

# O COMPORTAMENTO DOS MÉTODOS OFICIAIS DE ANÁLISE QUÍMICA DE FERTILIZANTES (N, P, K) NO BRASIL

J.C. Alcarde (1)

F. Pimentel Gomes (1)

## INTRODUÇÃO

Recentemente, a legislação brasileira sobre o comércio de fertilizantes e corretivos foi reformulada e atualizada, através da Lei N.º 6138, de 08/11/1974, e do Decreto N.º 75.583, de 09/04/1975 (BRASIL, MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, 1975); a partir daí o poder público brasileiro vem se dedicando a ampliar e dinamizar a fiscalização do comércio desses produtos.

A inspeção da qualidade dos fertilizantes fundamenta-se em análise física e, principalmente, química; por esse motivo a nova legislação preocupou-se em adotar e descrever os métodos de análise que passaram a ser oficiais no Brasil, através da Portaria N.º 308, de 28/05/1975. A legislação anterior indicava como metodologia padrão a descrita no clássico «OFFICIAL METHODS OF ANALYSIS of the Association of Official Analytical Chemists» dos Estados Unidos, mas sua observância não era obedecida e os métodos efetivamente usados diferiam entre os laboratórios. Assim, a medida serviu principalmente para enfatizar a necessidade de padronizar a metodologia de análise.

Os métodos de análise de fertilizantes adotados como padrões pela legislação brasileira são, fundamentalmente, e, nem poderiam deixar de ser, os mesmos da **Association of Official Analytical Chemists** dos Estados Unidos, os quais são considerados extra-oficialmente como padrões internacionais.

---

(1) Escola Superior de Agricultura «Luiz de Queiroz», USP, Piracicaba.

Para a determinação do nitrogênio total foram adotados dois métodos: o do ácido salicílico e o da liga de Raney. O método do ácido salicílico é o método Kjeldahl destinado às amostras que encerrem nitrogênio nítrico; o método da liga de Raney apresenta diversas vantagens sobre o método do ácido salicílico, apesar de exigir certas condições controladas mais rigorosamente e de, na época, a maioria dos laboratórios brasileiros apresentarem ainda pouca experiência na sua execução.

Para a determinação do fósforo, em qualquer das suas formas, ou seja total, solúvel em água, ou solúvel em solução de ácido cítrico a 2%, o método adotado foi o gravimétrico do fosfomolibdato de quinolina ou método do «quimociac» como é comumente conhecido; o método colorimétrico do ácido molibdo-vanadofosfórico não foi adotado em virtude da influência que sofre do ácido cítrico e por ser um método instrumental, que, por sua vez, exige analista mais especializado e experimentado.

Para a determinação do potássio foram adotados dois métodos: o volumétrico, do tetrafenilborato de sódio (TFBS), e o fotométrico de chama. O método volumétrico do TFBS, bastante complexo e trabalhoso, exige analista categorizado. O método fotométrico de chama é um método simplificado no Brasil (CATANI, GLÓRIA & ROSSETO, 1965), que suprimiu o uso de resina para a eliminação de interferentes, o que torna bastante simples o preparo do extrato destinado à leitura fotométrica; é um extrato simplesmente aquoso.

O comportamento de um método químico em diferentes laboratórios depende de uma série de fatores, como: qualidade dos reagentes, qualidade dos materiais volumétricos e dos equipamentos, da execução correta de suas técnicas e da capacidade dos analistas, além de outros. Desde 1973, portanto antes da reforma da legislação brasileira sobre o comércio de fertilizantes, a Associação Nacional para Difusão de Adubos (ANDA), que congrega e representa a maioria das indústrias brasileiras do setor, preocupou-se com o comportamento da metodologia de análise de fertilizantes, razão pela qual, desde aquela data, mantém uma atividade denominada «Programa Interlaboratorial de Controle de Qualidade», com a participação de laboratórios de indústrias de fertilizantes e oficiais de fiscalização, os quais mensalmente analisam amostras especialmente preparadas («amostras padrões»).

O objetivo do presente trabalho foi, dentro desse Pro-

grama Interlaboratorial, determinar a grandeza da variação dos métodos oficiais adotados no Brasil, de análise para N, P e K, de fertilizantes.

### MATERIAL E MÉTODOS

O material constou de 12 amostras de misturas de fertilizantes, preparadas duas a duas, mensalmente, em laboratórios, a partir de fertilizantes simples comerciais, pelo Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT), de São Paulo, Brasil. Foram preparados 2 quilogramas de cada amostra, que constou de homogeneização e moagem dos componentes até passagem completa por peneira n.º 80; posteriormente foram separadas, por quarteação, porções de aproximadamente 100g, acondicionadas em sacos plásticos, fechados hermeticamente com equipamento mecânico apropriado, e distribuídas aos laboratórios, em número de 20. As 12 amostras foram preparadas de maneira a se obterem três grupos de 4 amostras com baixo teor (menor do que 10%), médio teor (de 10% a 20%) e alto teor (maior do que 20%) de cada nutriente, isto é, de N,  $P_2O_5$  e  $K_2O$ . A composição dessas amostras está descrita no quadro I.

**QUADRO I - Composição das misturas de fertilizantes usadas no estudo interlaboratorial.**

Mistura	N		Fórmula $P_2O_5$		$K_2O$
1	08	—	12	—	16
2	04	—	21	—	21
3	12	—	16	—	12
4	16	—	08	—	26
5	21	—	26	—	04
6	26	—	04	—	08
7	06	—	17	—	17
8	09	—	22	—	22
9	15	—	15	—	15
10	12	—	04	—	25
11	22	—	23	—	05
12	24	—	08	—	05

Os métodos utilizados foram os oficiais da legislação brasileira para a determinação do nitrogênio total, fósforo solúvel em água, fósforo solúvel em solução de ácido cítrico a 2% (relação 1:100) e potássio «solúvel» (BRASIL, MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, 1975); apenas não foi utilizado o método fotométrico de chama para a determinação do potássio porque poucos laboratórios possuíam o instrumento necessário.

## RESULTADOS OBTIDOS E DISCUSSÃO

### Nitrogênio total pelo método do ácido salicílico

Houve dados completos para 15 laboratórios. A análise da variância está mostrada no quadro II.

**QUADRO II - Análise da variância dos resultados da determinação do nitrogênio total, pelo método do ácido salicílico, obtidos por 15 laboratórios.**

Causa da Variação	G.L.	Q.M.	F
Laboratórios	14	0,5337	4,72*
Amostras	11	805,6488	7.123,33*
Resíduos	154	0,1131	

Média Geral = 14,58

Desvio padrão = 0,336

Coef. de variação = 2,30%

A diferença mínima significativa, ao nível de 5% de probabilidade, foi  $\Delta = 0,474$ . Com  $t = 2,00$ , o intervalo de confiança para uma análise em um laboratório teria, ao nível de 95% de probabilidade, amplitude de 1,34%.

Selecionando os laboratórios que apresentaram desempenho mais adequado, o estudo estatístico apresentou os resultados descritos no quadro III. Com os dados desses laboratórios foram obtidas as equações de regressão (1) e (2) para o cálculo do erro experimental (E) ou da variância experimental (V), respectivamente, a partir do teor médio do nutriente na amostra. Cada valor de  $r$  tem 4 graus de liberdade, neste e nos casos seguintes.

$$E = 0,1861 + 0,0067 X \quad r = 0,760 \quad (1)$$

$$V = 0,02596 + 0,004005 X \quad r = 0,785 \quad (2)$$

**QUADRO III - Estudo estatístico dos resultados da determinação do nitrogênio total pelo método do ácido salicílico obtidos por laboratórios selecionados, em números indicados entre parênteses.**

Teor de Nitrogênio	(N)	Média (%)	s	C.V. %	F
Baixo	(9)	6,74	0,226	3,35	2,43*
Médio	(7)	13,83	0,262	1,89	1,62
Alto	(10)	23,28	0,331	1,42	2,30*

s = desvio padrão; C.V. = coef. de variação; F = teste de significância para laboratórios; \* = significativo ao nível de 5% de probabilidade.

A partir da equação (1) foram calculados os erros experimentais e as amplitudes dos intervalos de confiança em função do teor de nitrogênio na amostra, os quais estão descritos no quadro IV.

**QUADRO IV - Valores do erro experimental (E) e da amplitude do intervalo de confiança (I.C.) para o método do ácido salicílico na determinação do nitrogênio total, em função do teor de nitrogênio total contido na amostra.**

Teor de Nitrogênio (%N) (X)	Erro experimental (E)	Amplitude do intervalo de confiança (I.C.) (%)
5,0	0,214	0,858
10,0	0,257	1,028
15,0	0,293	1,172
20,0	0,326	1,304
25,0	0,355	1,420

### Nitrogênio total pelo método da liga de Raney

Houve dados completos para 10 laboratórios. A análise da variância está mostrada no quadro V.

A diferença mínima significativa, ao nível de 5% de probabilidade, foi  $\Delta = 0,538$ . Com  $t = 2,00$ , o intervalo de confiança para uma análise em um laboratório teria, ao nível de 95% de probabilidade, amplitude de 1,63%.

**QUADRO V - Análise da variância dos resultados da determinação do nitrogênio total pelo método da liga de Raney obtidos por 10 laboratórios.**

Causa da Variação	G.L.	Q.M.	F
Laboratórios	9	0,2832	1,71
Amostras	11	541,7451	3.277,34**
Resíduo	99	0,1653	

Média Geral = 14,81      Desvio padrão = 0,407      Coef. de variação = 2,75%.

Selecionando os laboratórios que apresentaram desempenho mais adequado, o estudo estatístico apresentou os resultados descritos no quadro VI. Com os dados desses laboratórios foram obtidas as equações de regressão (3) e (4) para o cálculo do erro experimental (E) ou da variância experimental (V), respectivamente, a partir do teor médio do nutriente na amostra.

$$E = 0,05825 + 0,011035 X \quad r = 0,751 \quad (3)$$

$$V = 0,01871 + 0,005308 X \quad r = 0,731 \quad (4)$$

**QUADRO VI - Estudo estatístico dos resultados de determinação do nitrogênio total pelo método da liga de Raney obtidos por laboratórios selecionados, em números indicados entre parênteses.**

Teor de Nitrogênio	(N)	Média	s	C.V. (%)	F
Baixo	(6)	6,81	0,147	2,16	1,90
Médio	(7)	13,96	0,225	1,61	1,41
Alto	(7)	23,47	0,227	1,18	2,47

s = desvio padrão; C.V. = coef. de variação; F = teste de significância ao nível de 5% de probabilidade.

A partir da equação (3) foram calculados os erros experimentais e as amplitudes dos intervalos de confiança em função do teor de nitrogênio na amostra, os quais estão descritos no quadro VII.

**QUADRO VII - Valores do erro experimental (E) e da amplitude do intervalo de confiança (I.C.) para o método da liga de Raney na determinação do nitrogênio total, em função do teor de nitrogênio total contido na amostra.**

Teor de Nitrogênio (% N)	Erro experimental (E)	Amplitude do intervalo de confiança (I.C.) (%)
5,0	0,088	0,352
10,0	0,185	0,740
15,0	0,247	0,988
20,0	0,296	1,184
25,0	0,338	1,352

#### **Fósforo solúvel em água pelo método do «quimociac»**

Houve dados completos para 15 laboratórios. A análise da variância está mostrada no quadro VIII.

A diferença mínima significativa, ao nível de 5% de probabilidade, foi  $\Delta = 0,538$ . Com  $t = 2,00$ , o intervalo de confiança para uma análise em um laboratório teria, ao nível de 95% de probabilidade, amplitude de 1,28%.

**QUADRO VIII - Análise da variância dos resultados da determinação do fósforo solúvel em água pelo método do «Quimociac» obtidos por 15 laboratórios.**

Causa da Variação	G.L.	Q.M.	F
Laboratórios	14	0,6499	6,35**
Amostras	11	691,9288	6.763,72**
Resíduo	153	0,1023	

Média Geral = 13,04      Desvio padrão = 0,320      Coef. de variação = 2,45%

Selecionando os laboratórios que apresentaram comportamento mais adequado, em número de 12, o estudo estatístico apresentou os resultados descritos no quadro IX. Com os dados desses laboratórios foram obtidas as equações de regressão (5) e (6) para o cálculo do erro experimental (E) ou da

variância experimental (V), respectivamente, a partir do teor médio do nutriente na amostra.

$$E = 0,1550 + 0,002085 X \quad r = 0,267 \quad (5)$$

$$V = 0,02853 + 0,000560 X \quad r = 0,190 \quad (6)$$

**QUADRO IX - Estudo estatístico dos resultados da determinação do fósforo solúvel em água pelo método do «Quilmociac» obtidos por laboratórios selecionados, em números indicados entre parênteses.**

Teor de fósforo (P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ) solúvel em água		Média (%)	s	C.V. (%)	F
Baixo	(12)	5,39	0,153	2,84	2,74*
Médio	(12)	13,08	0,238	1,82	1,25
Alto	(12)	20,85	0,201	0,96	1,57

s = desvio padrão; C.V. = coef. de variação; F = teste de significância ao nível de 5% de probabilidade.

A partir da equação (5) foram calculados os erros experimentais e as amplitudes dos intervalos de confiança em função do teor de fósforo na amostra, os quais estão descritos no quadro X.

**QUADRO X - Valores do erro experimental (E) e da amplitude do intervalo de confiança (I.C.) para o método do «Quilmociac» na determinação do fósforo solúvel em água, em função do teor de fósforo solúvel em água contido na amostra.**

Teor de fósforo solúvel em água (% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ) (X)	Erro experimental (E)	Amplitude do intervalo de confiança (I.C.) (%)
5,0	0,177	0,708
10,0	0,185	0,740
15,0	0,192	0,766
20,0	0,199	0,796
25,0	0,206	0,824



**Fósforo solúvel em solução de ácido cítrico a 2% (relação 1:100) pelo método do «quimociac»**

Houve dados completos para 15 laboratórios. A análise da variância está mostrada no quadro XI.

A diferença mínima significativa, ao nível de 5% de probabilidade, foi  $\Delta = 0,546$ . Com  $t = 2,00$ , o intervalo de confiança para uma análise em um laboratório teria, ao nível de 95% de probabilidade, amplitude de 1,55%.

**QUADRO XI - Análise da variância dos resultados da determinação do fósforo solúvel em solução de ácido cítrico a 2% (relação 1:100) pelo método do «Quimociac» obtidos por 15 laboratórios.**

Causa da Variação	G.L.	Q.M.	F
Laboratórios	14	0,2571	1,71
Amostras	11	872,3164	5.799,98**
Resíduo	154	0,1504	

Média Geral = 15,126      Desvio padrão = 0,388      Coef. de variação = 2,56%

**QUADRO XII - Estudo estatístico dos resultados da determinação do fósforo solúvel em solução de ácido cítrico a 2% (relação 1:100) pelo método do «Quimociac», obtidos por laboratórios selecionados, em números indicados entre parênteses.**

Teor de fósforo (P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ) solúvel em ác. cítrico	Média	s	C.V. (%)	F
Baixo (13)	6,18	0,142	2,30	1,39
Médio (13)	15,61	0,224	1,43	1,17
Alto (14)	23,50	0,273	1,16	1,25

s = desvio padrão; C.V. = coef. de variação; F = teste de significância ao nível de 5% de probabilidade.

Selecionando os laboratórios que apresentaram comportamento mais adequado, o estudo estatístico apresentou os resultados descritos no quadro XII. Com os dados desses laboratórios foram obtidas as equações de regressão (7) e (8) para o cál-

culo do erro experimental (E) ou da variância experimental (V), respectivamente, a partir do teor médio do nutriente na amostra.

$$E = 0,0650 + 0,00918 X \quad r = 0,909 \quad (7)$$

$$V = 0,002210 + 0,003238 X \quad r = 0,918 \quad (8)$$

A partir da equação (7) foram calculados os erros experimentais e as amplitudes dos intervalos de confiança em função do teor de fósforo na amostra, os quais estão descritos no quadro XIII.

**QUADRO XIII - Valores do erro experimental (E) e da amplitude do Intervalo de confiança (I.C.) para o método do «Quimociac» na determinação do fósforo solúvel em solução de ácido cítrico a 2% (relação 1: 100), em função do teor de fósforo solúvel nesse extrator contido na amostra.**

Teor de fósforo solúvel em ácido cítrico (% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ) (X)	Erro experimental (E)	Amplitude do intervalo de confiança (I.C.) (%)
5,0	0,135	0,540
10,0	0,186	0,744
15,0	0,225	0,900
20,0	0,259	1,036
25,0	0,288	1,152

### **Potássio «solúvel» pelo método volumétrico do tetrafenilborato de sódio (TFBS)**

Houve dados completos para 12 laboratórios. A análise da variância está mostrada no quadro XIV.

Não houve diferença significativa entre os laboratórios, o que se deve, aparentemente, a escassa precisão dos dados. Com  $t = 2,00$ , o intervalo de confiança para uma análise em um laboratório teria, ao nível de 95% de probabilidade, amplitude de 1,91%.

Selecionando os laboratórios que apresentaram comportamento mais adequado, o estudo estatístico apresentou os resultados descritos no quadro XV. Com os dados desses laboratórios foram obtidas as equações de regressão (9) e (10) para o cálculo do erro experimental (E) ou da variância experimental (V), respectivamente, a partir do teor médio do nutriente na amostra.

$$E = 0,0883 + 0,00956 X \quad r = 0,895 \quad (9)$$

$$V = 0,005234 + 0,004357 X \quad r = 0,865 \quad (10)$$

A partir da equação (9) foram calculados os erros experimentais e as amplitudes dos intervalos de confiança em função do teor de potássio na amostra, os quais estão descritos no quadro XVI.

**QUADRO XIV - Análise da variância dos resultados da determinação do potássio «solúvel» pelo método do TFBS obtidos por 12 laboratórios.**

Causa da Variação	G.L.	Q.M.	F
Laboratórios	11	0,4923	0,540
Amostras	11	712,3301	780,81 **
Resíduo	121	0,9123	

Média Geral = 14,708      Desvio padrão = 0,955      Coef. de variação = 6,49%

Os intervalos de confiança apresentados pelos métodos estudados, conforme mostrados nos Quadros IV, VII, X, XIII e XVI podem ser considerados razoáveis e aceitáveis. QUACKENBUSH, RUND & MILES (1966) desenvolveram trabalho semelhante nos Estados Unidos, que serviu de base para o estabelecimento das tolerâncias admitidas entre os teores garantidos e encontrados nos fertilizantes (A.A.P.F.C.O., 1976), obtendo as equações (11), (12) e (13) para as variâncias experimentais nos métodos de determinação do nitrogênio total, fósforo «disponível» e potássio «solúvel», respectivamente; apesar de, neste caso, não ter havido discriminação do método utilizado, embora tenham sido empregados os métodos oficiais adotados pela **Association of Official of Analytical Chemists** dos Estados Unidos, estas equações proporcionam valores para o erro experimental e para a amplitude de intervalo de confiança muito aproximados dos obtidos no presente trabalho, conforme pode ser apreciado no quadro XVII.

$$V = 0,02941 + 0,003098 X \quad (11)$$

$$V = 0,06458 + 0,0011430 X \quad (12)$$

$$V = 0,034426 + 0,004739 X \quad (13)$$

**QUADRO XV - Estudo estatístico dos resultados da determinação do potássio «solúvel» pelo método volumétrico de TFBS, obtidos por laboratórios selecionados, em números indicados entre parênteses.**

Teor de potássio (K <sub>2</sub> O)	Média (%)	s	C.V. (%)	F
Baixo (9)	5,54	0,135	2,44	1,86
Médio (8)	14,97	0,244	1,63	0,862
Alto (8)	23,39	0,297	1,27	2,16

s = desvio padrão; C.V. = coef. de variação; F = teste de significância ao nível de 5% de probabilidade.

**QUADRO XVI - Valores do erro experimental (E) e da amplitude do intervalo de confiança (I.C.) para o método volumétrico do TFBS na determinação do potássio «solúvel» em função do teor de potássio «solúvel» contido na amostra.**

Teor de potássio (% K <sub>2</sub> O) (X)	Erro experimental (E)	Amplitude do intervalo de confiança (I.C.) (%)
5,0	0,129	0,516
10,0	0,196	0,784
15,0	0,245	0,980
20,0	0,286	1,144
25,0	0,322	1,288

Em vista disso os intervalos de confiança foram calculados para um maior número de diferentes teores dos nutrientes, os quais estão descritos no quadro XVIII.

Apesar de ter havido uma seleção dos laboratórios «a posteriori», ela não foi rigorosa e, num trabalho dessa natureza, não se deveria realmente utilizar toda a população de laboratórios. Mas, por esse motivo e pelo fato de se ter empregado um número relativamente pequeno de amostras para cada nível dos nutrientes, os resultados deste trabalho são considerados preliminares, uma vez que o mesmo estudo está sendo novamente desenvolvido, melhor delineado do ponto de vista estatístico.

**QUADRO XVII - Grandeza do erro experimental (E) e comprimento do intervalo de confiança (I.C.) dos métodos de análise de fertilizantes (N, P, K) no Brasil e nos Estados Unidos.**

Métodos	Teor baixo = 5,0%						Teor médio = 15,0%						Teor alto = 25%					
	Brasil		E.U.A.*		Brasil		E.U.A.*		Brasil		E.U.A.*		Brasil		E.U.A.*			
	E	I.C.	E	I.C.	E	I.C.	E	I.C.	E	I.C.	E	I.C.	E	I.C.	E	I.C.		
N total - Ác. salicílico	0,214	0,856	0,212	0,848	0,293	1,172	0,275	1,100	0,355	1,420	0,327	1,308	0,327	1,308	0,327	1,308		
N total - Liga de Raney	0,088	0,352	0,212	0,848	0,247	0,988	0,275	1,100	0,338	1,352	0,327	1,308	0,327	1,308	0,327	1,308		
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> - Sol. água - Quimociac	0,177	0,708	0,265	1,060	0,192	0,768	0,286	1,144	0,206	0,824	0,305	1,220	0,305	1,220	0,305	1,220		
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> - Sol. ác. c/itr. - Quimociac	0,135	0,540	0,265	1,060	0,225	0,900	0,286	1,144	0,288	1,152	0,305	1,220	0,305	1,220	0,305	1,220		
K <sub>2</sub> O	0,129	0,516	0,241	0,964	0,245	0,980	0,325	1,300	0,322	1,288	0,391	1,564	0,391	1,564	0,391	1,564		

\* Não discrimina o método analítico.

**QUADRO XVIII - Amplitude dos intervalos de confiança dos métodos de análise química de fertilizantes (N, P, K), em função do teor de cada nutriente.**

Teor %	Intervalos de Confiança						K <sub>2</sub> O	TFBS
	N total		P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (Quimociac)		Solúvel em ácido cítrico (1:100)			
	Ác. Salicífico	Liga de Raney	Solúvel em água					
4	0,820	0,200	0,702	0,490	0,442	0,442	0,442	
6	0,894	0,458	0,714	0,588	0,578	0,578	0,578	
8	0,964	0,616	0,725	0,670	0,688	0,688	0,688	
10	1,028	0,742	0,738	0,742	0,784	0,784	0,784	
12	1,088	0,848	0,750	0,810	0,868	0,868	0,868	
14	1,146	0,944	0,762	0,872	0,944	0,944	0,944	
16	1,200	1,030	0,774	0,928	1,016	1,016	1,016	
18	1,252	1,108	0,786	0,984	1,082	1,082	1,082	
20	1,302	1,182	0,798	1,034	1,144	1,144	1,144	
22	1,350	1,252	0,808	1,084	1,204	1,204	1,204	
24	1,398	1,320	0,820	1,130	1,260	1,260	1,260	
26	1,442	1,382	0,430	1,176	1,314	1,314	1,314	

## CONCLUSÕES

Apesar do estudo estatístico, referente a todos os laboratórios participantes do programa, ter mostrado diferenças significativas entre os laboratórios e amplitudes relativamente grandes para os intervalos de confiança, após a seleção dos laboratórios que apresentaram desempenho mais adequado, houve estreitamento dos intervalos de confiança, obtendo-se valores que podem ser considerados normais num trabalho dessa natureza.

## RESUMO

Os métodos de análise de N,  $P_2O_5$  e  $K_2O$  em fertilizantes, adotados como padrões pela legislação brasileira, foram estudados dentro de um programa interlaboratorial amplo, contando com a maioria dos laboratórios de indústrias e de fiscalização de fertilizantes, com o objetivo de determinar a grandeza da variação dos resultados obtidos.

Foram distribuídas 12 amostras de misturas de fertilizantes, preparadas duas a duas, mensalmente em laboratório, a partir de fertilizantes simples comerciais, de maneira a se obterem três grupos de 4 amostras: com baixo teor (menor do que 10%), médio teor (de 10 a 20%) e alto teor (maior do que 20%) de cada nutriente, isto é, N,  $P_2O_5$  e  $K_2O$ .

O estudo estatístico, abrangendo todos os laboratórios participantes, mostrou diferenças significativas entre os laboratórios, e as amplitudes dos intervalos de confiança foram relativamente grandes. Mas, após a seleção dos laboratórios considerados mais recomendáveis, houve estreitamento dos intervalos de confiança, obtendo-se valores que podem ser considerados normais num trabalho dessa natureza.

## SUMMARY

The methods for determining N,  $P_2O_5$  and  $K_2O$  in fertilizers, adopted as standards by Brazilian legislation, were studied in extensive interlaboratorial program, with the cooperation of industrial and inspection fertilizer laboratories of Southern States of Brazil, with the objective of studying their magnitude of variation.

Twelve samples of fertilizer mixtures were used, in three groups of four, with low percentage (less than 10%), medium percentage (between 10 and 20%) and high percentage (greater than 20%) of each nutrient, that is, N,  $P_2O_5$  or  $K_2O$ .

The statistical analyses of data including all laboratories show significant differences among them in some cases, and the magnitude of confidence intervals is relatively large. But when a selection of laboratories is made, with the exclusion of those not well equipped or managed, narrower confidence intervals were obtained, with results which can be accepted as good in this type of work.

#### LITERATURA CITADA

- A.A.P.F.C.O., 1976. Official Publication n.º 29, Association of American Plant Food Control Officials, Missouri, EUA. 157p.
- BRASIL, MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, 1975. Portaria n.º 308 de 28-03-1975. Diário Oficial da União de 26-06-1975, p.7687.
- CATANI, R.A., N.A. GLÓRIA & A.J. ROSSETO, 1965. Determinação do potássio em fertilizantes por fotometria de chama de emissão. **Anais Esc. Sup. de Agric. «Luz de Queiroz»**, 22: 12-25.
- QUACKENBUSH, F.W., R.C. RUND & S.R. MILES, 1966. Laboratory variation in the analysis of fertilizers. **Journ. Assoc. Off. Anal. Chemists** 49(5): 915-945.