

ANO 2024 rev02

1. Objetivos e detalhes

O Instituto Agronômico está organizando o ensaio de proficiência - PEP IAC de amostras de insumos agrícolas - Ano 2024. Neste protocolo estão descritas todas as atividades relacionadas a este PEP-IAC.

Todas as atividades estão sendo organizadas e executadas pelo próprio IAC sem a subcontratação de qualquer outra organização, exceto o uso dos Correios para envio das amostras.

As Comparações interlaboratoriais são amplamente utilizadas para vários propósitos e seu uso vem crescendo internacionalmente. Propósitos típicos para comparações interlaboratoriais incluem:

- a) avaliação do desempenho de laboratórios para ensaios e monitoramento do desempenho contínuo de laboratórios;
- b) identificação de problemas em laboratórios e início de ações de melhoria que podem estar relacionadas, por exemplo, a ensaios, à efetividade do treinamento da equipe e supervisão ou calibração de equipamentos;
- c) estabelecimento da efetividade e comparabilidade de métodos de ensaio ou métodos de medição;
- d) provimento de confiança adicional aos clientes do laboratório;
- e) identificação de diferenças interlaboratoriais.
- f) educação de laboratórios participantes baseada em resultados das comparações interlaboratoriais;
- g) validação da incerteza declarada.

2. Coordenação:

Programa de Ensaio de proficiência do Instituto Agronômico para amostras de insumos agrícolas (PEP-IAC-Insumos)

Coordenação e Contato: Mônica Ferreira de Abreu
e-mail: monica.abreu@sp.gov.br
telefone: 19-21370753

3. Itens de ensaio (tipos de matrizes de insumos agrícolas):

- Fertilizante Mineral;
- Fertilizante orgânico;
- Calcário;
- Substrato para plantas;
- Condicionador de solo;
- Vinhaça;
- Resíduo Sólido.

Até o ano de 2020, um dos insumos utilizados neste EP era o lodo de esgoto, no entanto com a Lei nº 12305 de 2 de agosto de 2010, que institui a Política Nacional de Resíduos Sólidos, optou-se por utilizar a partir do ano passado, a nomenclatura de **Resíduo Sólido** e não mais de Lodo de Esgoto. No artigo 3º e item XVI da Lei nº 12305, fica definido que resíduo sólido é: material, substância, objeto ou bem descartado resultante de atividades humanas em sociedade. E podem ser classificados quanto a sua origem: resíduos domiciliares, resíduos de limpeza urbana e resíduos sólidos urbanos ou quanto a sua periculosidade: perigosos e não perigosos. Neste EP deve empregar apenas os resíduos sólidos de diferentes origens e não perigosos que podem ser utilizados na agricultura e pode ou não incluir o lodo de esgoto.

4. Critérios para participação:

Poderão participar do EP: laboratórios de análise públicos ou privados, que realizam análises na rotina de qualquer um dos insumos agrícolas citados acima, a participação é voluntária, podendo o laboratório desligar-se a qualquer momento,

com aviso prévio. Em caso de desistência após o pagamento da taxa de inscrição, não haverá reembolso.

Os laboratórios participantes pagarão uma taxa anual no valor de **R\$ 1.000,00 para até 3 matrizes** (por exemplo os 3 insumos agrícolas: fertilizante mineral, fertilizante orgânico e calcário), para 4 ou mais tipos de matrizes de insumos agrícolas diferentes o valor será de **R\$ 1.200,00 (≥ 4 insumos agrícolas)**, independentemente de quantos mensurandos serão determinados e reportados. Será enviado um boleto para pagamento e a nota fiscal feita pela FUNDAG, CNPJ: 61.705.380/0001-54. No caso do não pagamento da anuidade, o participante não receberá as amostras e caso receba, os resultados reportados não serão inseridos no relatório de resultados ao final do programa. **Para os participantes de fora do Brasil, será cobrado separadamente a postagem internacional dos materiais.**

Os laboratórios deverão determinar e reportar qualquer um dos parâmetros para cada amostra de insumo agrícola utilizando as metodologias descritas na **Tabela 1. Caso não sejam utilizados os métodos da tabela 1, os resultados não serão utilizados para determinação do valor designado a partir do consenso dos participantes.**

Inscrição: Os interessados devem preencher o **formulário de inscrição** disponível no site do EP (epinsumos.com.br), que se encontra na forma de formulário do Google, preenchendo os insumos de interesse. Para os participantes do ano anterior será enviado um e-mail para confirmação da participação neste ano.

Para participar do EP no ano vigente, o participante deverá se inscrever ou confirmação de participação até **31 de maio de 2024**.

Estão previstas as participações de no máximo 130 laboratórios.

5. Itens de EP (Amostras):

As amostras de insumos que serão encaminhadas já se encontram prontas para as análises, não havendo necessidade de preparo, exceto as amostras de substrato para plantas e condicionador de solo para a determinação da capacidade de troca de cátions (CTC).

Cada tipo de insumo será preparado da seguinte forma:

- Amostras de resíduo sólido e fertilizante orgânico foram secadas em estufa de ventilação forçada entre 60-65°C até umidade menor que 5%*m/m*. Passadas no moinho tipo Wiley e em peneiras com cerca de 0,5 mm de abertura.
- A amostra de fertilizante mineral foi moída totalmente em liquidificador e passada em peneira de cerca de 0,84 mm de abertura.
- A amostra de calcário foi secada entre 100-110°C até umidade menor que 5%*m/m*, moída em liquidificador e passada em peneira de cerca de 300µm (0,3mm) de abertura.
- As amostras de substrato para plantas e condicionador de solo foram secadas ao ar, até ficar com umidade menor que 20%*m/m*.
- A amostra de vinhaça foi coletada diretamente na torre de destilação de uma usina, autoclavada e armazenada em geladeira até o momento da embalagem.

As amostras deverão ser analisadas como amostras de rotina do laboratório.

O envio das amostras será feito por meio dos Correios usando Sedex, e os participantes serão comunicados por e-mail. Nesta comunicação é solicitado ao participante que caso não recebam as amostras, comuniquem a gerência do EP por e-mail ou telefone (descritos no item 2). Caso haja alguma ocorrência no processo de entrega, devolução, roubo ou extravio, a coordenação do PEP-IAC tomará providências imediatamente e um novo pacote com as amostras será encaminhado por Sedex.

Os itens de ensaio referentes a este EP não oferecem risco aos participantes, no entanto, recomenda-se o uso de EPI. O manuseio e o descarte dos itens de ensaio são de responsabilidade do participante.

6. Métodos de Ensaio

O laboratório deverá seguir os métodos oficiais do MAPA para as amostras de fertilizante mineral, fertilizante orgânico, calcário, substrato para plantas e condicionador de solo, e, os métodos sugeridos pelo CONAMA 498 e Cetesb P4230 para análise de resíduo sólido e vinhaça, respectivamente. A relação dos métodos está descrita na **Tabela 1**.

No caso específico dos métodos de análise do MAPA, há a necessidade de se conhecer as garantias para o correto desenvolvimento dos métodos, minimizando assim os possíveis erros analíticos. Para tanto, serão encaminhadas as garantias ou uma faixa quando pertinentes, porém os resultados podem não ser exatamente estes valores indicados.

Foi publicada recentemente a PORTARIA SDA/MAPA Nº 1110, 13 DE MAIO DE 2024, que aprova os métodos oficiais para realização de ensaios dos programas e controles oficiais do Ministério da Agricultura e Pecuária, incluindo o novo Manual de métodos de fertilizantes. Por meio dessa Portaria, foram revogadas a Instrução Normativa SDA nº 37, de 13 de outubro de 2017 (antigo Manual de métodos de fertilizantes); a Instrução Normativa SDA nº 17, de 21 de maio de 2007, alterada pela Instrução Normativa SDA nº 31, de 23 de outubro de 2008 (que estabeleciam os métodos de substratos e condicionadores de solo); e a Instrução normativa SDA nº 24, de 20 de junho de 2007 (que reconhecia os métodos de análise de contaminantes). Todas essas normativas revogadas foram cobertas pela nova versão do Manual de métodos de fertilizantes. A portaria entra em vigor em 03 de junho.

O Manual está disponível pelo [link: https://wikisda.agricultura.gov.br/pt-br/Laborat%C3%B3rios/Metodologia/Fertilizantes/ManualFICVoll](https://wikisda.agricultura.gov.br/pt-br/Laborat%C3%B3rios/Metodologia/Fertilizantes/ManualFICVoll)

e está dividido em 8 volumes:

- 1: Fertilizante mineral via solo
- 2: Fertilizante mineral foliar
- 3: Fertilizante orgânico via solo
- 4: Fertilizante orgânico foliar
- 5: Corretivos
- 6: Substratos e condicionadores de solo
- 7: Remineralizadores
- 8: Métodos complementares.

Os próximos versionamentos do Manual de métodos ocorrerão por meio desse site e não necessitarão de publicação de nova Portaria. Portanto, antes de utilizar os métodos há a necessidade de se consultar o site para verificar se houve alteração.

Os laboratórios devem sempre ter uma sistemática de trabalho bem compreendida nas Boas Práticas Analíticas, as quais são requisitos indispensáveis para o correto desenvolvimento dos trabalhos e devem ser atendidas, visando a precisão, exatidão e confiabilidade dos resultados.

7. Homogeneidade e Estabilidade

O PEP-IAC realiza uma análise estatística baseada na norma ISO 13528 –“ Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons”, que é a norma recomendada pela ISO 17043, para avaliação da homogeneidade dos itens de ensaio antes da distribuição aos participantes e da estabilidade dos itens de ensaio durante a rodada do EP. Para isto os testes de homogeneidade e estabilidade são realizados pelos laboratórios do próprio IAC. A parte estatística dos dados provenientes dos testes de homogeneidade e estabilidade são realizadas pelo grupo de estatística designado pelo PEP-IAC.

8. Resultados

Os resultados analíticos serão expressos nas unidades descritas na **Tabela 1** e fica também estabelecido o número de casa decimal máximo para cada determinação analítica.

Cada laboratório se comprometerá a analisar quais dos parâmetros para o insumo solicitado e recebido, e deverá enviar os resultados analíticos de acordo com o cronograma preestabelecido na **Tabela 2**.

8.1 Envio dos resultados

O envio dos resultados para a Coordenação do EP deverá ser feito eletronicamente, por meio do site do Programa na Internet <http://www.epinsumos.com.br>. Para isso, cada laboratório receberá um número e uma senha exclusiva, que será encaminhada ao responsável pelo laboratório.

Em qualquer momento, a Coordenação do EP poderá solicitar, ao participante, os dados brutos dos resultados de ensaios apresentados para dirimir quaisquer dúvidas sobre os procedimentos de ensaio utilizados ou quando houver suspeita de conluio.

8.2 Confidencialidade

Todos os resultados e avaliação de desempenho dos participantes são reportados no relatório por meio de código único, sem a identificação do participante, garantindo a confidencialidade dos seus dados. O laboratório participante deverá manter a confidencialidade em relação ao código e não o divulgar a terceiros.

Os resultados obtidos na avaliação de desempenho poderão ser usados em publicações, palestras, congressos, etc., pelo provedor, sempre mantendo a confidencialidade da identificação do participante.

9. Método estatístico (determinação de valores designados e avaliação de desempenho)

Quando o número de participantes for $p > 12$, após o tratamento de outliers, o valor designado (x_{pt}) e desvio padrão utilizado na proficiência (σ_{pt}) serão estimados por consenso, empregando a média (x^*) e o desvio padrão (s^*) obtidos pelo Algoritmo A, que fornece valores robustos para estas estimativas.

Para avaliar o desempenho dos participantes será utilizado o z-score ou o z'-score; calculado pelo valor designado e o desvio padrão robusto e, quando pertinente, a estimativa da incerteza.

Vale ressaltar que se não for atingido o número mínimo de 12 participantes com resultados sem outliers para um determinado ensaio em um insumo, não será avaliado o desempenho relacionado ao ensaio.

10. Relatório

O relatório final será disponibilizado aos participantes na “área do participante” no site do EP (<http://www.epinsumos.com.br>), em formato pdf e de acordo com o cronograma da **Tabela 2**.

Com relação ao desempenho dos participantes, será avaliado para os ensaios em que houver mais de 12 participantes, com resultados sem outliers, encaminhados à Coordenação do EP. Caso, contrário, não será emitida a avaliação de desempenho para o ensaio, por não ser possível realizar uma avaliação estatística adequada.

No relatório será inserida uma lista contendo o nome de cada participante do EP no ano, caso o laboratório deseje que seu nome não seja divulgado, deverá encaminhar ao coordenador uma solicitação de retirada do nome por e-mail, antes da publicação do relatório.

Após a emissão do relatório final será emitido um certificado de participação a todos os laboratórios participantes. Os certificados serão enviados por e-mail através do endereço cadastrado no formulário de inscrição.

A divulgação do relatório ou dos certificados são de inteira responsabilidade dos participantes, que poderão demonstrar seu desempenho aos interessados.

O relatório poderá ser divulgado ao público em geral e os dados resultantes poderão ser apresentados em trabalhos científicos e apresentação em congressos da área e ainda poderão ser utilizados para a produção de materiais de referência certificados.

10.1 Contestação

Após o recebimento do relatório, os participantes terão um prazo de 15 dias para revisá-lo e fazer as considerações e contestações pertinentes por e-mail à coordenação do PEP. A coordenação, por sua vez, analisará a pertinência das considerações e contestações e emitirá uma revisão do relatório, caso haja alterações.

10.2 Fraudes e Conluio

O PEP-IAC estimula os participantes a denunciarem tentativas de fraude ou conluio entre laboratórios participantes.

Caso haja suspeita de conluio ou falsificação, a coordenação do EP-IAC comunicará a todos os participantes dando oportunidade aos interessados de se manifestarem.

Se confirmada a suspeita, o laboratório pode ser desclassificado do PEP.

11. Aceitação final

Caso haja alguma modificação de condições ou requisitos desta proposta de programa de ensaio de proficiência, será elaborada uma revisão deste protocolo e será enviado aos participantes inscritos por e-mail. O aceite da revisão do protocolo deverá ser efetuado por e-mail à Coordenação do EP. A não formalização do aceite dentro de, no máximo 05 dias do envio do e-mail será considerada como aceite da revisão da proposta.

Aceitação: Ao enviar o formulário de inscrição preenchido que se encontra disponível no site do EP ou responder ao e-mail enviado pela coordenação, o participante concorda com todas as informações descritas neste Protocolo para Participação

12. Observação

Este Ensaio de proficiência não faz nenhum tipo de classificação entre os participantes e nem oferece selo de qualidade aos participantes. Ao final da rodada será emitido um certificado de participação contendo as matrizes que participou e correlacionadas com os resultados descritos dentro do relatório final com as respectivas avaliações relativas ao desempenho em cada parâmetro apresentado pelo participante.

Tabela 1: Parâmetros mínimos para o insumo agrícola a serem analisados e os respectivos métodos, faixa de valores, casa decimal do resultado e unidades.

Matriz do Insumo Agrícola	Parâmetro	Método de referência ⁽¹⁾	Faixa de valores	Casa decimal	Unidade
MANUAL DE MÉTODOS ANALÍTICOS OFICIAIS DE FERTILIZANTES, CORRETIVOS, SUBSTRATOS, CONDICIONADORES E REMINERALIZADORES DE SOLO – Rev00-2024 (*)					
Fertilizante Mineral	N-Total Raney	Vol I - Método 4.C.1.3	2-5	duas	% m/m
	P ₂ O ₅ -solúvel em CNA+água	Vol I - Método 4.C.4.1 ou 4.C.4.2	18-22	duas	% m/m
	K ₂ O-solúvel em água	Vol I - Método 4.C.8.1.2	2-6	duas	% m/m
	Cu total	Vol I - Método 4.C.12.1	1-4	duas	% m/m
	Zn total	Vol I - Método 4.C.12.1	1-5	duas	% m/m
	Zn (ácido cítrico e citrato neutro de amônio)	Vol I - Método 4.C.20.4	1-2	duas	% m/m
	Mo total	Vol I - Método 4.C.17.1	0-2	duas	% m/m
	B	Vol I - Método 4.C.11.2	0-2	duas	% m/m
Contaminante Inorgânico	Chumbo (Pb)	Vol I - Método 4.C.26	0-20,00	duas	mg/kg
	Cromo (Cr)	Vol I - Método 4.C.26	0-100,00	duas	mg/kg
Fertilizante Orgânico	Carb Orgânico	Vol III – Método 4.E.13	0-20	duas	% m/m
	N-Total Raney	Vol III – Método 4.E.1.1	0-0,6	duas	% m/m
	P ₂ O ₅ -total	Vol III – Método 4.E.2	0-0,6	duas	% m/m
	K ₂ O-solúvel em água	Vol III – Método 4.E.6	0-2	duas	% m/m
	Ca	Vol III – Método 4.E.7	0-20	duas	% m/m
	Cu	Vol III – Método 4.E.10	0-10	duas	% m/m
Calcário	PN	Vol V – Método 4.C.1	0-100	duas	% m/m
Corretivo agrícola para acidez	CaO	Vol V – Método 4.C.3 (AAS))	20-40	duas	% m/m
	MgO	Vol V – Método 4.C.3 (AAS)	15-25	duas	% m/m
	Cd	Vol V – Método 4.C.5	0-10	duas	mg/kg
	Pb	Vol V – Método 4.C.5	0-20	duas	mg/kg
Substrato para plantas	Densidade Seca	Vol VI – Método 4.B.2	300-400	duas	kg/dm ³
	CRA 10 hPa ou 10cm	Vol VI – Método 4.B.3	100-200	duas	% m/m
	pH	Vol VI – Método 4.B.4	5-8	duas	----
	CE	Vol VI – Método 4.B.5	0-1	duas	dS/m
IN 05/2016	CTC	Vol VI – Método 4.B.6	500-700	duas	mmolc/kg
Condicionador de solo	CRA 10 hPa ou 10cm	Vol VI – Método 4.B.3	30-60	duas	% m/m
	IN 35/2006	CTC	Vol VI – Método 4.B.6	400-500	duas

(*) link: <https://wikisda.agricultura.gov.br/pt-br/Laborat%C3%B3rios/Metodologia/Fertilizantes/ManualFICVoll>

Tabela 1 continuação: Parâmetros para o insumo agrícola a serem analisados e os respectivos métodos, faixa de valores, casa decimal do resultado e unidades

Matriz do Insumo Agrícola	Parâmetro	Método de referência ⁽¹⁾	Faixa de valores	Casa decimal	Unidade
Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 23th Edition					
Vinhaça	pH	Método 4500-B H+.	3-6	duas	----
	Condutividade Elétrica	Método 2510 B.	15-25	duas	dS/m (mS/cm)
	Nitrogênio Total - N Kjeldhal	Método 4500-Norg C.	1000-2000	duas	mg/L
Norma Cetesb	Potássio - K+	Método 3030-H	5000-10000	duas	mg/L
	Cálcio – Ca ²⁺	Método 3111B ou 3120	5000-10000	duas	mg/L
	Fosfato – PO ₄ ³⁻	Método 4500-P	5000-10000	duas	mg/L
Resíduo Sólido	Carbono orgânico	Manual MAPA 2024- Vol III – Método 4.E.13	0-100	duas	% m/m
	pH	USEPA-SW-846-9045C ou Andrade e Abreu, cap9, 2006	0-14	duas	----
Norma Cetesb P-4230 ou CONAMA 375 – Anexo II	Nitrogênio total ou Nitrogênio Kjeldahl	Andrade e Abreu, cap9, 2006	0-100	duas	g/kg
	Ca	USEPA-SW-846-3050 ou 3051	20-50	duas	g/kg
	Fe	USEPA-SW-846-3050 ou 3051	3000-10000	duas	mg/kg
	Al	USEPA-SW-846-3050 ou 3051	3000-10000	duas	mg/kg

Tabela 2: Cronograma de envio de dados ao EP-IAC-Insumos e do relatório

CRONOGRAMA EP-IAC-INSUMOS – 2024	
Evento	Data máxima
Recebimento das fichas de inscrição	31 de maio de 2024
Recebimento de pagamento da anuidade	31 de agosto de 2024
Estudo de homogeneidade	01 de abril a 30 de setembro de 2024
Envio dos itens de ensaio	30 de setembro de 2024
Envio dos resultados pelos laboratórios no site do EP	15 de dezembro de 2024
Estudo da estabilidade	01 a 30 de dezembro de 2024
Análise estatística dos dados e resultados	01 de janeiro de 2024 a 28 de fevereiro de 2025
Emissão do relatório final	28 de fevereiro de 2025
Prazo para apelações	15 de março de 2025

Mônica Ferreira de Abreu

Coordenadora
PEP-IAC-Insumos