

PROTOCOLO DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA OU COMPARAÇÃO INTERLABORATORIAL

**ENSAIO DE PROFICIÊNCIA EM ANÁLISE DE
FERTILIZANTES E CORRETIVOS – 2025
RODADA 1**

MINISTÉRIO DA
AGRICULTURA
E PECUÁRIA

GOVERNO FEDERAL



PROTOCOLO DO PEP

ENSAIO DE PROFICIÊNCIA EM ANÁLISE DE FERTILIZANTES E CORRETIVOS PLANEP/PRIMAR/002/2025 V.2

1. Organização e Coordenação

Núcleo de Programas Interlaboratoriais e Materiais de Referência - PRIMAR/CDI/CGAL
Avenida Rômulo Joviano, S/N, Bairro Olaria - Pedro Leopoldo/MG
CEP 33250-220
primar@agro.gov.br

Gerência Geral

Erick Soares Lins - Coordenação de Desenvolvimento e Inovação Laboratorial –
CDI/CGAL/DTEC/SDA

Roseane Brandão de Brito - Núcleo de Programas Interlaboratoriais e Materiais de Referência
– PRIMAR/CDI/CGAL

Gerência Técnica

Gerência Técnica

Eliezer Augusto Baeta de Oliveira - Laboratório Federal de Defesa Agropecuária de São
Paulo - FCS/SLAV-SP/LFDA-SP/CGAL

Equipe de apoio:

Flavia Consolini - Laboratório Federal de Defesa Agropecuária de São Paulo - FCS/SLAV-
SP/LFDA-SP/CGAL

Aline Pereira Moraes - Laboratório Federal de Defesa Agropecuária de Goiás - FCS/LFDA-
GO/CGAL

Lindomário Barros de Oliveira - Laboratório Federal de Defesa Agropecuária de
Pernambuco - FCS/LFDA-PE/CGAL

Wagner Yoshihiko Okasaki - Laboratório Federal de Defesa Agropecuária do Pará -
FCS/LFDA-PA/CGAL

Gerência Estatística

Gabriel Barros de Oliveira - Núcleo de Programas Interlaboratoriais e Materiais de
Referência –PRIMAR/CDI/CGAL

Consultor ad hoc

Igor Renato Bertoni Olivares – Instituto de Química de São Carlos/USP

Laboratório executor

Laboratório de Fertilizantes e Corretivos - Laboratório Federal de Defesa Agropecuária de
São Paulo - FCS/SLAV-SP/LFDA-SP/CGAL

Eliezer Augusto Baeta de Oliveira (Responsável), (Responsável substituto) Flavia Consolini
(Responsável substituta), (Chefe SELAB) Henrique Paloschi Horta (Chefe SELAB/LFDA-
SP)

2. Parceria

Não se aplica.

3. Objetivos

O Programa de Ensaio de Proficiência (PEP) em análise de fertilizantes e corretivos tem como objetivos:

- atender aos requisitos da norma ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 referente à garantia da validade dos resultados para os ensaios em escopo nas unidades da área Fertilizantes, corretivos e Substratos (FCS);
- avaliar o desempenho individual dos laboratórios participantes para os ensaios propostos;
- monitorar continuamente o desempenho dos laboratórios participantes;
- proporcionar subsídios aos laboratórios para a identificação e solução de problemas analíticos;
- agregar valor ao controle de qualidade dos laboratórios participantes;
- prover confiança adicional aos clientes do laboratório.

4. Escopo

O programa de ensaio de proficiência descrito neste documento será composto por uma rodada.

O laboratório executor realizará a preparação e a avaliação dos itens de EP. A distribuição para todos os participantes ocorrerá no período estabelecido no cronograma.

Os participantes deverão analisar os itens de ensaio empregando os métodos de ensaio indicados e deverão reportar os resultados no prazo estabelecido no cronograma.

O provedor fará o tratamento estatístico dos resultados reportados e emitirá um relatório de desempenho dos participantes.

5. Critérios para participação

Laboratórios que realizam rotineiramente análises de fertilizantes e correlatos serão elegíveis à participação, seguindo as regras apresentadas a seguir, não ultrapassando um número máximo de 20 laboratórios por rodada e com inscrição gratuita.

Participação compulsória para os seguintes laboratórios:

- Laboratórios da rede LFDA (LFDA-SP, LFDA-GO, LFDA-PE, LFDA-PA);
- Laboratórios credenciados pelo MAPA.

Participação voluntária de outros laboratórios, nas vagas não ocupadas pela participação compulsória (aproximadamente 13). Neste caso, a prioridade para inscrição considerará as seguintes regras na ordem em que estão apresentadas:

Regra 1: Vínculo jurídico do laboratório

1º Laboratórios públicos;

2º Laboratórios de entidades sem fins lucrativos;

3º Laboratórios privados.

Regra 2: Número total de ensaios na matriz fertilizantes, constantes no escopo do laboratório e que coincidem com o escopo da rodada.

Regra 3: Ordem de inscrição.

Os laboratórios participantes deverão providenciar a retirada das amostras no LFDA-SP, pessoalmente ou por logística reversa, exceto para os LFDA que receberão os itens via remessa do MAPA.

6. Inscrições

A participação no Programa de Ensaio de Proficiência (PEP) em análise de fertilizantes e corretivos é GRATUITA.

Para os LFDA e laboratórios credenciados da área de Fertilizantes e Corretivos, a participação é compulsória. Outros laboratórios poderão se candidatar a vagas de participação voluntária que serão ofertadas.

Para o registro da inscrição, os laboratórios deverão preencher o formulário “Manifestação de interesse” disponibilizado eletronicamente nos canais de comunicação do MAPA. A seleção seguirá as regras de prioridade e condições apresentadas no item 5.

7. Cronograma

Rodada	Etapa	Período
Primeira 2025	Inscrição dos participantes	26/05 a 06/06/2025
	Seleção dos inscritos e comunicação do resultado da seleção aos participantes inscritos	09 a 20/06/2025
	Distribuição dos itens de ensaio aos participantes	A partir de 30/06/2025 até no máximo 10 dias antes do prazo de submissão dos resultados
	Submissão dos resultados pelos participantes	08/10/2025
	Emissão e distribuição do relatório preliminar	19/12/2025
	Recebimento de apelações	09/01/2026
	Emissão e distribuição do relatório final	19/01/2026

Este cronograma poderá sofrer alterações ao longo da rodada. Caso isso ocorra, os laboratórios participantes serão informados por e-mail.

8. Informações sobre os itens de ensaio

Serão ensaiados os seguintes itens abaixo:

- Fertilizante mineral para aplicação via solo: N total, P₂O₅ solúvel em CNA + H₂O, K₂O solúvel em água, Ca, Mg, S, B, Cu, Fe, Mn, Mo, Zn, Co, Ni, Cd, Cr, Pb, Hg e As.
- Fertilizante mineral para aplicação via foliar: Resíduo sólido, Condutividade elétrica, índice salino, pH em água, P₂O₅, S, Cu, Fe, Mn e Zn.

Os itens de ensaio serão preparados preferencialmente a partir de amostras de produtos coletados pelos Serviços de Fiscalização, de acordo com a disponibilidade de material e analisados de acordo com Manual de Métodos Analíticos Oficiais de Fertilizantes, Corretivos, Substratos, Condicionadores e remineralizadores de solo (Brasil, 2024).

Cada item de ensaio será composto de duas subamostras que terão identificação “A” e “B”.

A faixa de valores são aquelas próprias para produtos registrados e será indicada, se aplicável, na “Planilha de resultados rodada” encaminhada juntamente com os itens de ensaio. As faixas de valores são apenas indicativas, desta forma o valor verdadeiro convencional pode situar-se fora desta faixa.

A quantidade de ensaios em cada rodada poderá sofrer alteração de acordo com a matriz do item de ensaio a ser utilizado.

9. Distribuição e recebimento de itens de ensaio

Os itens de ensaio serão disponibilizados em saco plástico cristal, selados termicamente e identificados por rótulo contendo as informações: nome do programa, número da rodada, número da amostra. A distribuição dos itens será realizada em data previamente determinada, seguindo-se cronograma apresentado neste documento.

Os laboratórios participantes deverão providenciar a retirada das amostras no LFDA-SP, pessoalmente ou por logística reversa, exceto para os LFDA que receberão os itens via remessa do MAPA.

Os itens de ensaio devem ser manuseados e armazenados da mesma forma que as amostras ensaiadas rotineiramente, salvo orientação específica na “Planilha de resultados rodada” que será enviada por ocasião da remessa da amostra.

Ao receber o item de ensaio convém transferir quantitativamente para frasco de vidro ou plástico normalmente utilizado no laboratório para armazenamento de amostras e promover a homogeneização do material.

Em caso de perda ou dano dos itens de ensaio, o participante deve entrar em contato com o Provedor que irá avaliará possibilidade do envio de amostras de reposição.

10. Produtos e serviços providos externamente

Os serviços dos Correios e de transportadoras serão utilizados para logística de remessa dos itens aos participantes.

11. Realização dos ensaios

Os participantes deverão realizar os ensaios seguindo os métodos oficiais contidos no Manual de Métodos Analíticos Oficiais de fertilizantes, corretivos, substratos, condicionadores e remineralizadores de solo, disponível em: <https://wikisda.agricultura.gov.br/pt-br/Laborat%C3%B3rios/Metodologia/Fertilizantes/ManualFICVoll>

Os itens de ensaio devem ser tratados da mesma forma que as amostras de rotina, salvo orientações específicas enviadas.

Instruções específicas serão disponibilizadas no momento da entrega dos itens de ensaio.

Fontes potenciais de erros envolvidos na área do EP podem ser devido a problemas relacionados a: treinamento do analista, desempenho do equipamento (ajuste, manutenção ou calibração), uso de padrões ou materiais de referência inadequados, inobservância das condições ambientais da análise, homogeneização das amostras antes das pesagens, execução do método de ensaio, erro de unidade de medida ou diluição aplicada, erro de cálculo de resultados, falhas na transcrição de resultados.

12. Instruções para envio de resultados ao provedor

Os resultados que serão reportados pelos participantes devem representar os resultados individuais de cada uma das subamostras.

Os resultados deverão ser enviados pelos participantes, por meio de preenchimento de formulário próprio “Planilha de resultados rodada”. O arquivo deverá ser enviado conforme instruções disponibilizadas pelo provedor.

Os resultados deverão ser submetidos até a data limite estabelecida no cronograma.

13. Análise dos dados

Avaliação da homogeneidade

O teste de homogeneidade é o estudo executado para avaliar se a variabilidade das amostras pode ser considerada desprezível quando comparada à variabilidade do próprio método de ensaio.

A homogeneidade das amostras será avaliada com base no procedimento recomendado no Protocolo da IUPAC (Thompson et al., 2006).

Avaliação da estabilidade

A estabilidade é verificada para assegurar que as medições não mudaram durante o curso da rodada, garantindo que todos os participantes recebam itens de ensaio de proficiência comparáveis e que estes itens permaneçam estáveis durante o ensaio de proficiência.

A existência de estabilidade suficiente para o propósito do ensaio de proficiência será avaliada segundo a ISO 13528 (2022).

Atribuição do valor designado e sua incerteza

A estimativa do valor real (valor designado) é obtida por consenso por meio da mediana das vias individuais de cada laboratório participante, para cada um dos itens ensaiados.

Para realização da análise estatística proposta, o número mínimo de laboratórios com resultados válidos é 8 (oito).

Determinação do desvio padrão para avaliação da proficiência

A amplitude interquartílica normalizada é utilizada como desvio padrão, sendo obtida pela subtração entre o valor do 3º quartil do conjunto de dados e o valor do 1º quartil, multiplicada por 0,7413. O fator 0,7413 vem da distribuição normal padrão.

Multiplicar a amplitude interquartílica por este fator torna-o comparável ao desvio padrão (Chui et al., 2004).

14. Avaliação de desempenho

A análise estatística será realizada utilizando-se a técnica do escore Z (z-score), seguindo-se preferencialmente a estatística robusta.

O Escore Z será reportado e os desempenhos dos laboratórios serão classificados como: SATISFATÓRIO ($|z| \leq 2$), QUESTIONÁVEL ($2 < |z| < 3$) ou INSATISFATÓRIO ($|z| \geq 3$), para cada um dos ensaios.

A análise estatística de desempenho por consenso será realizada apenas para os parâmetros que tiverem no mínimo 8 participantes, com resultados válidos. Caso esse número não seja atendido, a avaliação de desempenho não será realizada.

O provedor poderá não reportar avaliação de desempenho caso o parâmetro tenha problemas significativos de homogeneidade e/ou estabilidade ou eventuais problemas técnicos. A justificativa estará descrita no relatório.

Caso o método utilizado pelo participante não esteja entre os indicados, seu resultado não será incluído no cálculo do valor designado e o desempenho do participante não será avaliado.

15. Relatórios

Ao final da rodada, o PRIMAR emitirá um relatório preliminar do ensaio de proficiência, o qual conterá, dentre outras informações, as seguintes:

- Descrição dos itens de ensaio, incluindo detalhes sobre sua preparação e avaliação da homogeneidade e estabilidade;
- Valores designados;
- Procedimentos utilizados para a análise estatística dos dados;
- Resultados dos participantes (identificados apenas por códigos);
- Dados estatísticos e sumários, incluindo o desempenho dos participantes;
- Comentários sobre o desempenho dos participantes.

O relatório será enviado por e-mail aos participantes. O PRIMAR garante a autenticidade dos dados no arquivo original enviado em formato pdf.

Os participantes terão 10 dias para encaminhar apelações, com os devidos embasamentos técnicos. Decorrido o prazo de apelações, o PRIMAR emitirá um relatório final do ensaio de proficiência.

O relatório é de uso restrito ao PRIMAR e aos laboratórios participantes. No caso dos laboratórios oficiais e credenciados que compõem a Rede de Laboratórios Federais de Defesa Agropecuária do Ministério da Agricultura e Pecuária (MAPA), os resultados e avaliações de desempenho poderão ser disponibilizados pelo PRIMAR em atendimento aos interesses do MAPA e seus órgãos.

Não é permitido o uso do relatório, ou de partes dele, pelo participante ou por alguém por ele autorizado, com fins promocionais ou publicitários.

16. Confidencialidade

A relação dos laboratórios participantes do Programa de Ensaio de Proficiência (PEP) em análise de fertilizantes e corretivos poderá ser apresentada no relatório, mas os resultados e avaliações de desempenho individuais serão mantidos confidenciais. Para isto, os laboratórios receberão uma identificação unívoca, constituída por códigos alfanuméricos, de conhecimento apenas da organização coordenadora e do respectivo participante.

Cada participante terá acesso apenas ao seu código identificador.

Os participantes podem optar por renunciar à confidencialidade dentro do programa para um propósito particular. Neste caso, faz-se necessária a comunicação por escrito à organização coordenadora.

Informações de natureza coletiva tais como procedimentos adotados na execução e operacionalização do ensaio, bem como interpretações dos resultados obtidos, poderão tornar-se públicas a qualquer tempo, inclusive em trabalhos científicos, preservando-se na divulgação a identidade do laboratório participante.

Os laboratórios oficiais (LFDA) e credenciados que compõem a Rede Nacional de Laboratórios Agropecuários do Ministério da Agricultura e Pecuária (MAPA) estão sujeitos à quebra da confidencialidade em atendimento aos interesses do MAPA e seus órgãos, independentemente de anuênciam.

17. Informações sobre falsificações

O PRIMAR orienta os participantes a realizarem as análises deste programa de forma verdadeiramente independente.

O PRIMAR adota as precauções pertinentes para prevenção de fraudes, garantindo a confidencialidade das informações. Os registros que contém valores designados são mantidos seguros, evitando a divulgação antecipada indevida.

Ainda que o PRIMAR, como instituição organizadora e coordenadora do estudo adote medidas cabíveis para prevenir falsificações de resultados, convém que os participantes sejam os responsáveis por evitá-las.

O participante deve comprometer-se em manter sigilo absoluto entre sua parte e demais participantes, não revelando quaisquer informações referentes a resultados encontrados nas medições dos itens de ensaio.

Caso haja suspeita de conluio ou falsificação, o PRIMAR poderá acionar as partes envolvidas e solicitar registros comprobatórios da realização dos ensaios.

Caso seja comprovado conluio entre participantes, estes serão notificados, os resultados apresentados serão desconsiderados e sua avaliação de desempenho não será relatada. Sanções legais e administrativas poderão ser aplicadas, conforme o caso, podendo incluir a exclusão do participante do programa.

18. Reclamações e apelações

Apelações, sugestões e reclamações consideradas pertinentes pelos laboratórios participantes deverão ser encaminhadas ao PRIMAR no e-mail primar@agro.gov.br, sendo que para apelações o prazo é de até 10 dias após a divulgação do relatório preliminar.

19. Informações complementares

Não aplicável.

20. Referências bibliográficas

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR ISO/IEC 17043:2024 – *Avaliação da conformidade – Requisitos gerais para a competência de provedores de ensaio de proficiência*. Rio de Janeiro: ABNT, 2024. 42 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 – *Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração*. Rio de Janeiro: ABNT, 2017. 32 p.

BRASIL. Portaria SDA/MAPA nº 1110 de 13 de maio de 2024. Manual de Métodos Analíticos Oficiais de fertilizantes, corretivos, substratos, condicionadores e remineralizadores de solo. disponível em: <https://wikisda.agricultura.gov.br/pt-br/Laborat%C3%B3rios/Metodologia/Fertilizantes/ManualFICVoll>.

CHUI, Q.S.H.; BISPO, J.M.A. & IAMASHITA, C.O. O papel dos programas interlaboratoriais para a qualidade dos resultados analíticos. Química Nova, v.27, n.6, p.993-1003, 2004.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. ISO 13528:2022 – *Statistical methods for use in proficiency testing by inter-laboratory comparison*. 3. ed. Genève: ISO, 2022. 93 p.

THOMPSON, M., ELLISON, S.L.R., WOOD, R. The International Harmonized Protocol For The Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories (IUPAC Technical Report) Pure Appl. Chem., Vol. 78, No. 1, pp. 145–196, 2006.

21. Anexos

Não se aplica.

22. Controle de alterações

Alterado no item 7, Cronograma, os prazos para submissão dos resultados pelos participantes (já informado anteriormente aos participantes), emissão e distribuição do relatório preliminar, recebimento de apelações e emissão e distribuição do relatório final.

Atualização das Referências bibliográficas, item 20.

Aprovação

Núcleo de Programas Interlaboratoriais e Materiais de Referência - PRIMAR/CDI/CGAL
Avenida Rômulo Joviano, S/N, Bairro Olaria – Telefone: (31) 3660-9615
CEP 33250-220 Pedro Leopoldo/MG
primar@agro.gov.br

**MINISTÉRIO DA
AGRICULTURA
E PECUÁRIA**

GOVERNO FEDERAL
BRASIL
UNIÃO E RECONSTRUÇÃO



Saiba mais sobre o LFDA:
<https://www.gov.br/agricultura/pt-br/assuntos/lfda>