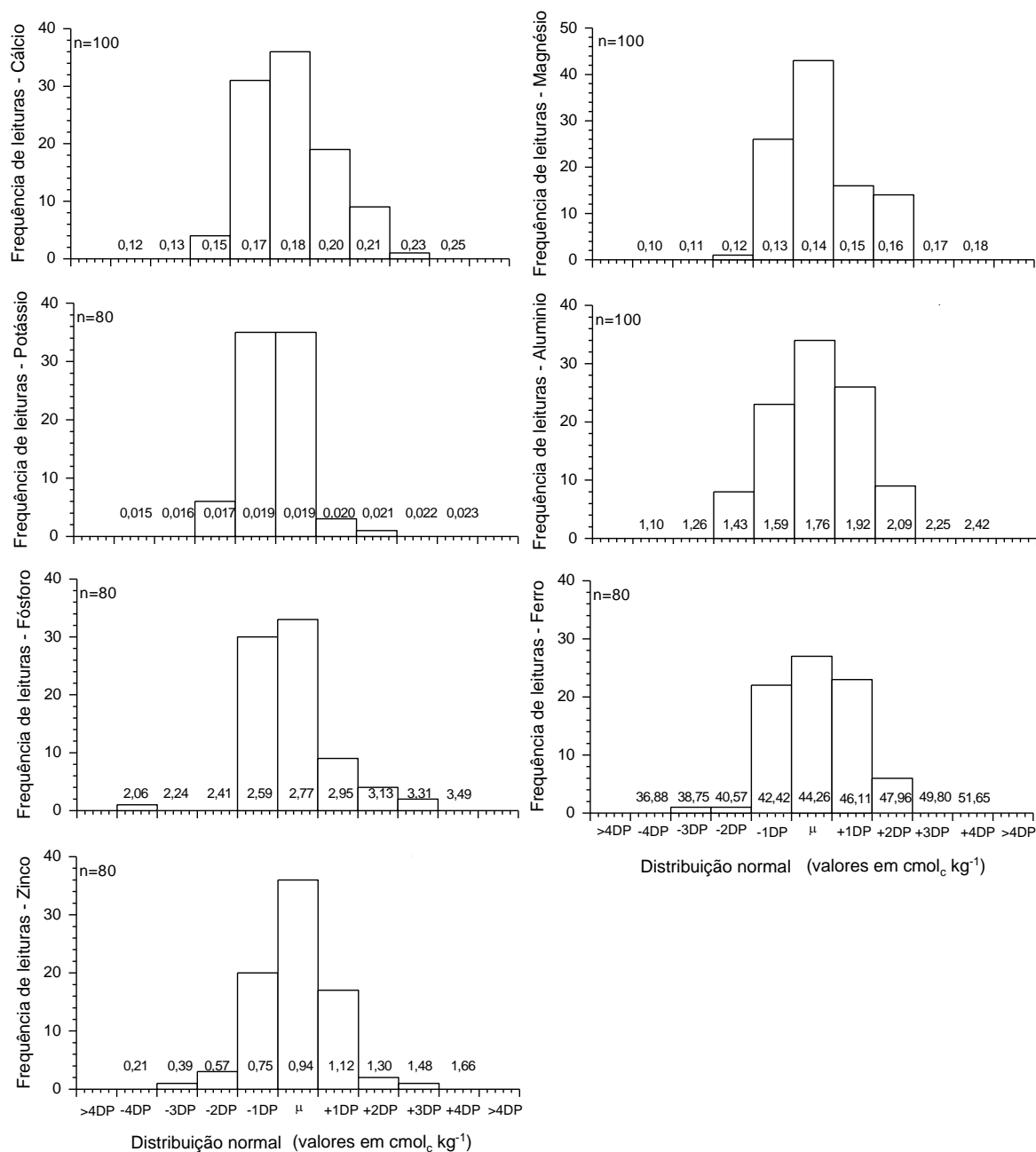


Figura 1 - Distribuição dos resultados de análises de solo padrão no intervalo de aceite definido por $\mu \pm 2DP$

Para determinar a real acurácia dos números produzidos pelo LTSP, realizamos um grande número de análises ($n = 100$) em um novo lote de solo padrão recentemente adquirido pelo LTSP (Tabela 2). Os resultados destas análises demonstram uma alta capacidade do LTSP em produzir números confiáveis. Por exemplo a Figura 1 apresenta gráficos de distribuição dos resultados das análises de solo padrão no intervalo de aceite $\mu \pm 2DP$. Observa-se que a grande maioria das análises caíram dentro do intervalo esperado ($>95\%$ para todos os 7 elementos), sendo que a maior parte dos resultados de análises caíram dentro do intervalo de aceite $\mu \pm 1DP$, o que demonstra alta acurácia nas análises (Klesta e Bartz 1996).

A alta acurácia das análises de solo padrão realizadas no LTSP indicam que o laboratório proporciona boas condições de processo analítico. Isto implica que a alta variabilidade encontrada durante o levantamento do histórico de análise deve ter ocorrido em função de variações no lote do solo padrão utilizado nas análises ou em função de fatores humanos. Os

resultados encontrados na Tabela 2 também servirão como novo parametro de comparação para novas análises de solo padrão realizadas no LTSP.

4. Conclusão

O Laboratório Temático de Solos e Plantas do INPA (LTSP) demonstrou alta capacidade de reproduzir análises de solo dentro de um rigido intervalo de confiança (95,4%), implicando em alta acurácia do processo analítico. Entretanto, o LTSP deve agora buscar certificação de controle de qualidade em programas inter-institucionais como por exemplo o da EMBRAPA ou ainda em programas internacionais, visando solidificar seu papel na produção de informação de qualidade no INPA.

5. Referências

Cantarella, H., Quaggio, J.A. e Andrade, J.C. de. 2001. Controle de qualidade dos resultados analíticos. In: B. van Raij, J.C. de Andrade, H. Cantarella e J.A. Quaggio (eds). *Análises química para avaliação de fertilidade de solos tropicais*. pp 142-163.

EMBRAPA. Centro Nacional de Pesquisas de Solos. 1997. Manual de métodos de análises de solo. 2ª edição, Rio de Janeiro, p. 15-18

Klesta, E. J. e Bartz, J. K. 1996. Quality assurance and quality control. In: D.L. Sparks, (Editor). *Methods of soil Analysis, Part 3, Chemical methods*. American Society of Agronomy, Soil Science Society of America, Madison, Wisconsin, USA, pp. 19-48