

**PROTOCOLO
DE ENSAIO
DE PROFICIÊNCIA
OU COMPARAÇÃO
INTERLABORATORIAL**

**ENSAIO DE PROFICIÊNCIA EM ANÁLISE DE
FERTILIZANTES E CORRETIVOS – 2026
RODADA 1**

**MINISTÉRIO DA
AGRICULTURA
E PECUÁRIA**

GOVERNO FEDERAL
BRASIL
UNIÃO E RECONSTRUÇÃO

PROTOCOLO DO PEP

Data de vigência: 19/06/2026

**ENSAIO DE PROFICIÊNCIA EM ANÁLISE DE FERTILIZANTES E CORRETIVOS
RODADA 1, 2026****1. Organização e Coordenação**

PRIMAR

Setor de Materiais de Referência e Ensaio de Proficiência- PRIMAR/COGETEC/CGAL

Avenida Rômulo Joviano, S/N, Bairro Olaria - Pedro Leopoldo/MG - CEP 33250-220

primar@agro.gov.br**1.1 Equipe**Gerência Geral

Erick Soares Lins - Coordenação de Gestão e Inovação Científico-Tecnológica Laboratorial – COGETEC/CGAL/DTEC/SDA

Roseane Brandão de Brito - Setor de Materiais de Referência e Ensaio de Proficiência- SEMAP/COGETEC/CGAL

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 - Setor de Materiais de Referência e Ensaio de Proficiência- SEMAP/COGETEC/CGAL

Laboratórios executores

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), Flavia Consolini (Responsável substituta), Henrique Paloschi Horta (Chefe SELAB/LFDA-SP)

Laboratório de Fertilizantes e Corretivos - Laboratório Federal de Defesa Agropecuária de Goiás - FCS/LFDA-GO/CGAL

Aline Pereira Moraes (Responsável), Valter Ferreira Felix Bueno (Chefe DILAB/LFDA-GO)

Laboratório de Fertilizantes e Corretivos - Laboratório Federal de Defesa Agropecuária de Pernambuco - FCS/LFDA-PE

Lindomário Barros de Oliveira (Responsável), Aerlem Cynnara Silva Vieira (Chefe DILAB/LFDA-PE)

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 constantes no escopo das 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 dos laboratórios.

4. Escopo

O programa de ensaio de proficiência descrito neste documento será realizado em 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);
- 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.

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 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	11/05 a 12/06/2026
	Seleção dos inscritos e comunicação do resultado da seleção aos participantes inscritos	15 a 19/06/2026
	Distribuição dos itens de ensaio aos participantes	22/06 a 10/07/2026
	Submissão dos resultados pelos participantes	Até 11/09/2026
	Emissão e distribuição do relatório preliminar	Até 27/11/2026
	Recebimento de apelações	10 dias após o envio do relatório preliminar
	Emissão e distribuição do relatório final	20 dias após o envio do relatório preliminar

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 organomineral para aplicação no solo:** Umidade, N total, P₂O₅ total, Ca, K, Mg, S, micronutrientes, pH em CaCl₂ 0,01 mol/L, Carbono Orgânico, CTC, Ácidos Húmicos, Ácidos Fúlvicos, Cd, Pb, Ni e Hg.
- **Corretivo de acidez do solo:** CaO, MgO, Poder de neutralização, PRNT, Granulometria, Cd e Pb.
- **Remineralizador de solo:** Granulometria, K₂O total, CaO total, MgO total, Pb e pH de abrasão.

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 da rodada” encaminhada no momento da retirada dos 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 SLAV/LFDA-SP, pessoalmente ou por coleta agendada, exceto para os LFDA que receberão os itens via remessa do MAPA.

No ato do recebimento dos itens na sua instalação, o participante deverá inspecioná-los e imediatamente informar o recebimento e a sua condição por meio do preenchimento do formulário próprio disponibilizado pelo provedor.

Os itens de ensaio devem ser manuseados e armazenados da mesma forma que as amostras ensaiadas rotineiramente.

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.

O participante também deve seguir as orientações específicas para manuseio de cada amostra, as quais estarão descritas na “Planilha de resultados da rodada”, a ser encaminhada pelo provedor após confirmação da retirada das amostras.

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

10. Produtos e serviços providos externamente

Os serviços dos Correios e de transportadoras serão utilizados para transporte dos itens até os endereços dos laboratórios 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 informadas na “Planilha de resultados da rodada”.

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.

Caso o participante não realize o ensaio de um ou mais parâmetros, deverá reportar o resultado como “NR” (não realizado).

Os resultados deverão ser enviados pelos participantes, por meio de preenchimento do formulário “Planilha de resultados da rodada”, a qual será encaminhada pelo provedor após a retirada das amostras. Os participantes deverão seguir as orientações do provedor

para preenchimento e envio da planilha, e 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 designado será obtida por consenso utilizando-se a mediana dos resultados da média da duplicata (ou de um único valor reportado) do laboratório participante, para cada um dos parâmetros dos itens ensaiados.

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

Determinação do desvio padrão para avaliação da proficiência

O desvio padrão será a amplitude interquartílica normalizada, obtida pela subtração entre o valor do terceiro quartil e o primeiro quartil do conjunto de dados, multiplicada por 0,7413, derivado da distribuição normal padrão.

A multiplicação da amplitude interquartílica por este fator permite torná-la comparável ao desvio padrão convencional (Chui et al., 2004).

14. Avaliação de desempenho

A análise estatística será realizada utilizando-se a técnica do escore Z (z-score) ou, quando houver indicativo que a incerteza do valor designado, $u(x_{pt})$, pode impactar a avaliação de desempenho dos participantes, a avaliação de desempenho será realizada utilizando o escore z' (z' -score).

Como a estimativa do valor designado será realizada por consenso, se o número desses participantes for inferior a 18, $u(x_{pt})$ não atenderá ao critério de $u(x_{pt}) < 0,3 \sigma_{pt}$. Nesse caso, a incerteza $u(x_{pt})$ será levada em consideração na avaliação de desempenho dos participantes, utilizando a abordagem do escore z' .

O escore z ou z' será reportado e os desempenhos dos laboratórios serão classificados como: SATISFATÓRIO ($|z$ ou $z'| \leq 2$), QUESTIONÁVEL ($2 < |z$ ou $z'| < 3$) ou INSATISFATÓRIO ($|z$ ou $z'| \geq 3$), 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.

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 anuência.

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 se aplica.

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.

AUSTRALIA. Department of Industry, Innovation and Science. *Statistical manual: chemical proficiency testing*. North Ryde: National Measurement Institute, 2019. Disponível em: https://www.industry.gov.au/sites/default/files/2019-07/cpt_statistical_manual.pdf. Acesso em: 23 abr. 2026.

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. *Quimica 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

- Item 8:

Fertilizante organomineral para aplicação no solo: inclusão dos parâmetros umidade, Ni e Hg.
Remineralizador de solo: exclusão do parâmetro Cd e inclusão dos parâmetros granulometria e pH de abrasão.

Aprovação



Setor de Materiais de Referência e Ensaio de Proficiência - SEMAP/COGETEC/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>