



I Workshop Internacional de Inovações  
Tecnológicas na Irrigação  
&  
I Conferência sobre Recursos  
Hídricos do Semi-Árido Brasileiro  
26 a 28 de Setembro de 2007  
Sobral - CE

## **DIAGNÓSTICO DA PRECISÃO E EXATIDÃO NAS ANÁLISES DE FERTILIDADE NO LABORATÓRIO DE SOLOS, ÁGUA PARA FINS DE IRRIGAÇÃO E TECIDOS VEGETAIS DA FACULDADE DE TECNOLOGIA CENTEC DE LIMOEIRO DO NORTE, CEARÁ, BRASIL**

**FONSECA, J. F. G. DA<sup>1</sup>; NESS, R. L. L.<sup>2</sup> & MATOS, J. D. P.<sup>3</sup>**

<sup>1</sup>Tecnólogo em Recursos Hídricos e Irrigação, Pós-Graduando em Gestão Administrativa, Versátil consultoria, Russas-CE.

<sup>2</sup>Dr. Sc. Agronomia, UFC, Juazeiro do Norte.

<sup>3</sup>Graduanda em Tecnologia de Alimentos, FATEC Limoeiro do Norte, 34113041, Trav. Aníbal, 539 – Centro Russas – CE. Cep 62900000

**RESUMO:** O seguinte Trabalho diagnosticou os índices de precisão e exatidão nas análises de fertilidade de solo realizadas no Laboratório de solos, água para fins de irrigação e tecidos vegetais da Faculdade de Tecnologia CENTEC de Limoeiro do Norte. Foram realizadas 08 (oito) determinações (pH, Ca, Mg, Al, Na, K, C e Matéria Orgânica) tendo para cada uma 60 repetições. Os dados foram analisados estatisticamente, tomando como referência um índice de dispersão adimensional, o Coeficiente de Variação (CV%), buscando assim a estimativa de um valor próximo ao que se poderia considerar verdadeiro ou correto (exatidão), bem como da concordância dos valores de todas as análises com esse valor verdadeiro (precisão). Com isso foi possível estabelecer um padrão para a amostra de solo analisada, podendo-se tomá-la como uma amostra controle, já que se determinou também um intervalo de resultados considerados ideais, ou seja uma Faixa Ideal, como também uma Faixa de Precaução e uma Faixa de Rejeição, podendo-se com isso identificar análises com possíveis erros, sejam eles humanos ou mesmo na calibração inadequada e limitações de equipamentos do Laboratório.

**Palavras chaves:** Estatística, variáveis, amostragem

## **DIAGNOSIS OF THE PRECISION AND EXACTNESS IN THE ANALYSES OF FERTILITY IN THE LABORATORY OF SOIL, WATER FOR IRRIGATION ENDS AND VEGETAL FABRICS OF THE COLLEGE OF TECHNOLOGY CENTEC OF LIMOEIRO DO NORTE, CEARÁ, BRAZIL**

**ABSTRACT:** The following Work diagnosed the indices of precision and exactness in the analyses of carried through ground fertility in the Laboratory of Soil, water for Irrigation ends and vegetal fabrics of the College of Technology CENTEC of Limoeiro do Norte - Brazil. 08 determination had been carried



through (pH, Ca, Mg, Al, Na, K, e C e Material Organically) having for each one 60 repetitions. The data had been analyzed statistic, taking as an index of adimensional dispersion, the Coefficient of Variation referential (CV%), thus searching the estimate of a value next what if it could consider true or correct (exactness), as well as to the agreement of the values of all the analyzes with this true value (precision). With this she was possible to establish a standard for the soil sample analyzed, being able itself to take it as a sample has controlled, since an interval of considered results was also determined ideal, that is a Band Ideal, as well as a Band of Precaution and a Band of Rejection, being able itself with this to identify analyses with possible errors, they human or same in the inadequate calibration and equipment limitations of the Laboratory are.

**Key-words:** Statistics, variable, sampling

## INTRODUÇÃO

O solo é um material quimicamente e fisicamente heterogêneo, portanto está sujeito a variações maiores em seus resultados do que outros materiais mais homogêneos. Portanto no processo de análise laboratorial, deve-se levar em consideração, como em qualquer outro método analítico, dois conceitos que na priori parecem se tratar da mesma coisa mas que diferem-se significativamente, Exatidão e Precisão. A Exatidão de uma análise está relacionada com a proximidade da medida determinada no processo analítico em relação ao valor verdadeiro ou correto, enquanto a Precisão está relacionada a reprodutibilidade deste valor, ou seja, o fato das análises atingirem sempre valores concordantes entre si.

Segundo Bacchan et al (1985) existem dois tipos de erros analíticos que podem prejudicar a Precisão e a Exatidão de uma análise laboratorial. São eles: Erros determinados ou sistemáticos – conhecidos e com valores definidos, sendo possível corrigi-los, e Erros Indeterminados – que ocorrem aleatoriamente, não possuem valores definidos e só podem ser considerados através de processos estatísticos.

Segundo Estefanel, 1987, a variação dos dados experimentais pode ser expressa por três medidas de dispersão: o erro-padrão da média, a variância ( $s^2$ ) ou desvio-padrão (s), e o coeficiente de variação (CV%).

Já para determinar um controle de qualidade em laboratórios de solos no Brasil, ao longo dos anos, o método mais utilizado tem sido o uso de amostras controle. Trata-se de uma amostra de solo, com resultados bem conhecidos que diariamente é analisada entre as demais amostras de rotina no laboratório. Quando esta amostra apresenta resultados discrepantes, deve-se observar se não houve erros de análise. Com ela é possível identificar tanto Erros Indeterminados como Erros Determinados.

Atualmente, existem no Brasil, programas de controle de qualidade interlaboratoriais divididos por região geográfica e métodos de análise.

O Laboratório de solos, água para fins de irrigação e tecidos vegetais da Faculdade de Tecnologia CENTEC de Limoeiro do Norte está associado ao Programa de Análise de Qualidade de Laboratórios de Fertilidade - PAQLF, coordenado pelo Centro Nacional de Pesquisa de Solos – CNPS da EMBRAPA. Deste programa fazem parte, atualmente, mais de 80 laboratórios que utilizam a metodologia EMBRAPA de análise de solos.

## MATERIAIS E MÉTODOS

O seguinte trabalho foi realizado no período compreendido entre março e julho de 2006, onde efetuou-se determinações de pH, Ca, Mg, Al, Na, K, C e Matéria Orgânica em uma amostra de solo proveniente de uma trincheira localizada na Unidade de Ensino, Pesquisa e Extensão – UEPE, localizada na Chapada do Apodi, Limoeiro do Norte, Ceará, pertencente ao Instituto Centro de Ensino Tecnológico - CENTEC. A seguinte amostra foi analisada no Laboratório de Solos, Água para fins de Irrigação e Tecidos Vegetais da Faculdade de Tecnologia CENTEC – FATEC, pertencente também ao supracitado Instituto. A Metodologia utilizada nas determinações foi a da EMBRAPA de análises de solos.

O trabalho dividiu-se em três etapas. A primeira baseava-se no preparo de sub-amostras. A segunda nas determinações em laboratório e a terceira nos cálculos estatísticos, bem como na interpretação dos resultados.

Ao chegar ao laboratório, a amostra, cerca de 60kg, foi secada e posteriormente destorroada, por último o solo foi peneirado em malha de 2mm. Após este processo se obteve a TFSA (Terra fina seca ao ar) no qual foi dividida em 60 sub-amostra de 0.500 kg cada. O restante do solo foi reservado para possíveis re-testes ou contraprovas.

As determinações obedeciam a seguinte sequência: Extração, Determinação, cálculos e emissão de laudo.

Na extração, que simula o efeito das raízes das planta, utilizou-se as soluções extratoras de Mehlich (Mehlich1, Duplo Ácido, ou Carolina do Norte), obtida pela diluição de ácido sulfúrico e ácido clorídrico, para determinar Na, K e P, isso porque o  $H^+$  dos ácidos extraem tais elementos contidos na CTC; e a solução extratora de KCl (Cloreto de potássio) a 1M que desloca os íons de Ca, Mg e Al adsorvidos á CTC tomando seus lugares.

No caso do Carbono Orgânico e pH não é efetuada a extração. No primeiro utilizou-se a digestão úmida com dicromato de potássio e no segundo utilizou-se pH em água a 1:2,5.

Uma vez feitas as determinações os resultados foram repassados para planilhas onde se foi feito os cálculos de ajuste e posterior obtenção dos laudos com resultados expressos em  $mg\ dm^{-3}$ ,  $mmol\ dcm^{-3}$ , PST.



Para as análises estatísticas definiu-se alguns conceitos de estatística elementar para se chegar aos resultados almejados.

A média das determinações dão idéia de conjunto, porém não permitem avaliar a dispersão, ou a precisão das determinações. Para se avaliar a dispersão utilizou-se o desvio padrão. Através da determinação da média e do desvio padrão se foi possível chegar a estimativa do valor verdadeiro (exatidão) e da reprodutibilidade (precisão).

Para a determinação da amostra padrão, foi-se necessário o cálculo do coeficiente de variação (CV%) que é obtido pela razão entre o desvio padrão e a média. O coeficiente de variação, definido como o desvio-padrão em porcentagem da média, é a medida estatística mais utilizada pelos pesquisadores na avaliação da precisão dos experimentos. Isso foi necessário para que se obtivesse uma padronização de resultados, caso o coeficiente de variação ultrapassasse 20%, os resultados discrepantes eram descartados e novas análise efetuadas até que se alcançasse a faixa estabelecida como ideal.

Os resultados próximos da média eram classificados dentro da faixa ideal, obedecendo-se as relações descritas na Tabela 1.

Tabela 1. Valores dentro das faixas ideal, de precaução e de rejeição. Onde m = média e s = desvio padrão

Faixas	Intervalos
Ideal	$m+1s / m / m-1$
Precaução	$m+2s/m+1s$ ou $m-2s/m-1s$
Faixa de rejeição	$> m+2s$ ou $< m-2s$

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os valores de média e desvio padrão das análises realizadas, como se pode verificar na Tabela 2, mostraram variações menores nas determinações de pH do que nas demais. Isso devido ao método analítico que utiliza aparelhagem, no caso do pH, ser mais preciso do que aqueles que utiliza titulação, pois independem do analista. Com isso, diminui-se consideravelmente os riscos de erros de prejulgamento, onde o analista após a primeira determinação força os resultados das demais afim de se obter valores concordantes.

Outro aspecto importante a ser levado em consideração é que mesmo nas determinações que utilizam titulação, os valores de desvio padrão e coeficiente de variação apresentaram variações maiores ou menores dependendo do elemento, como é o caso do Na e K, que atingiram coeficientes de variação maiores que 20% . Isso reflete uma maior dificuldade dos analistas, na determinação de Na e K, para determinar o momento exato, na titulação, em que o indicador muda a cor da solução.

No caso do Al, pelo fato do solo analisado não apresentar tal elemento, apresentou valores 0,0 (zero) em todas as repetições.

Em relação ao estabelecimento da amostra padrão, para que se chegasse a valores próximos da média, foram descartados os valores dentro da faixa de rejeição, e com isso a diminuição do coeficiente de variação, conforme pode-se verificar na Tabela 3.

A tabela 4 mostra os valores encontrados para serem tomados como referência na amostra controle que poderá ser utilizada internamente no laboratório para medir seu grau de qualidade nas análises de fertilidade.

Tabela 2. Resultados obtidos através dos cálculos da média, desvio padrão e coeficiente de variação da amostra analisada.

Determinação	Média	Desvio Padrão	Coeficiente de Variação %
pH	7,3	0,099	1,35
Ca	7,6	0,64	8,44
Mg	17,8	4,52	25,4
Al	0,0	0,0	0,0
Na	7,0	2,03	29,2
K	14,5	4,61	31,8
C	8,4	0,52	6,16
Matéria Orgânica	14,5	0,891	6,14

Tabela 3. Diminuição do coeficiente de variação após o descarte de valores da faixa de rejeição.

Dados	pH	Ca	Mg	Al	Na	K	C	M.O
Completo	1,35	8,44	25,4	0,0	29,2	31,8	6,16	6,14
Fora da faixa de rejeição	1,35	7,72	14,1	0,0	19,8	26,0	5,27	5,131

Tabela 4. Valores de referência da amostra controle.

Determinações	Valores ideais da amostra padrão
Ph	$7,201 > 7,3 < 7,399$
Ca	$6,96 > 7,6 < 8,24$
Mg	$13,28 > 17,8 < 20,32$
Al	0,0
Na	$4,97 > 7,0 < 9,83$
K	$9,89 > 14,5 < 19,11$
C	$7,88 > 8,4 < 8,92$
M.O	$13,609 > 14,5 < 15,391$



## CONCLUSÕES

1. O coeficiente de variação demonstrou que as determinações de Mg, Na e K estão mais susceptíveis a erros indeterminados por prejulgamento.
2. Os resultados obtidos revelaram a precisão nas análises de pH.
3. Tomando-se como referencia os valores obtidos para a amostra controle, é possível se estabelecer um programa interno de controle de qualidade do laboratório.

## REFERÊNCIAS

PIMENTEL-GOMES, F. **Curso de Estatística Experimental**. 12.ed. Piracicaba: Livraria Nobel, 1987b. 467p.

PIMENTEL-GOMES, F. O problema do tamanho das parcelas em experimentos com plantas arbóreas. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, v.19, n.12, p.1507-1512, 1984.

TOMÉ JR., J. B. **Manual para interpretação de análise de solo**. Guaíba: Agropecuária, 1997. 247p.

GALETI, Paulo Anestar. **Guia do Técnico Agropecuário: “solos”**. Campinas: Instituto Campineiro de Ensino Agrícola, 1983. 142p.

ESTEFANEL, V.; PIGNATARO, I.A.B.; STORCK, L. Avaliação do coeficiente de variação de experimentos com algumas culturas agrícolas. In: SIMPÓSIO DE ESTATÍSTICA APLICADA À EXPERIMENTAÇÃO AGRONÔMICA, 2., 1987, Londrina. **Anais...** Londrina: Univ. Estadual de Londrina / Região Brasileira da Sociedade Internacional de Biometria, 1987. p.115-131.