



UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA
FACULDADE DE AGRONOMIA E MEDICINA VETERINÁRIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM AGRONOMIA

**ANÁLISE DE DADOS DA FISCALIZAÇÃO DE FERTILIZANTES
(2008 – 2010) COMO SUBSÍDIO PARA O ESTABELECIMENTO DE
NOVOS PARÂMETROS DE TOLERÂNCIA**

MARIANA COELHO DE SENA

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO EM AGRONOMIA

BRASÍLIA/DF
JUNHO/2012



UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA
FACULDADE DE AGRONOMIA E MEDICINA VETERINÁRIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM AGRONOMIA

**ANÁLISE DE DADOS DA FISCALIZAÇÃO DE FERTILIZANTES
(2008 – 2010) COMO SUBSÍDIO PARA O ESTABELECIMENTO DE
NOVOS PARÂMETROS DE TOLERÂNCIA**

MARIANA COELHO DE SENA

ORIENTADOR: TAIRONE PAIVA LEÃO
CO-ORIENTADOR: GEORGE FREITAS VON BORRIES

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO EM AGRONOMIA

PUBLICAÇÃO: 51/2012

BRASÍLIA/DF
JUNHO/2012



UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA
FACULDADE DE AGRONOMIA E MEDICINA VETERINÁRIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM AGRONOMIA

**ANÁLISE DE DADOS DA FISCALIZAÇÃO DE FERTILIZANTES
(2008 – 2010) COMO SUBSÍDIO PARA O ESTABELECIMENTO DE
NOVOS PARÂMETROS DE TOLERÂNCIA**

MARIANA COELHO DE SENA

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO SUBMETIDA AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM AGRONOMIA, COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS À OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM AGRONOMIA.

APROVADA POR:

TAIRONE PAIVA LEÃO, Doutor, Professor Adjunto.

(Faculdade de Agronomia e Medicina Veterinária - Universidade de Brasília - UnB)

(ORIENTADOR) e-mail: tleao@unb.br

SEBASTIÃO ALBERTO DE OLIVEIRA, Doutor, Professor Associado.

(Faculdade de Agronomia e Medicina Veterinária - Universidade de Brasília - UnB)

(EXAMINADOR INTERNO) e-mail: oliveira@unb.br

OSIRIS TURNES, Doutora, Professora Aposentada.

(Departamento de Estatística – Universidade de Brasília – UnB)

(EXAMINADOR EXTERNO) e-mail: osiris@unb.br

BRASÍLIA/DF, 30 de junho de 2012.

FICHA CATALOGRÁFICA

Sena, Mariana Coelho de

Análise de dados da fiscalização de fertilizantes (2008-2010) como subsídio para o estabelecimento de novos parâmetros de tolerância / por Mariana Coelho de Sena. 2012

93 f.; il.

Orientador: Tairone Paiva Leão

Dissertação (mestrado) – Universidade de Brasília, Faculdade de Agronomia e Medicina Veterinária, 2012.

REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

SENA, M. C. Análise de dados da fiscalização de fertilizantes (2008-2010) como subsídio para o estabelecimento de novos parâmetros de tolerância. Brasília:

Faculdade de Agronomia e Medicina Veterinária, Universidade de Brasília, 2012, 93 f.

Dissertação de Mestrado.

CESSÃO DE DIREITOS

NOME DO AUTOR: Mariana Coelho de Sena

TÍTULO DA DISSERTAÇÃO: Análise de dados da fiscalização de fertilizantes (2008-2010) como subsídio para o estabelecimento de novos parâmetros de tolerância.

GRAU: Mestre

ANO: 2012

É concedida à Universidade de Brasília de Brasília permissão para reproduzir cópias desta dissertação de mestrado para única e exclusivamente propósitos acadêmicos e científicos. O autor reserva para si os outros direitos autorais, de publicação. Nenhuma parte desta dissertação de mestrado pode ser reproduzida sem a autorização por escrito do autor. Citações são estimuladas, desde que citada a fonte.

Nome: Mariana Coelho de Sena

Email: maripacata@gmail.com

*Ao “Seu Tota” e a todos aqueles
que um dia, como ele, acreditaram
em mim.*

AGRADECIMENTOS

A Deus, por mais uma oportunidade.

Aos meus pais, Bernardino e Maria, por aceitarem a difícil missão de me educar, por fazerem de mim uma pessoa melhor e por todo o apoio. Logístico, inclusive.

À minha irmã, Natália, pelos algarismos significativos, por conferir dados de especiação iônica (de madrugada!), pelas horas e horas de ajuda com gráficos e apresentações... Enfim, sem você teria sido muito mais difícil.

Ao Welmo, pela infinita paciência, pela calma e tranquilidade com que lida com tudo e que me serve de exemplo. Pelos momentos de descontração. Por tudo e mais um pouco!

Ao Prof. Tairone, por aceitar me orientar em condições tão adversas, pela paciência, pelos ensinamentos, pelo apoio, pela dedicação.

Ao Prof. George, por aceitar nos ajudar, pelo esforço em arranjar tempo para esse trabalho, pela paciência e pelos ensinamentos.

À Prof. Osiris, por toda a ajuda e preocupação. Professora, se algum dia eu tiver metade da sua empolgação e ânimo, com certeza serei uma pessoa melhor.

Ao Prof. Sebastião por aceitar fazer parte da banca, por apoiar a realização desse trabalho e pelas contribuições.

Ao Sr. Diretor do Departamento de Fiscalização de Insumos Agrícolas do MAPA, Girabis Ramos, por possibilitar a realização desse trabalho.

Aos colegas-chefes Hideraldo e Rubim, pelo apoio e pelas discussões. Aos colegas Silvio, Laucir, Trombeta e Bicca, por acreditarem tanto nesse trabalho. Às colegas Nildimar, Crisangela, Greice e Loulou pelo apoio antes e durante o mestrado. Ao colega Nanshiu pelo apoio técnico. Aos colegas Fernando Carvalho e Gilmartim Santos pelo envio de material. Ao colega José Otávio pelo envio de material e pelas discussões (foram fundamentais). Ao colega Angelo Maurício pelos esclarecimentos concernentes à área de laboratório. A todos os colegas que atuam na área de fertilizantes do MAPA.

Aos Professores, Jader, Cícero Figueiredo, Cícero Lopes, Lúcio Vivaldi, Eiyti, Oliveira e Lucrécia, que em algum momento contribuíram para esse mestrado. Ao Deusdete e à Rosana, por todas as informações. Ao Prof. Wenceslau e ao pesquisador Djalma Martinhão, que contribuíram para o primeiro projeto, que infelizmente, não pode ser executado.

Ao Álvaro Vilela, a quem serei sempre grata e que sempre será um exemplo para mim.

Aos colegas André, André Keiti, Jales e, principalmente, ao Omar e à Jaici, pela “troca de figurinhas” no decorrer do mestrado.

À grande amiga Letícia Tancredi, pelos momentos de descontração e pelos chocolates quentes com croissant nos momentos mais difíceis.

***“Ninguém chega ao acúme de um monte
sem vencer o vale e as anfractuosidades
da rocha, no esforço de ascender.”
(Manoel P. de Miranda/Divaldo P. Franco)***

LISTA DE SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ANDA	Associação Nacional para Difusão de Adubos
CGAL	Coordenação Geral de Apoio Laboratorial
CFIC	Coordenação de Fertilizantes, Inoculantes e Corretivos
CNA	Citrato Neutro de Amônio
DFIA	Departamento de Fiscalização de Insumos Agrícolas
EDTA	Etilenodiamina Tetra-Acético
GL	Graus de Liberdade
H ₂ O	Fórmula química da água
IFDC	<i>International Fertilizer Development Center</i>
IN	Instrução Normativa
K ₂ O	Óxido de Potássio
KCl	Cloreto de Potássio
MAP	Fosfato monoamônio
MAPA	Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento
N	Nitrogênio
NPK	Formulação composta por porcentagens de N, P ₂ O ₅ e K ₂ O
P ₂ O ₅	Pentóxido de Fósforo
Pr	Probabilidade
SARC	Secretaria de Apoio Rural e Cooperativismo (extinta)
SDA	Secretaria de Defesa Agropecuária
SEFIS	Secretaria de Fiscalização Agropecuária (extinta)
SSP	Superfosfato Simples
SST	Superfosfato Triplo
UNIDO	<i>United Nations Industrial Development Organization</i>
χ^2	Qui-quadrado

ÍNDICE

CAPÍTULO GERAL.....	Página
I – INTRODUÇÃO.....	01
II – REFERENCIAL TEÓRICO.....	02
II.1 – Legislação.....	02
II.1.1 – Definições.....	03
II.1.2 – Características mínimas dos fertilizantes minerais mistos.....	04
II.1.3 – Fiscalização dos fertilizantes minerais mistos.....	07
II.1.4 - Tolerâncias.....	11
II.1.5 – Métodos analíticos para análise de fertilizantes.....	14
II.2 – Aspectos da produção e da qualidade dos fertilizantes minerais mistos....	15
II.2.1 – Erro tecnológico.....	16
II.2.2 – Erro de amostragem.....	18
II.2.3 – Erro analítico.....	18
III – OBJETIVOS.....	19
III.1 – Objetivo Geral.....	19
III.2 – Objetivos Específicos.....	19
IV – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	20

ÍNDICE

CAPÍTULO ÚNICO.....	Página
I – INTRODUÇÃO.....	24
II – MATERIAL E MÉTODOS.....	26
II.1 – Obtenção dos dados.....	26
II.2 – Análises estatísticas.....	27
II.2.1 – Análise exploratória dos dados.....	27
II.2.2 – Regressão logística.....	29
II.2.3 – Testes de hipóteses.....	31
III – RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	33
III.1 – Análise exploratória dos dados.....	33
III.1.1 – Análise de frequência.....	33
III.1.2 – Sumários estatísticos	34
III.1.3 – Posição da tolerância e da divergência em relação ao desvio- padrão.....	36
III.1.4 – Correlação de Pearson	38
III.1.5 - Análise de frequência.....	40
III.2 – Regressão logística.....	51
III.2.1 – Nitrogênio.....	51
III.2.2 – Fósforo (P_2O_5 solúvel em CNA + H_2O).....	55
III.2.3 – Potássio (K_2O).....	56
III.3 – Testes de hipóteses.....	59
IV – CONCLUSÕES.....	63
V – RECOMENDAÇÕES E CONSIDERAÇÕES FINAS.....	64
V.1 – Controle de qualidade.....	64
V.1.1 - Fiscalização de fertilizantes.....	64
VI - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	68
ANEXO A – GRÁFICOS DE PARETO DA DISTRIBUIÇÃO DE FREQUÊNCIA DOS DADOS PARA FORMULAÇÕES E ESTABELECIMENTOS.....	70
ANEXO B – SUMÁRIOS ESTATÍSTICOS.....	71
ANEXO C – RESULTADOS DA ANÁLISE DE FREQUÊNCIA DE RESULTADOS ABAIXO, DENTRO E ACIMA DO TOLERADO.....	80

ANEXO D – HISTOGRAMAS DA DISTRIBUIÇÃO DA FREQUÊNCIA DE DADOS PARA COMBINAÇÕES ESTABELECIMENTO-FORMULAÇÃO.....	86
ANEXO E - RESULTADOS DOS TESTES DE DISTRIBUIÇÃO DE PROBABILIDADE PARA O ESTABELECIMENTO 9.3, FORMULAÇÃO 20-00-10, CONSIDERANDO APENAS O LABORATÓRIO 2.....	93

ÍNDICE DE TABELAS

CAPÍTULO GERAL.....Página

Tabela 1. Natureza física e especificações granulométricas dos fertilizantes minerais.....05

Tabela 2. Teores mínimos de macronutrientes secundários e micronutrientes em fertilizantes minerais mistos sólidos com macronutrientes primários.....06

Tabela 3. Teores mínimos de micronutrientes em fertilizantes minerais mistos sólidos fornecedores exclusivos de micronutrientes ou micronutrientes e macronutrientes secundários, para aplicação no solo.....07

Tabela 4. Divergências admissíveis entre as análises fiscal e pericial, de acordo com o teor de nutriente garantido.....11

Tabela 5. Tolerâncias para especificação granulométrica.....13

Tabela 6. Nível de deficiência considerado fraude por teor de nutriente garantido ou declarado.....13

CAPÍTULO ÚNICO.....Página

Tabela 7. Valores de tolerância e de divergência, em relação ao nitrogênio (N Total), para os teores observados.....36

Tabela 8. Valores de tolerância e de divergência, em relação ao fósforo (P_2O_5), para os teores observados.....36

Tabela 9. Valores de tolerância e de divergência, em relação ao potássio (K_2O), para os teores observados.....37

Tabela 10. Correlação entre os macronutrientes primários, por formulação e geral (correlação de Pearson seguida de nível de significância associado entre parênteses).....39

Tabela 11. Resultado da análise de frequência de resultados de análise abaixo, dentro e acima do tolerado, para todos os dados.....40

Tabela 12. Razão de verossimilhança e qui-quadrado de Wald para o modelo de regressão logística considerando o nitrogênio no laboratório 2.....51

Tabela 13. Razão de chances comparando-se estabelecimentos dois a dois, para o nitrogênio.....52

Tabela 14. Razão de chances comparando-se formulações duas a duas, para o nitrogênio.....54

Tabela 15. Correlação de Pearson entre a frequência de conformidade e os preços do sulfato de amônio, da uréia e do nitrato de amônio, para o nitrogênio no laboratório 2 (nível de significância entre parênteses).....	54
Tabela 16. Razão de verossimilhança e qui-quadrado de Wald para o modelo de regressão logística considerando o P_2O_5 solúvel em CNA + H_2O no laboratório 2.....	55
Tabela 17. Razão de chances comparando-se estabelecimentos dois a dois, para o fósforo (P_2O_5 solúvel em CNA + H_2O).....	55
Tabela 18. Razão de chances comparando-se formulações duas a duas, para o fósforo (P_2O_5 solúvel em CNA + H_2O).....	56
Tabela 19. Correlação de Pearson entre a frequência de conformidade e os preços do MAP, do superfosfato simples e do superfosfato triplo, para o fósforo no laboratório 2 (nível de significância entre parênteses).....	56
Tabela 20. Razão de verossimilhança e qui-quadrado de Wald para o modelo de regressão logística considerando o potássio (K_2O) no laboratório 2.....	57
Tabela 21. Razão de chances comparando-se formulações duas a duas, para o potássio (K_2O).....	58
Tabela 22. Correlação de Pearson entre a frequência de conformidade e os preços do cloreto de potássio, para o potássio no laboratório 2 (nível de significância entre parênteses).....	58
Tabela 23. Sumário estatístico para algumas combinações estabelecimento-formulação, para o laboratório 2.....	60
Tabela 24. Probabilidades para os testes de Kolmogorov-Smirnov, Z e de Wilcoxon para combinações de estabelecimento e formulação, no laboratório 2, considerando o nitrogênio.....	61
Tabela 25. Probabilidades para os testes de Kolmogorov-Smirnov, Z e de Wilcoxon para combinações de estabelecimento e formulação, no laboratório 2, considerando o fósforo.....	62
Tabela 26. Probabilidades para os testes de Kolmogorov-Smirnov, Z e de Wilcoxon para formulações, no laboratório 2, considerando o potássio.....	62

ÍNDICE DE FIGURAS

CAPÍTULO GERAL.....	Página
Figura 1. Quarteador tipo Jones. (Disponível em: < http://www.peninsulafertilizantes.com.br/tecnico.htm >. Acesso em: 10 jan. 2012.).....	10
CAPÍTULO ÚNICO.....	Página
Figura 2. Distribuição de frequência de conformidade das análises fiscais, por estabelecimento, para o nitrogênio (N total).....	41
Figura 3. Distribuição de frequência de conformidade das análises fiscais, por estabelecimento, para o fósforo (P ₂ O ₅ solúvel em CNA + H ₂ O).....	42
Figura 4. Distribuição de frequência de conformidade das análises fiscais, por estabelecimento, para o potássio (K ₂ O).....	43
Figura 5. Distribuição de frequência de conformidade das análises fiscais, por laboratório, para o nitrogênio (N total).....	44
Figura 6. Distribuição de frequência de conformidade das análises fiscais, por laboratório, para o fósforo (P ₂ O ₅ solúvel em CNA + H ₂ O).....	44
Figura 7. Distribuição de frequência de conformidade das análises fiscais, por laboratório, para o potássio (K ₂ O).....	44
Figura 8. Distribuição de frequência de conformidade das análises fiscais, por período, para o nitrogênio (N Total).....	45
Figura 9. Distribuição de frequência de conformidade das análises fiscais, por período, para o fósforo (P ₂ O ₅ solúvel em CNA + H ₂ O).....	45
Figura 10. Distribuição de frequência de conformidade das análises fiscais, por período, para o potássio (K ₂ O).....	46
Figura 11. Distribuição de frequência de conformidade das análises fiscais, por formulação, para o nitrogênio (N Total).....	46
Figura 12. Distribuição de frequência de conformidade das análises fiscais, por formulação, para o fósforo (P ₂ O ₅ solúvel em CNA + H ₂ O).....	47
Figura 13. Distribuição de frequência de conformidade das análises fiscais, por formulação, para o potássio (K ₂ O).....	47
Figura 14. Distribuição de frequência de conformidade das análises fiscais, por especificação granulométrica, para o nitrogênio (N Total).....	49

Figura 15. Distribuição de frequência de conformidade das análises fiscais, por especificação granulométrica, para o fósforo (P_2O_5 solúvel em CNA + H_2O).....	49
Figura 16. Distribuição de frequência de conformidade das análises fiscais, por especificação granulométrica, para o potássio (K_2O).....	49
Figura 17. Distribuição de frequência de conformidade das análises fiscais, por período, para o nitrogênio (N Total) e para o laboratório 2.....	50
Figura 18. Distribuição de frequência de conformidade das análises fiscais, por período, para o fósforo (P_2O_5 solúvel em CNA + H_2O) e para o laboratório 2.....	50
Figura 19. Distribuição de frequência de conformidade das análises fiscais, por período, para o potássio (K_2O) e para o laboratório 2.....	51

**ANÁLISE DE DADOS DA FISCALIZAÇÃO DE FERTILIZANTES (2008 – 2010)
COMO SUBSÍDIO PARA O ESTABELECIMENTO DE NOVOS
PARÂMETROS DE TOLERÂNCIA**

RESUMO

O Brasil vem se destacando como um grande produtor de alimentos nos últimos anos. Para que possa manter sua produtividade é necessário o uso de insumos de qualidade, dentre eles os fertilizantes. Devido ao menor custo de produção e preço final ao consumidor, os fertilizantes minerais mistos são amplamente utilizados em nosso país. Com isso, a fiscalização desses insumos se torna um importante mecanismo de auditoria de sua qualidade. Assim, os dados da fiscalização de fertilizantes realizada pelo Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento dos anos de 2008 a 2010 foram analisados utilizando-se diferentes técnicas estatísticas. O objetivo deste trabalho foi fornecer uma análise exploratória e descritiva dos dados de análises fiscais de fertilizantes dos anos de 2008 a 2010 para subsidiar possíveis mudanças na legislação que rege a fiscalização de fertilizantes, com relação à tolerância e à divergência dos resultados analíticos. Foram utilizados para análise dos dados técnicas de estatística descritiva, regressão logística, e os testes de Wilcoxon e Z. A análise descritiva e os testes de Wilcoxon e Z demonstraram que, de maneira geral, as garantias estabelecidas pelos produtores de fertilizantes são cumpridas. Já a regressão logística demonstrou que, para o nitrogênio e o fósforo analisados pelo laboratório 2, as variáveis “estabelecimento” e “formulação” influem no resultado final da análise (dentro ou fora da garantia), enquanto que para o potássio analisado pelo laboratório 2, apenas a variável “formulação” influi nesses resultados.

Palavras-chave: fertilizante mineral misto, regressão logística, teste de Wilcoxon, teste Z, estatística descritiva, fiscalização.

ANALYSIS OF FERTILIZER INDUSTRY INSPECTION DATA (2008 – 2010) AS A TOOL FOR THE ESTABLISHMENT OF NEW TOLERANCE PARAMETERS

ABSTRACT

Brazil is standing out as a major food producer in recent years. In order to maintain this productivity, it is necessary to use quality inputs, which includes fertilizers. Because of their lower production cost and price, bulk blends are widely used in this country. Therefore, the inspection of these inputs becomes an important audition mechanism of their quality. For this reason, the inspection data of Brazilian's Ministry of Agriculture, Livestock and Supply (2008 – 2010) were analyzed using different statistical techniques. The objective of this research was to provide a descriptive and exploratory analysis of the inspection data of fertilizers from the years 2008 to 2010 in order to assist possible changes in legislation governing the inspection of fertilizers, with respect to tolerance and analytical differences. For the analysis, methods of descriptive statistics, logistic regression, the signed rank test and the Z test were used. The descriptive statistics, signed rank test and Z test showed that the guarantees given by producers where, overall, fulfilled. Logistic regression applied to the analysis of the laboratory 2 shows that the variables "producer" and "formula" have influenced the final results (nonconforming or conforming) for nitrogen and phosphorus, while only the variable "formula" influenced the results for potassium.

Key Words: bulk blends, logistic regression, signed rank test, Z test, descriptive statistics, inspection.

I - INTRODUÇÃO

Segundo dados da ANDA (Associação Nacional para Difusão de Adubos), até novembro de 2011 foram entregues ao consumidor final 26.509.539 toneladas de fertilizantes (em 2009, foram 22.400.301 toneladas), sendo que cerca de 70% desses fertilizantes (e suas matérias-primas) são importados anualmente. Entre 1994 e 2007, a taxa média de elevação da importação de fertilizantes foi de 9,83% ao ano (Saab & Paula, 2008).

O Brasil é o quarto maior consumidor mundial de fertilizantes, sendo que seu consumo aumentou à taxa de 6,32% ao ano entre 1994 e 2007. Os Estados brasileiros que mais demandaram fertilizantes foram: Mato Grosso, São Paulo, Paraná, Minas Gerais, Rio Grande do Sul, Goiás, Bahia e Mato Grosso do Sul (Saab & Paula, 2008). É difícil imaginar que a produção e a produtividade agrícolas brasileiras possam manter-se nos atuais patamares sem a utilização desses insumos. E, devido ao menor custo de produção, comparativamente aos demais tipos de fertilizantes, os minerais mistos, principalmente na forma de mistura de grânulos, ganharam espaço considerável no mercado brasileiro. Assim, a fiscalização desses insumos torna-se importante forma de controle para a manutenção da sua qualidade. Some-se a isso o fato que, em comparação com a safra 79/80, a produção de grãos, no Brasil, aumentou 54% na safra 99/00, com um aumento na área colhida de apenas 2,1%, graças ao uso de novas tecnologias e ao uso correto dos fertilizantes (Andrade, 2004). Esses dados demonstram, assim, a importância desses insumos para a redução da necessidade de abertura de novas áreas para exploração agrícola.

Define-se como fertilizante mineral misto, o produto resultante da mistura física de dois ou mais fertilizantes simples, complexos ou ambos. Já o fertilizante mineral simples é formado, basicamente, por um composto químico, contendo um ou mais nutrientes de plantas (BRASIL, 2004a). Nesse contexto, em 2009, foram amostradas 215.339 toneladas de fertilizantes minerais mistos, tendo sido analisadas 4039 amostras ao longo do ano (correspondente a 268.172 toneladas de fertilizantes). A média do índice de conformidade desses produtos foi de, aproximadamente, 83%. Esse índice de conformidade é calculado com base na quantidade de produtos com resultado analítico dentro das garantias registradas ou declaradas, sobre a quantidade total de produtos analisados, agrupado por tipo de insumo. Tal índice tem variado entre 74% e 92% ao longo dos últimos anos.

Da mesma forma, foram amostradas 381.789 toneladas de fertilizantes minerais simples em 2009, com uma média de conformidade de 91,12%. As empresas do setor de fertilizantes afirmam que essa diferença nos índices de conformidade (17% de produtos não conformes, em média, para os fertilizantes minerais mistos, contra 8,9%, para fertilizantes minerais simples) ocorre devido ao aumento do rigor na legislação, atualizada em 2004 por meio do Decreto nº 4.954/2004. Assim, os produtores de fertilizantes reivindicam um aumento da tolerância aos resultados obtidos na análise fiscal desses insumos sob o argumento de que existe um erro inerente à análise do laboratório e à amostragem, e que a tolerância comportaria apenas essas duas fontes de erros, sem considerar aquelas ligadas ao processo produtivo.

Com isso, os dados das análises fiscais de fertilizantes minerais mistos dos anos de 2008, 2009 e 2010 foram analisados para verificação de variabilidade e aferição de erros com o objetivo de encontrar padrões nessas análises para subsidiar possíveis mudanças na legislação que rege a fiscalização de fertilizantes, com relação à tolerância e à divergência dos resultados analíticos. A hipótese do trabalho é que a presença de resultados fora da garantia para fertilizantes minerais mistos deve estar ligada a fontes de variação não relacionadas apenas à tolerância estabelecida pelo Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento.

II – REFERENCIAL TEÓRICO

II.1 – Legislação

No Brasil, para ser comercializado, todo fertilizante tem de ser registrado no Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). Os dispositivos legais que tratam da produção e do comércio de fertilizantes minerais são a Lei nº 6.894, de 1980, o Decreto nº 4.954, de 2004, a Instrução Normativa MAPA nº 10, de 2004, a Instrução Normativa MAPA nº 05, de 2007 e a Instrução Normativa SDA nº 27, de 2006.

A Lei Federal nº 6.894/80 dispõe sobre a inspeção e a fiscalização da produção e do comércio de fertilizantes, corretivos, inoculantes, estimulantes ou biofertilizantes, destinados à agricultura. Essa Lei define fertilizante como a “substância mineral ou orgânica, natural ou sintética, fornecedora de um ou mais nutrientes vegetais”.

Já o Decreto Federal nº 4.954/2004 regulamenta essa Lei. De acordo com o Decreto, fertilizante mineral é o “produto de natureza fundamentalmente mineral, natural ou sintético, obtido por processo físico, químico ou físico-químico, fornecedor

de um ou mais nutrientes de plantas”. De acordo com a Instrução Normativa (IN) MAPA nº 10/2004, os fertilizantes minerais podem ser divididos, quanto aos nutrientes, em mononutrientes, binários ou ternários, sendo que os mononutrientes contêm apenas um macronutriente primário, os binários, dois, e os ternários, os três macronutrientes primários. Quanto à categoria, os fertilizantes minerais podem ser classificados em simples, mistos ou complexos. Serão objeto desse trabalho apenas os fertilizantes minerais mistos. A IN MAPA nº 05/2007 trata dos fertilizantes minerais e a IN SDA nº 27/2006 estabelece os limites de contaminantes admitidos em fertilizantes, corretivos, inoculantes e biofertilizantes.

II.1.1 – Definições

A definição de fertilizante mineral misto é, de acordo com o Decreto nº 4.954/2004, “produto resultante da mistura física de dois ou mais fertilizantes simples, complexos ou ambos”. Assim, a fabricação de um fertilizante mineral misto não envolve reação química, tratando-se apenas da mistura física de outros fertilizantes, sejam eles minerais ou complexos.

O Decreto define também tolerância, que é o desvio admissível entre o resultado analítico encontrado nas análises de fiscalização em relação às garantias registradas ou declaradas pelo fabricante. Nesse ponto, é importante mencionar que existe uma diferença legal entre garantia e declaração dada pela IN MAPA nº 05/2007: enquanto a garantia é dada no registro do produto, a declaração é feita apenas em rótulo. Assim, define-se garantia como “indicação da quantidade percentual em peso de cada elemento químico, ou de seu óxido correspondente, ou de qualquer outro componente do produto, incluindo também, quando for o caso, o teor total e/ou solúvel de cada um deles, a especificação da natureza física e o prazo de validade”. Já a declaração é definida como a “indicação da quantidade de nutrientes ou dos seus óxidos, incluindo a sua forma e solubilidade, garantida de acordo com os limites estabelecidos”. Tanto o teor garantido de um nutriente (garantia) como o teor declarado (declaração) devem ser nitidamente impressos em rótulo, etiqueta ou outro documento que se refira ao fertilizante.

A especificação granulométrica de um produto não conta com definição legal explícita, mas trata da “natureza física” do fertilizante sólido. De acordo com a normativa que trata dos fertilizantes minerais (IN MAPA nº 05/2007), existem oito possibilidades de especificação granulométrica para esse tipo de fertilizante: granulado e mistura granulada, mistura de grânulos, microgranulado, pó, farelado fino, farelado e

farelado grosso. A definição formal dessas especificações é dada apenas para granulado e mistura granulada e mistura de grânulos. Para as demais especificações, estabelecem-se apenas peneiras e porcentagens de “passante” e “retido”, que serão comentadas no item II.1.2. Assim, entende-se, de acordo com a normativa mencionada, que o fertilizante cuja especificação granulométrica é granulado ou mistura granulada é o “produto constituído de partículas em que cada grânulo contenha os elementos declarados ou garantidos do produto”. Já a mistura de grânulos é o “produto em que os grânulos contenham, separadamente ou não, os elementos declarados ou garantidos do produto”.

Tanto o Decreto nº 4.954/2004 como a IN MAPA nº 05/2007 estabelecem o que se considera macronutrientes primários, macronutrientes secundários e micronutrientes. Assim, os macronutrientes primários são nitrogênio (N), fósforo (P) e potássio (K), sendo que os dois últimos são expressos na forma de pentóxido de fósforo (P_2O_5) e de óxido de potássio (K_2O). Os macronutrientes secundários são cálcio (Ca), magnésio (Mg) e enxofre (S). Com relação aos micronutrientes, devido à definição de nutrientes dada pela legislação (“elemento essencial ou benéfico para o crescimento e produção dos vegetais”), outros elementos químicos, além daqueles estabelecidos por critério científico, são também considerados micronutrientes. Assim, segundo o Decreto nº 4.954/2004 e a IN MAPA nº 05/2007, boro (B), cloro (Cl), cobre (Cu), ferro (Fe), manganês (Mn), molibdênio (Mo), zinco (Zn) e silício (Si) são considerados micronutrientes. Além disso, existe uma abertura nesses dispositivos para que qualquer outro elemento que a pesquisa venha a definir como essencial ou benéfico seja classificado como micronutriente.

O Decreto define, ainda, lote e partida. Entende-se por lote uma “quantidade definida de produto de mesma especificação e procedência” e partida, a “quantidade de produto de uma mesma especificação constituída por vários lotes de origens distintas”.

II.1.2 – Características mínimas dos fertilizantes minerais mistos

Além de observar a definição dada pela legislação mencionada no item II.1.1, para que um fertilizante seja considerado “fertilizante mineral misto”, ele deve se enquadrar em uma série de características mínimas. Essas características mínimas são estabelecidas pela IN MAPA nº 05/2007.

Com relação à especificação granulométrica, para os fertilizantes minerais mistos sólidos, que são o objeto desse trabalho, estes podem ter a especificação

mencionada no item “definições” e ainda a especificação “pastilha” ou não ter qualquer especificação granulométrica. Este caso aplica-se aos fertilizantes minerais que não atendem às especificações granulométricas dadas na Tabela 1, e, para serem comercializados, a expressão “produto sem especificação granulométrica” deve constar em destaque no rótulo ou etiqueta de identificação do produto, além de constar na nota fiscal. Já com relação à pastilha, esta é definida como o “produto constituído de frações moldadas, em que cada fração contenha todos os elementos declarados ou garantidos do produto, devendo os nutrientes ser, no mínimo, 80% solúveis em água”. Para as demais especificações, a Tabela abaixo apresenta os requisitos mínimos necessários:

Tabela 1. Natureza física e especificações granulométricas dos fertilizantes minerais.

Natureza física	Especificação granulométrica		
	Peneira	Passante	Retido
Granulado e Mistura	4 mm (ABNT nº 5)	95% mínimo	5% máximo
	Granulada	1 mm (ABNT nº 18)	5% máximo
Mistura de Grânulos	4 mm (ABNT nº 5)	95% mínimo	5% máximo
		1 mm (ABNT nº 18)	5% máximo
Microgranulado	2,8 mm (ABNT nº 7)	90% mínimo	10% máximo
		1 mm (ABNT nº 18)	10% máximo
Pó	2 mm (ABNT nº 10)	100%	0%
	0,84 mm (ABNT nº 20)	70% mínimo	30% máximo
		50% mínimo	50% máximo
	0,3 mm (ABNT nº 50)		
Farelado Fino	3,36 mm (ABNT nº 6)	95% mínimo	5% máximo
		0,5 mm (ABNT nº 35)	75% máximo
Farelado	3,36 mm (ABNT nº 6)	95% mínimo	5% máximo
		0,5 mm (ABNT nº 35)	25% máximo
Farelado Grosso	4,8 mm (ABNT nº 4)	100%	0%
		1 mm (ABNT nº 18)	20% máximo

Quanto às características químicas do produto, para os macronutrientes primários, os teores de nitrogênio e óxido de potássio sempre são dados em teor total e teor solúvel em água, respectivamente. Para o P_2O_5 , o extrator em que a garantia é dada, depende da matéria-prima fornecedora de fósforo. Para esse trabalho, estudaram-se

apenas as garantias dadas em citrato neutro de amônio mais água (CNA + H₂O), utilizadas nas misturas que contêm fosfatos acidulados ou parcialmente acidulados. O índice NPK, no caso desse estudo, é dado pelo teor total de N, pelo teor de P₂O₅ solúvel em CNA + H₂O e pelo teor de K₂O solúvel em água. Além disso, a indicação dos teores desses nutrientes é dada como percentagem em massa.

Os fertilizantes minerais mistos fornecedores de NPK deverão, para efeito de registro, observar, como garantia mínima, a soma NPK igual a 21% (em peso), quando o produto fornecer os três macronutrientes primários, e igual a 18% (em peso), quando o produto fornecer apenas dois deles. Ademais, a compatibilidade entre matérias-primas deve ser observada. Também é possível misturar ou incorporar a esses fertilizantes, matérias-primas fornecedoras de macronutrientes secundários e de micronutrientes. As garantias desses nutrientes, para os fertilizantes sólidos, deverão ser dadas em percentagem mássica e observar os teores mínimos expressos na Tabela 2.

Tabela 2. Teores mínimos de macronutrientes secundários e micronutrientes em fertilizantes minerais mistos sólidos com macronutrientes primários.

Nutriente	Teor mínimo (%)
Cálcio (Ca)	1,0
Magnésio (Mg)	1,0
Enxofre (S)	1,0
Boro (B)	0,03
Cloro (Cl)	0,1
Cobalto (Co)	0,005
Cobre (Cu)	0,05
Ferro (Fe)	0,2
Manganês (Mn)	0,05
Molibdênio (Mo)	0,005
Níquel (Ni)	0,005
Silício (Si)	1,0
Zinco (Zn)	0,1

No caso dos fertilizantes minerais mistos fornecedores apenas de micronutrientes ou de micronutrientes e macronutrientes secundários, para aplicação no solo, os teores mínimos garantidos são dados de acordo com a Tabela 3.

Tabela 3. Teores mínimos de micronutrientes em fertilizantes minerais mistos sólidos fornecedores exclusivos de micronutrientes ou micronutrientes e macronutrientes secundários, para aplicação no solo.

Nutriente	Teor total mínimo (%)
Boro (B)	1,0
Cloro (Cl)	0,1
Cobalto (Co)	0,01
Cobre (Cu)	0,5
Ferro (Fe)	0,5
Manganês (Mn)	1,0
Molibdênio (Mo)	0,1
Níquel (Ni)	0,01
Silício (Si)	1,0
Zinco (Zn)	1,0

Para esses fertilizantes, é preciso, ainda, que, quando contenham dois micronutrientes, a soma de seus teores seja igual ou maior que 4%; quando contenham mais de dois micronutrientes, a soma deverá ser igual ou maior que 7%. Além disso, no mínimo 60% dos teores desses nutrientes deverão ser solúveis em ácido cítrico a 2%, no caso de B, Co, Fe, Mo, Ni e Zn, e em solução de citrato neutro de amônio + água, na relação 1:1, no caso de Cu e Mn. Os teores mínimos de macronutrientes secundários são os mesmos daqueles produtos que contêm macronutrientes primários (Tabela 2).

II.1.3 – Fiscalização dos fertilizantes minerais mistos

Segundo a IN MAPA n° 10/2004, a inspeção e a fiscalização de fertilizantes são feitas por meio de: 1) vistorias de equipamentos e instalações; 2) exames de matérias-primas e produtos acabados; 3) verificação da documentação de controle da produção, da importação, da exportação e da comercialização; 4) verificação do processo produtivo, da embalagem, da rotulagem e da propaganda dos produtos; e 5) exame do controle de qualidade exercido pelas empresas.

Especificamente com relação ao exame de matérias-primas e produtos, parte dessa fiscalização envolve a coleta e a análise química e física de fertilizantes, sendo que ambas seguem procedimentos definidos pela legislação pertinente. No caso da amostragem de fertilizantes, a IN MAPA n° 10/2004 estabelece a forma de coleta e a

quantidade de produto a ser coletada. Assim, a coleta deverá ser feita com sonda dupla perfurada de ponta cônica, cujas dimensões constam no anexo a essa normativa.

Ademais, o número de pontos de coleta de amostra é definido com base na forma em que o fertilizante se encontra armazenado e no tamanho do lote. Dessa forma, os fertilizantes estocados a granel, com lotes ou partidas de até 100 toneladas, devem ser coletados de forma que 10 porções em pontos diferentes e escolhidos ao acaso sejam amostradas. Para lotes ou partidas superiores a 100 toneladas e armazenados a granel, a especificação granulométrica do fertilizante mineral misto afeta o número de pontos de coleta. Assim, caso se trate de uma mistura granulada, devem ser coletadas 10 porções e mais uma para cada 100 toneladas ou fração. Ou seja, em um lote de 350 toneladas, deverão ser coletadas 10 porções mais três, em um total de 13 porções. No caso dos fertilizantes minerais cuja especificação granulométrica seja mistura de grânulos, pó ou farelado (inclusive fino e grosso), devem ser coletadas 10 porções mais três para cada 100 toneladas ou fração. Sendo assim, considerando-se um lote com as mesmas 350 toneladas, deverão ser coletadas 10 porções mais nove porções, com um total de 19 porções.

Para os produtos estocados em embalagens com mais de 60 kg, a amostragem é feita pela inserção vertical da sonda em três pontos diferentes em cada embalagem. Quanto às quantidades que deverão ser coletadas, lotes ou partidas com mais de 200 unidades devem ser divididos em lotes ou partidas de 200 embalagens ou fração, sendo que o número de embalagens amostradas deverá ser igual a: cinco, para lotes ou partidas de até 50 embalagens; 10, para 51 a 100 embalagens; 15, para 101 a 150 embalagens; e 20, para 151 a 200 embalagens. Essas embalagens também são escolhidas ao acaso.

Quando os fertilizantes estão acondicionados em embalagens maiores de 10 até 60 kg, a inserção da sonda é feita pela diagonal da embalagem. Além disso, para lotes ou partidas com mais de 4000 unidades, estes serão subdivididos em lotes ou partidas de 4000 embalagens ou fração. Com relação ao número de embalagens coletadas, tem-se que: para lotes ou partidas com até 50 embalagens, sete devem ser amostradas; entre 51 e 100 embalagens, 10 devem ser amostradas; e para mais de 100 até 4000 embalagens, são coletadas 10 embalagens mais 2% da totalidade. Por exemplo, em um lote com 2000 embalagens, devem ser coletadas 10 embalagens mais 40 (2% de 2000), perfazendo um total de 50 embalagens. Outro ponto a ser observado é que, se esses produtos estiverem armazenados em pilhas, as embalagens deverão ser tombadas antes da retirada das porções.

Com relação aos fertilizantes estocados em embalagens de até 10 kg, quando o lote ou partida tiver até 20 embalagens, devem ser amostradas pelo menos cinco embalagens; quando tiver entre 21 e 50 embalagens, no mínimo, sete devem ser amostradas; se tiver entre 51 a 100 embalagens, 10 devem ser amostradas; e para lotes com mais de 100 embalagens até 1000, devem ser amostradas 10 embalagens mais 0,5% do total. Assim, em um lote com 200 embalagens, 11 devem ser amostradas (10 + 0,5% de 200). Para as embalagens com um quilograma ou menos de produto, todo o conteúdo da embalagem fará parte da amostra.

Os fertilizantes também podem ser coletados nos equipamentos de carga ou descarga, ou seja, nas correias, nas roscas, nas calhas e nas bicas. Para tanto, existe um amostrador específico, cujas dimensões são dadas pelo anexo à IN MAPA n° 10/2004, e o produto deve ser coletado após o estabelecimento de um fluxo contínuo e uniforme do produto, quando são extraídas, então, um mínimo de 10 porções a intervalos regulares.

Em todos os casos, as porções devem ser colocadas em um recipiente limpo e seco para que sejam homogeneizadas. Após esse procedimento, as amostras devem passar por quarteação, que pode ser manual ou em quarteador do tipo Jones. Na quarteação manual, o produto homogeneizado é colocado em uma superfície lisa e limpa, quando então é dividido em quatro partes iguais, segundo ângulos retos. Em seguida, são escolhidas duas partes de ângulos opostos, sendo desprezadas as outras duas partes. Aquelas que foram escolhidas são novamente homogeneizadas, repetindo-se a divisão de partes e seleção até que uma quantidade de produto suficiente para ser dividida em quatro sub-amostras seja obtida (BRASIL, 2004b).

O quarteador do tipo Jones deve conter oito vãos de separação com pelo menos 15 mm de largura, conforme Figura 1. Para essa forma de quarteação, o produto é distribuído de forma nivelada em um dos recipientes coletores, quando então é colocado sobre o quarteador. O produto coletado por um dos recipientes é, então, desprezado, enquanto que aquele do outro recipiente é novamente colocado sobre o quarteador. Essa operação é repetida até que se tenha quantidade de produto suficiente para formar quatro sub-amostras, como na quarteação manual.

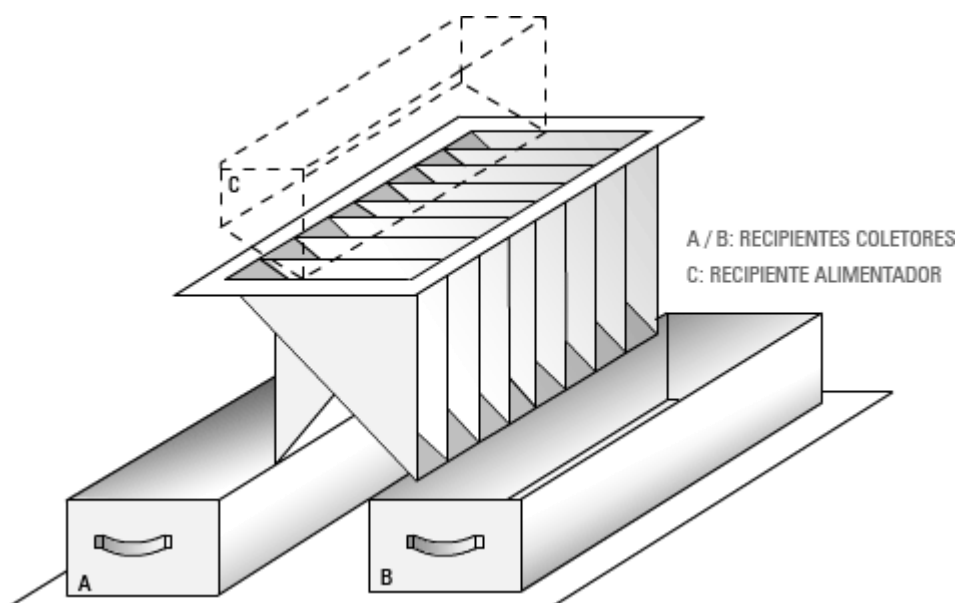


Figura 1. Quarteador tipo Jones. (Disponível em: <<http://www.peninsulafertilizantes.com.br/tecnico.htm>>. Acesso em: 10 jan. 2012.)

Dessas quatro sub-amostras, uma deve ser entregue ao estabelecimento produtor e as outras três são destinadas ao Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Uma das amostras do Ministério é enviada ao laboratório oficial da região em que o produto foi coletado para análise. O resultado (análise fiscal) é enviado ao estabelecimento produtor, que, discordando dos resultados obtidos, pode solicitar nova análise. Nesse caso, as outras duas sub-amostras são enviadas ao laboratório para análise, que deverá ser acompanhada por representante da empresa. Uma das amostras é, então, analisada (análise pericial) e, caso haja divergência entre as análises fiscal e pericial, a outra sub-amostra é analisada (2ª pericial). A divergência é verificada, segundo a IN MAPA nº 10/2004, quando a diferença entre os valores obtidos na análise fiscal e pericial é maior que aqueles observados na Tabela 4. No caso da especificação granulométrica (granulometria), admite-se uma variação de $\pm 5\%$ para cada peneira.

No ano de 2010, foram realizadas, segundo dados não publicados da Coordenação Geral de Apoio Laboratorial (CGAL) do MAPA, 4419 análises fiscais e 1142 análises periciais. Ou seja, das amostras analisadas naquele ano, aproximadamente 26% foram submetidas à análise pericial.

Tabela 4. Divergências admissíveis entre as análises fiscal e pericial, de acordo com o teor de nutriente garantido.

Teores garantidos (%)	Varição admissível
Até 1	± 20%
Acima de 1 até 5	± 15%
Acima de 5 até 10	± 10%
Acima de 10 até 20	± 5%
Acima de 20 até 40	± 1 unidade
Acima de 40	± 2 unidades

II.1.4 – Tolerâncias

Para os resultados analíticos obtidos a partir das análises fiscal e das duas periciais, são admitidas tolerâncias em relação às garantias dos produtos. Tais tolerâncias são estabelecidas, para os fertilizantes minerais mistos, pela IN MAPA nº 05/2007 e de acordo com o nutriente garantido e com o seu teor.

No caso dos macronutrientes (N, P₂O₅, K₂O, Ca, Mg e S), quando o teor garantido destes for igual ou menor que 5%, admite-se uma diferença de 15% para menos, em relação aos teores garantidos. Quando estes teores forem superiores a 5% até 40%, a tolerância é de 10% para menos, sem exceder uma unidade. Já para teores garantidos ou declarados maiores que 40%, a tolerância é de uma unidade e meia para menos (BRASIL, 2007a). Ou seja, para um teor de macronutriente garantido de 6%, admite-se até 5,4%; para 20%, até 19% (10% de 20 excede uma unidade); e para 45%, até 43,5%. Quando os teores estão abaixo do tolerado, afirma-se que o produto está deficiente, e o produtor do fertilizante fica sujeito à autuação.

Quando se trata da soma NPK, tolera-se uma variação de até 5% para menos, sem exceder duas unidades da garantia total do produto. Assim, um produto com somatório NPK igual a 42% pode obter até 40% de somatória sem ser penalizado.

Já para os micronutrientes, existe uma separação entre aqueles garantidos em produtos produzidos ou comercializados em misturas e aqueles produzidos ou comercializados isoladamente. Para os fornecedores de micronutrientes produzidos ou comercializados em misturas, quando o teor do nutriente for menor ou igual a 1%, admite-se uma variação para menos de 20%; quando o teor garantido ou declarado for maior que 1% até 5%, 15% de tolerância; e quando o teor for maior que 5%, admite-se uma tolerância de 10%. Por exemplo, um produto com 1% de B, deve conter, no

mínimo, 0,8% desse elemento; um produto com 5% de Zn, deve conter, no mínimo, 4,25% desse micronutriente; e um produto com 10% de Si, deve conter, no mínimo, 9% desse nutriente, sem sofrer qualquer sanção.

Para alguns micronutrientes, foram estabelecidas, ainda, tolerâncias para o excesso de nutrientes. Assim, para fertilizantes com aplicação via solo, no caso do boro (B), admite-se até uma vez e meia o teor declarado, quando produzido em misturas. Já para cobre (Cu), manganês (Mn) e zinco (Zn), admite-se até três vezes o teor garantido ou declarado desses nutrientes, quando produzidos em misturas.

As tolerâncias tanto para macro quanto para micronutrientes foram estabelecidas, nos anos 70, com base nas legislações praticadas nos EUA, no Canadá e na Europa. Elas foram inicialmente estabelecidas com base em experimentos conduzidos na década de 40. No Brasil, sofreram adaptações (Portaria SEFIS nº 01, de 04/03/1983) e, em 2004 (IN SARC nº 10, de 28/10/2004, revogada pela IN MAPA nº 05/2007), foram ajustadas para valores mais rigorosos.¹

Com relação às especificações granulométricas, a tolerância é dada de acordo com a peneira e com a “natureza física” do produto, conforme Tabela 5. O Decreto nº 4.954/2004 estabelece ainda percentuais de deficiência acima dos quais uma deficiência é considerada gravíssima (fraude). A fraude é definida apenas com base no teor garantido ou declarado, no caso dos nutrientes, e é fixa para a especificação granulométrica e para a soma dos macronutrientes primários (Tabela 6).

¹ Coelho, H.J. & Gonczarowska, R.A. (Coordenação de Fertilizantes, Inoculantes e Corretivos do MAPA) comunicação pessoal 2012.

Tabela 5. Tolerâncias para especificação granulométrica.

Natureza física	Peneira	Tolerância
Granulado e Mistura Granulada	1 mm (ABNT nº 18)	5% (para percentual retido)
	4 mm (ABNT nº 5)	5% (para percentual passante)
Mistura de Grânulos	1 mm (ABNT nº 18)	8% (para percentual retido)
	4 mm (ABNT nº 5)	5% (para percentual passante)
Microgranulado	1 mm (ABNT nº 18)	5% (para percentual retido)
	2,8 mm (ABNT nº 7)	5% (para percentual passante)
Pó	2 mm (ABNT nº 10)	5% (para passante)
	0,84 mm (ABNT nº 20)	5% (para retido)
	0,3 mm (ABNT nº 50)	5% (para retido)
Farelado Fino	0,5 mm (ABNT nº 35)	5% (para retido)
	3,36 mm (ABNT nº 6)	5% (para passante)
Farelado	0,5 mm (ABNT nº 35)	5% (para retido)
	3,36 mm (ABNT nº 6)	5% (para passante)
Farelado Grosso	1 mm (ABNT nº 18)	5% (para retido)
	4,8 mm (ABNT nº 4)	5% (para passante)

Tabela 6. Nível de deficiência considerado fraude por teor de nutriente garantido ou declarado.

Teores garantidos ou declarados	Deficiência
Até 5%	60% por componente
Acima de 5 até 10%	50% por componente
Acima de 10 até 20%	40% por componente
Acima de 20 até 40%	30% por componente
Acima de 40%	25% por componente
Pela soma dos macronutrientes primários	30%
Especificação granulométrica	50%

II.1.5 – Métodos analíticos para análise de fertilizantes

Os métodos analíticos utilizados na fiscalização dos fertilizantes também são estabelecidos por instrução normativa. Assim, a IN SDA nº 28, de 27/07/2007 aprova os métodos analíticos oficiais para fertilizantes minerais, orgânicos, organominerais e corretivos. O Capítulo I desse Manual de Métodos Analíticos trata dos fertilizantes minerais. Ele estabelece os procedimentos para preparação da amostra de fertilizantes sólidos e para a análise granulométrica e química desses produtos.

A análise granulométrica é feita utilizando-se as peneiras correspondentes às especificações e um agitador mecânico de peneiras. Quanto às análises químicas, tem-se pelo menos um método para cada nutriente a ser analisado. Assim, para análise de nitrogênio total, foram adotados quatro métodos: macrométodo da liga de Raney, micrométodo da liga de Raney, método do ácido salicílico e método do cromo metálico. Para o P_2O_5 solúvel em citrato neutro de amônio mais água (CNA + H_2O), são utilizados o método gravimétrico do quimociac e o método espectrofotométrico do ácido molibdovanadofosfórico; para o K_2O solúvel em água, o método volumétrico do tetrafenilborato de sódio e o método por fotometria de chama; para o cálcio e o magnésio, os métodos utilizados são os mesmos: método volumétrico do EDTA (etilenodiamina tetra-acético), método espectrométrico por absorção atômica e método gravimétrico do pirofosfato. Finalmente, para o enxofre, utiliza-se o método gravimétrico simplificado do cloreto de bário, o método gravimétrico do peróxido de hidrogênio e o método gravimétrico do nitroclorato de potássio. No caso dos micronutrientes, todos, com exceção do boro e do silício, podem ser analisados pelo método espectrométrico por absorção atômica para determinação do seu teor total, além de um segundo método: para o zinco, método espectrofotométrico do zincon; para o cobre, método volumétrico do tiosulfato de sódio; para o manganês, método espectrofotométrico do permanganato de potássio; para o ferro, método volumétrico do dicromato de potássio; para o molibdênio, método espectrofotométrico do tiocianato de sódio; para o cobalto, método espectrofotométrico do sal nitroso-R; e para o níquel, método gravimétrico de dimetil glioxima. O teor de boro pode ser determinado pelo método volumétrico do D-manitol (D-sorbitol) e pelo método espectrofotométrico da azometina-H. No caso do silício, utiliza-se apenas o método espectrofotométrico do molibdato de amônio, e no caso do cloro solúvel em água, apenas o método de Mohr (BRASIL, 2007b).

Para os micronutrientes metálicos solúveis em ácido cítrico e citrato neutro de amônio, a concentração é determinada por espectrofotometria de UV-visível, no caso do B, e por espectrometria de absorção atômica para os demais elementos.

II.2 – Aspectos da produção e da qualidade dos fertilizantes minerais mistos

De acordo com Malavolta (1978), são três as fontes de variação nos fertilizantes responsáveis pelas diferenças para menos em relação aos teores garantidos ou declarados: erro tecnológico, erro de amostragem e erro analítico. Segundo esse autor, o erro tecnológico é aquele que ocorre na preparação do produto, o erro analítico advém dos desvios decorrentes da análise laboratorial dos produtos e o erro de amostragem provém da coleta e do preparo do material. Dessa forma, pode-se concluir que, no caso da fiscalização de fertilizantes, o erro analítico e o erro de amostragem são de responsabilidade do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento, e o erro tecnológico é de responsabilidade dos estabelecimentos produtores de fertilizantes.

Malavolta (1978) propõe que, para os fertilizantes minerais mistos, pode-se admitir que o erro tecnológico seja responsável por 10 a 20% da variação final entre os teores garantidos e os observados, enquanto que a amostragem seria responsável por 20 a 30% da diferença e o erro analítico, por 50 a 70%.

No sentido de tornar a fiscalização desses insumos mais eficiente, Andrade (2004) avaliou métodos estatísticos na fiscalização de fertilizantes no Estado do Paraná. Segundo este autor, não se observou uma melhora na qualidade dos fertilizantes comercializados naquele Estado com a intensificação da fiscalização. Assim, com o intuito de melhorar as ações de fiscalização, seja por meio de alterações na política de fiscalização ou na legislação, o autor verificou a necessidade de um estudo aprofundado dos dados da fiscalização desses insumos, utilizando diferentes métodos estatísticos.

Carvalho (1995) estudou a variação dos resultados de análise de fertilizantes em função da coleta de amostras, da quarteação e da determinação analítica. Para tanto, este autor realizou dois estudos distintos, sendo um deles sobre a contribuição das diferentes etapas da análise de uma mistura de grânulos na variância do seu resultado final, tendo verificado que a amostragem é importante na variação dos resultados para o nitrogênio e o fósforo, enquanto que para o potássio, o processo de quarteação de amostras se torna o mais importante.

II.2.1 – Erro tecnológico

De acordo com Montgomery (1997), qualquer processo produtivo possui uma variabilidade inerente e natural (*background noise*), que é decorrente de várias causas inevitáveis. Quando essa variabilidade é pequena, o desempenho do processo é aceitável. Outras fontes de variação podem ocorrer, no entanto, sendo três suas principais fontes: máquinas com ajuste inadequado, erros do operador e matérias-primas com defeito. Quando essas variações ocorrem é que se tem um processo não controlado, com variabilidade inaceitável.

No caso do erro tecnológico associado à produção de fertilizantes, Malavolta (1978) atribui a duas principais causas as variações encontradas entre as garantias e os teores observados nas análises dos fertilizantes minerais mistos: a incompatibilidade química do material e a segregação durante e depois da preparação do fertilizante.

De acordo com Trani & Trani (2011), a escolha dos fertilizantes que compõem a formulação NPK depende de alguns fatores, tais como o custo das matérias-primas, a compatibilidade entre elas, os teores de nutrientes que contêm, sua umidade, seu pH, a granulometria dos componentes e a composição química de cada um deles.

A compatibilidade entre dois fertilizantes se dá quando, ao serem misturados, não há comprometimento de suas propriedades físicas, químicas e físico-químicas. Assim, dois fertilizantes podem ser compatíveis, incompatíveis ou parcialmente compatíveis. Neste caso, eles podem ser misturados em proporções limitadas. Com relação aos teores de nutrientes das matérias-primas que compõem as formulações, estas devem ser analisadas para confirmação dos teores garantidos pelo fabricante antes de sua utilização na mistura, tendo em vista que uma diferença de um ponto percentual pode causar deficiência no teor garantido do produto final (Trani & Trani, 2011). A análise das matérias-primas é, inclusive, uma exigência do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (Art. 75, inciso X, do Anexo ao Decreto nº 4.954/2004 e inciso II, do Art. 26, do Anexo I a IN MAPA nº 05/2007). Isso inclui a determinação do teor de umidade dessas matérias-primas, que influi na ocorrência de empedramento e de empastamento nas formulações (Trani & Trani, 2011).

O pH dos fertilizantes utilizados na fabricação do fertilizante mineral misto também deve ser conhecido, tendo em vista que determinados valores de pH podem ocasionar a perda de nutrientes por causar seu desprendimento (N na forma de amônia, por exemplo) ou sua insolubilidade (Trani & Trani, 2011).

Um produto com especificação granulométrica “mistura de grânulos” é mais susceptível a variações que as misturas granuladas e que pós e farelados. Neste caso, as causas de variação são: dificuldade físico-química na mistura de quantidades diferentes de produtos com características físicas e químicas diferentes; ocorrência de reações químicas entre as matérias-primas; e absorção de umidade pelas camadas mais externas. Já no caso das misturas de grânulos, a dificuldade se dá pelas diferenças de densidade entre as matérias-primas, pelas diferenças na especificação granulométrica e pelas diferenças na forma e na umidade das partículas (Malavolta, 1978).

A segregação é, de acordo com Tosato (2006), a separação das partículas que compõem o fertilizante, causada por diferenças em suas propriedades físicas combinadas à sua movimentação durante as diversas etapas de fabricação de um fertilizante. Segundo Trani & Trani (2011), a diferença de diâmetro e de tamanho das partículas dos componentes das formulações são a principal causa de sua ocorrência na aplicação de fertilizantes no solo. Carvalho (1995) afirma que a falta de uniformidade no tamanho das partículas é o fator que mais favorece a ocorrência de segregação. Porém, de acordo com Malavolta (1978), a diferença no diâmetro das partículas das matérias-primas utilizadas, geralmente, não impede que seja feita uma boa mistura, apesar de esta poder segregar no próprio misturador. O uso de misturadores com eixo horizontal reduziria esse problema, tendo em vista que durante a descarga, a mistura continua sendo feita (Malavolta, 1978). Além disso, a escolha de matérias-primas com diâmetro de partículas parecido também pode diminuir o problema (Trani & Trani, 2011).

Já a segregação causada pelo transporte de fertilizantes pode influir de forma positiva ou negativa na qualidade química dos fertilizantes, aumentando ou diminuindo os teores de determinados nutrientes no produto devido à separação dos grânulos que compõem a mistura (Tosato, 2006). De acordo com Carvalho (1995), a segregação causa problemas tanto na aplicação dos fertilizantes no campo (aplicação de doses incorretas) como na obtenção de amostras representativas para realização de controle de qualidade. Segundo Hoffmeister (1976) citado por Carvalho (1995), o problema com a segregação pode ser reduzido de forma efetiva se a diferença máxima entre as curvas de distribuição granulométricas das matérias-primas utilizadas na mistura for de 10%.

II.2.2 – Erro de amostragem

Como na análise de solo, a amostragem tem grande influência no resultado obtido pelas análises de laboratório. No caso da amostragem, a maior dificuldade está na coleta de misturas de grânulos, quando comparada às demais especificações granulométricas e com fertilizantes simples e complexos. Os principais fatores que afetam a amostragem de fertilizantes são o tamanho da amostra, o local de coleta da amostra e a época em que o produto é amostrado (Malavolta, 1978).

De acordo com Malavolta (1978), o tamanho da amostra deve levar em conta dois fatores: o tamanho do lote amostrado e a heterogeneidade do produto. Quanto maior o tamanho do lote, maior deve ser o tamanho da amostra, e quanto mais heterogêneo, também maior deve ser a amostra. Embora em 1978 a legislação vigente fosse outra, continuam válidas as observações daquele autor sobre essa questão: as normas consideram, em grande parte, apenas o primeiro fator, não levando em conta a heterogeneidade do produto para a determinação do tamanho da amostra a ser coletada.

Quanto ao local de coleta, segundo Malavolta (1978), principalmente no caso dos fertilizantes minerais mistos, pode ser observada diferença de composição do produto até mesmo em locais diferentes dentro de um mesmo saco, problema estudado, em parte, por Tosato (2006). Já com relação à época de coleta, Malavolta (1978) afirma que o tempo entre a fabricação do produto e sua amostragem, as condições de clima e de armazenamento podem influir em características físicas e químicas do produto, tais como: o tamanho dos grânulos, sua consistência, a resistência à abrasão, a forma dos grânulos, o teor de nutrientes e sua solubilidade.

Para Montgomery (1997), o uso mais efetivo da amostragem (*acceptance sampling*) não é a inspeção da qualidade do produto. Esta, segundo o autor, deve ser uma ferramenta de auditoria para garantir que o resultado do processo produtivo está de acordo com requisitos mínimos. Além disso, a amostragem pode ser classificada em amostragem por variáveis ou amostragem por atributos. A primeira é baseada em características de qualidade que podem ser medidas em uma escala numérica (Montgomery, 1997) e é a forma utilizada na fiscalização de fertilizantes.

II.2.3 – Erro analítico

Com relação ao erro analítico, pode ser resultado do preparo da amostra, de erro do método analítico, de erro do analista e de erro instrumental. Com relação aos métodos analíticos, métodos fotométricos são mais sujeitos a erro que os volumétricos,

que estão mais sujeitos a erro que os gravimétricos (Malavolta, 1978). Carvalho (1995) observou que o método de análise do fósforo (gravimétrico) é mais preciso que o do nitrogênio (volumétrico) e o do potássio (fotométrico), confirmando, em parte, a afirmação de Malavolta (1978). Porém Carvalho (1995) também verificou que as maiores diferenças entre os resultados fornecidos pelos laboratórios ocorreram na determinação do teor de fósforo solúvel em citrato neutro de amônio mais água (CNA + H₂O). Segundo Kolthoff & Elving (1959) citados por Malavolta (1978), seria desejável que os métodos analíticos tivessem sua precisão determinada em função dos teores dos elementos. Para Malavolta (1978), a precisão do método é dada em função do tempo e do trabalho gastos na análise.

III - OBJETIVOS

III.1 - Objetivo geral:

Fornecer uma análise exploratória e descritiva dos dados de análises fiscais de fertilizantes dos anos de 2008 a 2010 para subsidiar possíveis mudanças na legislação que rege a fiscalização de fertilizantes, com relação à tolerância e à divergência dos resultados analíticos.

III.2 - Objetivos específicos:

- i) Verificar se as amostras referentes ao período de 2008 a 2010 estão dentro dos limites de tolerância estabelecidos pelo MAPA para as formulações mais frequentes, para os elementos N, P, K;
- ii) Verificar se os resultados analíticos obtidos pelo MAPA estão correlacionados com as garantias fornecidas pelos estabelecimentos produtores;
- iii) Verificar se os níveis de tolerância estabelecidos pelo MAPA estão sendo praticados;
- iv) Fornecer uma análise exploratória e descritiva dos dados de amostras referentes ao período de 2008 a 2010 analisadas pelo MAPA como indicadores de conformidade para os estabelecimentos avaliados;
- v) Fornecer uma análise exploratória e descritiva dos dados de amostras referentes ao período de 2008 a 2010 analisadas pelo MAPA como indicadores de contribuição das fontes de variação referentes aos fatores empresa, formulação e laboratório para a variação total dos resultados;

- vi) Apresentar uma técnica estatística capaz de reduzir possíveis vieses decorrentes do plano de amostragem utilizado na obtenção das amostras;
- vii) Analisar os dados de forma a verificar se o aceite ou não da mistura apresenta relação com o estabelecimento produtor, com o período da análise, com os componentes na mistura e com a combinação desses fatores;
- viii) Fornecer dados preliminares para a revisão de parâmetros para a legislação que rege a fiscalização de fertilizantes;
- ix) Fornecer dados preliminares para direcionar outros estudos na área.

IV – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANDRADE, R.R. **Utilização de métodos estatísticos na fiscalização do comércio de fertilizantes no Estado do Paraná**. Florianópolis, 2004. 135 p. (Dissertação de mestrado apresentada à Universidade Federal de Santa Catarina).

BRASIL. Decreto n. 4.954, 14 jan. 2004a. Aprova o Regulamento da Lei nº 6.894, de 16 de dezembro de 1980, que dispõe sobre a inspeção e fiscalização da produção e do comércio de fertilizantes, corretivos, inoculantes ou biofertilizantes destinados à agricultura, e dá outras providências. **Diário Oficial da União**, Brasília, p. 2, 15 jan. 2004. Seção 1.

BRASIL. Lei n. 6.894, 16 dez. 1980. Dispõe sobre a inspeção e fiscalização da produção e do comércio de fertilizantes, corretivos, inoculantes, estimulantes ou biofertilizantes, destinados à agricultura, e dá outras providências. **Diário Oficial da União**, Brasília, p. 25289, 17 dez.1980. Seção 1.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa n. 05, 23 fev. 2007a. Aprova as definições e normas sobre as especificações e as garantias, as tolerâncias, o registro, a embalagem e a rotulagem dos fertilizantes minerais destinados à agricultura. **Diário Oficial da União**, Brasília, p.10, 1 mar. 2007. Seção 1.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa n. 10, 6 mai. 2004b. Aprova as disposições sobre a classificação e os registros de estabelecimentos e produtos, as exigências e critérios para embalagem, rotulagem, propaganda e para prestação de serviço, bem como os procedimentos a serem adotados na inspeção e fiscalização da produção, importação, exportação e comércio de fertilizantes, corretivos, inoculantes e biofertilizantes, destinados à agricultura. **Diário Oficial da União**, Brasília, p.12, 12 mai. 2004. Seção 1.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa n. 27, 5 jun. 2006. Estabelece nos Anexos I, II, III, IV e V os limites no que se refere às concentrações máximas admitidas para agentes fitotóxicos, patogênicos ao homem, animais e plantas, metais pesados tóxicos, pragas e ervas daninhas. **Diário Oficial da União**, Brasília, p. 15, 9 jun. 2006. Seção 1.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa n. 28, 27 jul. 2007b. Aprova os Métodos Analíticos Oficiais para Fertilizantes Minerais, Orgânicos, Organo-Minerais e Corretivos. **Diário Oficial da União**, Brasília, p.11, 31 jul. 2007. Seção 1.

CARVALHO, F.J.P.C. **Fatores de variação dos resultados da análise química e granulométrica de fertilizantes**. Piracicaba, 1995. 68 p. (Dissertação de Mestrado apresentada à Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz – USP).

MALAVOLTA, E. **Fertilizantes: controle de qualidade**. São Paulo: ANDA, 1978. 39 p.

MONTGOMERY, D.C. **Introduction to statistical quality control**. Nova Iorque: John Wiley & Sons, 1997. 3. ed. 674 p.

SAAB, A.A.; PAULA, R. de A. O mercado de fertilizantes no Brasil: diagnósticos e propostas de políticas. In: **Revista de Política Agrícola**, Ano XVII, n° 2. Brasília: Secretaria Nacional de Política Agrícola, Companhia Nacional de Abastecimento, 2008. p. 5-24.

TRANI, P.E.; TRANI, A.L. **Fertilizantes: cálculo de fórmulas comerciais**. Campinas: Instituto Agrônomo, 2011. 29 p. (Série Tecnologia APTA. Boletim Técnico IAC, 208)

TOSATO, J.M.T. **Segregação no transporte de fertilizantes comercializados em embalagens “Big Bag”**. Ponta Grossa, 2006. 115 p. (Dissertação de Mestrado apresentada à Universidade Estadual de Ponta Grossa).

CAPÍTULO ÚNICO

ANÁLISE DE DADOS DE FISCALIZAÇÃO DE FERTILIZANTES (2008 – 2010) COMO SUBSÍDIO PARA O ESTABELECIMENTO DE NOVOS PARÂMETROS DE TOLERÂNCIA

**Mariana Coelho de Sena¹; Tairone Paiva Leão²; George Freitas von Borries³;
Osiris Turnes⁴**

¹Aluna de mestrado em Gestão de Solo, Água e Qualidade Ambiental da Faculdade de Agronomia e Medicina Veterinária da Universidade de Brasília – FAV-UnB, Campus Universitário Darcy Ribeiro, Instituto Central de Ciências Ala Sul, Caixa Postal 4.508, CEP: 70.910-960, Brasília, DF, maripacata@gmail.com.

²Professor Adjunto da Faculdade de Agronomia e Medicina Veterinária da Universidade de Brasília – FAV-UnB.

³Professor Adjunto do Departamento de Estatística da Universidade de Brasília – IE – EST - UnB

⁴Professora Aposentada do Departamento de Estatística da Universidade de Brasília – IE – EST - UnB

RESUMO

O Brasil é o quarto consumidor mundial de fertilizantes, sendo que o tipo mais consumido no país é o fertilizante mineral misto. Isto se deve ao menor custo de produção desse tipo de fertilizante e, conseqüentemente, ao menor preço para o consumidor final. Depois da atualização da legislação brasileira de fertilizantes em 2004, muitos produtores desses insumos afirmam que houve um aumento excessivo do rigor da legislação em relação à fiscalização dos teores de nutrientes nesses produtos. Assim, o objetivo geral desse trabalho foi fornecer uma análise exploratória e descritiva dos dados de análises fiscais de fertilizantes realizadas pelo Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento nos anos de 2008 a 2010 para subsidiar possíveis mudanças na legislação que rege a fiscalização de fertilizantes, com relação à tolerância e à divergência dos resultados analíticos. Para tanto, esses dados, separados por estabelecimento, formulação, laboratório, especificação granulométrica e período, foram submetidos a análises de estatística descritiva, regressão logística, ao teste de Wilcoxon e ao teste Z. A análise descritiva e os testes de Wilcoxon e Z demonstraram

que, de maneira geral, as garantias estabelecidas pelos produtores de fertilizantes são cumpridas. Já a regressão logística demonstrou que, para o nitrogênio e o fósforo analisados pelo laboratório 2, as variáveis “estabelecimento” e “formulação” influem no resultado final da análise (dentro ou fora da garantia), enquanto que para o potássio analisado pelo laboratório 2, apenas a variável “formulação” influi nesses resultados.

Palavras-chave: fertilizante mineral misto, regressão logística, teste de Wilcoxon, teste Z, estatística descritiva, fiscalização.

I – INTRODUÇÃO

O Brasil é o quarto maior consumidor mundial de fertilizantes (Saab & Paula, 2008) e é difícil imaginar que a produção e a produtividade agrícolas brasileiras possam manter-se nos atuais patamares sem a utilização desses insumos. Devido ao menor custo de produção, comparativamente aos demais tipos de fertilizantes, os minerais mistos, principalmente na forma de mistura de grânulos, ganharam espaço considerável no mercado brasileiro. Assim, a fiscalização desses insumos torna-se importante forma de controle para a manutenção da sua qualidade.

Define-se como fertilizante mineral misto, o produto resultante da mistura física de dois ou mais fertilizantes simples, complexos ou ambos (BRASIL, 2004a). A média do índice de conformidade desses produtos foi de, aproximadamente, 83%, tendo variado entre 74% e 92% ao longo dos últimos anos.

As empresas do setor de fertilizantes afirmam que houve um aumento do rigor da legislação, atualizada em 2004 por meio do Decreto nº 4.954/2004, o que seria causa do considerável número de inconformidades observado para os fertilizantes minerais mistos. Assim, reivindicam um aumento da tolerância aos resultados obtidos na análise fiscal desses insumos sob o argumento de que existe um erro inerente à análise do laboratório e à amostragem e que a tolerância comportaria apenas essas duas fontes de erros, sem considerar aquelas ligadas ao processo produtivo.

Em parte, a fiscalização de fertilizantes envolve sua coleta e análise química e física, sendo que estas ações seguem procedimentos definidos pela legislação pertinente. No caso da amostragem de fertilizantes, a Instrução Normativa (IN) MAPA nº 10/2004 estabelece a forma de coleta e a quantidade de produto a ser coletado, o que é feito utilizando-se sonda dupla perfurada de ponta cônica. O número de pontos de coleta de

amostra é definido com base na forma em que o fertilizante se encontra armazenado (em sacos ou a granel) e no tamanho do lote.

Das quatro sub-amostras obtidas na fiscalização, uma delas é utilizada na realização da análise fiscal, da qual o estabelecimento produtor do fertilizante pode discordar e solicitar a realização de uma análise pericial. Caso haja divergência (estabelecida pela IN MAPA n° 10/2004) entre o resultado da análise fiscal e o da análise pericial, mais uma análise pericial é realizada. Caso os resultados obtidos sejam menores que o tolerado, o produtor é autuado.

As tolerâncias são obtidas da seguinte forma: para macronutrientes (N, P₂O₅, K₂O, Ca, Mg e S), quando o teor garantido destes for igual ou menor que 5%, admite-se uma diferença de 15% para menos, em relação aos teores garantidos; quando estes teores forem superiores a 5% até 40%, a tolerância é de 10% para menos, sem exceder uma unidade; quando os teores garantidos ou declarados forem maiores que 40%, a tolerância é de uma unidade e meia para menos (BRASIL, 2007a). Ou seja, para um teor de macronutriente garantido de 6%, admite-se até 5,4%; para 20%, até 19% (10% de 20 excede uma unidade); e para 45%, até 43,5%. Quando os teores estão abaixo do tolerado, afirma-se que o produto está deficiente.

De acordo com Malavolta (1978), são três as fontes de variação nos fertilizantes responsáveis pelas diferenças para menos em relação aos teores garantidos ou declarados: erro tecnológico, erro de amostragem e erro analítico. Segundo esse autor, o erro tecnológico é aquele que ocorre na preparação do produto, o erro analítico advém dos desvios decorrentes da análise laboratorial dos produtos e o erro de amostragem provém da coleta e do preparo do material. Dessa forma, pode-se concluir que, no caso da fiscalização de fertilizantes, o erro analítico e o erro de amostragem são de responsabilidade do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento, e o erro tecnológico é de responsabilidade dos estabelecimentos produtores de fertilizantes.

Assim, o objetivo geral desse trabalho foi fornecer uma análise exploratória e descritiva dos dados de análises fiscais de fertilizantes dos anos de 2008 a 2010 para subsidiar possíveis mudanças na legislação que rege a fiscalização de fertilizantes, com relação à tolerância e à divergência dos resultados analíticos.

II - MATERIAL E MÉTODOS

II.1 – Obtenção dos dados

Foram utilizados, neste trabalho, dados compilados durante os anos de 2008, 2009 e 2010, resultantes das análises fiscais realizadas pelos seis laboratórios oficiais e credenciados do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). Em 2009, não foram informados os dados para os Estados do Amapá e da Paraíba, e em 2010, dos Estados de Alagoas, do Paraná e de Roraima. Não foram informados os dados para os Estados da Bahia, do Mato Grosso, do Rio Grande do Norte e de Santa Catarina para nenhum desses dois anos. Esses dados são resultado das análises fiscais das amostras coletadas pela fiscalização de rotina do MAPA. As coletas foram feitas de acordo com os procedimentos da IN MAPA n° 10/2004, sendo que seu quarteamento foi realizado em quarteador do tipo Jones e a coleta foi realizada por fiscais ou por representantes dos estabelecimentos fiscalizados sob a supervisão de fiscais. Havia amostras de fertilizantes armazenados a granel e amostras de fertilizantes ensacados. As amostras foram coletadas em estabelecimentos produtores, comerciantes e importadores. As análises física e química das amostras foram feitas seguindo a metodologia contida na IN SDA n° 28/2007.

Desses dados, separaram-se aqueles relativos à análise de fertilizantes minerais mistos, visto que representam a maior parte do que se consome no país. Os dados foram agrupados em uma planilha do Excel, mantendo as identificações relativas ao Estado onde as amostras foram coletadas e ao semestre em que foram analisadas. Quando havia dados relativos a amostras úmidas, estes foram excluídos por não serem analisados pelo laboratório. Os dados relativos à identificação de fiscais, laboratórios e estabelecimentos produtores foram codificados, uma vez que não é objetivo desse trabalho identificar empresas que apresentaram produtos fora da garantia. A codificação foi feita da seguinte forma: o primeiro número representa o grupo ao qual a empresa pertence e o(s) número(s) que seguem o ponto, as diferentes filiais, numeradas aleatoriamente. Com relação aos laboratórios em que as análises foram realizadas, essa informação foi obtida indiretamente por meio do Estado onde a amostra foi coletada. Sua codificação foi feita numerando-se aleatoriamente os laboratórios de 1 a 6.

Os teores de nitrogênio, fósforo e potássio foram representados como formulações, maneira utilizada corriqueiramente no meio agrícola, ou seja, na forma N-P₂O₅-K₂O. Dessa forma, para uma formulação 05-15-20, o produto contém 5% de N, 15% de P₂O₅ e 20% de K₂O em base massa.

Assim, obteve-se um total de 9014 séries de dados contendo informações sobre: o semestre em que o produto foi analisado; o estabelecimento responsável por sua produção; o laboratório responsável por sua análise fiscal; a quantidade de produto representada pela amostra coletada; a especificação granulométrica do produto (quando informada pela fiscalização); a formulação do produto; as garantias de nitrogênio, pentóxido de fósforo solúvel em CNA + água ou em ácido cítrico ou em água ou teor total, óxido de potássio, cálcio, magnésio, enxofre, micronutrientes e silício; os resultados das análises desses parâmetros e da especificação granulométrica; e o resultado final do certificado de análise de fiscalização.

II.2. Análises estatísticas

II.2.1. Análise exploratória dos dados

Inicialmente, por meio de análise de frequência, foram determinadas as formulações mais frequentemente coletadas para análise fiscal e as empresas com maior número de coletas. Essa análise foi realizada para que dados mais uniformes fossem analisados conjuntamente. Além disso, foram utilizados gráficos de Pareto para ilustrar a seleção dos estabelecimentos e das formulações mais frequentes.

Os dados foram analisados, inicialmente, por meio de análise estatística descritiva, conjuntamente, mas considerando apenas os dados dos macronutrientes primários (nitrogênio, fósforo e potássio) e, posteriormente, separados por formulação, por laboratório e por estabelecimento. Foram determinados a média, o erro padrão, a mediana, a moda, a variância, o desvio-padrão, a curtose, a assimetria, a amplitude, o valor mínimo e o valor máximo e o 1º e 3º quartis (Moore, 2000).

As medidas calculadas para avaliar a tendência central foram a média e a mediana. A média é calculada pela soma de todos os valores das observações dividida pelo número total de observações. Já a mediana é dada da seguinte forma: os valores são ordenados em ordem crescente; se a quantidade de dados for ímpar, a mediana será o valor localizado na observação $(n+1)/2$; se a quantidade de dados for par, a mediana será dada pela média das duas observações centrais, ou seja, a média da observação $n/2$ e a próxima observação. Para avaliar se as distribuições são simétricas, verificou-se se os dados possuíam valores de média e mediana muito próximos ou iguais (Moore, 2000).

As medidas de dispersão (amplitude, quartis, variância e desvio padrão) foram utilizadas para verificar a variabilidade dos dados. A amplitude foi dada pela diferença

entre o maior e o menor valor observado. Já os quartis delimitam a metade central dos dados, ou seja, o primeiro quartil é a observação que tem 25% dos dados e o terceiro quartil, 75%. O desvio padrão, que mede a dispersão dos dados em relação à média, ou seja, verifica quão afastadas as observações estão da média, foi dado pela raiz quadrada da variância (s^2). Esta foi calculada pela média dos quadrados dos desvios das observações em relação à média:

$$s^2 = \frac{\sum (x_n - \bar{x})^2}{(n-1)} \quad (1)$$

Em que n = número de observações, x_n = n ésima observação e \bar{x} = média dos dados.

A frequência de resultados de análises dentro da tolerância admitida e abaixo e acima dela para todos os dados foi calculada dividindo-se o número de valores dentro, abaixo ou acima do tolerado pelo total de observações. Posteriormente, foram calculadas as frequências por formulação (as mais frequentes), por empresa (as mais frequentes), por laboratório, por período e por especificação granulométrica, para que se tivesse indícios de possíveis vieses nos resultados. Ainda para verificar possível correlação entre as frequências obtidas e os preços praticados no mercado, para confirmar ou refutar a hipótese de que as empresas fazem compensação de nutrientes para aumentar seu lucro, realizou-se a análise da Correlação de Pearson para os dados do laboratório que continha o maior número de dados. Para o nitrogênio, foram utilizados os preços das matérias-primas sulfato de amônio, uréia e nitrato de amônia, sendo os preços obtidos no Anuário da ANDA (ANDA, 2010; ANDA, 2009; ANDA, 2008). Para o fósforo, foram utilizadas as matérias-primas fosfato monoamônio (MAP), superfosfato simples (SSP) e superfosfato triplo (SST). Já para o potássio, utilizou-se apenas dados do cloreto de potássio (KCl), por ser a principal matéria-prima utilizada na fabricação dos fertilizantes minerais mistos.

Foi também avaliada a posição da tolerância e da divergência em relação ao desvio-padrão. O valor da tolerância foi calculado sobre o teor de nutriente garantido, conforme previsto pela IN MAPA nº 05/2007, e a divergência foi calculada sobre a média de cada uma das formulações mais frequentes, conforme previsto no Art. 31, da IN MAPA nº 10/2004. Os valores obtidos para cada uma das formulações e cada um dos macronutrientes primários foram divididos pelos respectivos desvios-padrão. Com isso, foi possível determinar quantos desvios-padrão estão contidos na tolerância e na divergência admitidas para cada uma das formulações NPK, tornando esses dois parâmetros comparáveis.

Foi feita uma análise de correlação (Correlação de Pearson) para avaliar como os resultados das análises para cada um dos nutrientes se comportam, quando comparados entre si (Moore, 2000). Essa análise foi feita separadamente para cada um dos macronutrientes primários com todos os dados e com os dados das formulações mais frequentes.

A correlação entre duas variáveis quantitativas, utilizada para medir a intensidade e a direção da relação linear entre elas (Correlação de Pearson), foi calculada da seguinte forma (Moore, 2000):

$$r = \frac{1}{n-1} \sum \left(\frac{x_i - \bar{x}}{s_x} \right) \left(\frac{y_i - \bar{y}}{s_y} \right) \quad (2)$$

Em que r = correlação, n = número de observações, x_i = *iésimo* valor de x , \bar{x} = média da variável x , y_i = *iésimo* valor de y , \bar{y} = média da variável y , s_x = desvio padrão de x , s_y = desvio padrão de y . Quando r é maior que zero, a correlação é positiva, sendo que, se uma variável aumenta, a outra também; quando menor que zero, a correlação é negativa, ou seja, o aumento de uma variável implica no decréscimo de outra (Moore, 2000).

Foram também empregadas análises de regressão logística (Ott & Longnecker, 2001; Hosmer & Lemeshow, 2000), técnicas de controle de qualidade (Montgomery, 1997) e testes de hipóteses (Conover, 1980) para análise do comportamento dos dados.

Todas as análises estatísticas foram realizadas utilizando-se o Microsoft Excel (2003) e o programa estatístico SAS licenciado pela Universidade de Brasília.

II.2.2. Regressão logística

Para realizar a análise de regressão logística, selecionou-se o laboratório que continha o maior número de observações. Dentro desse laboratório, selecionou-se apenas os estabelecimentos que correspondessem a pelo menos 2% dos dados e as formulações que correspondessem a pelo menos 1%, para que houvesse dados suficientes para a realização da análise.

A regressão logística é utilizada para avaliar a associação entre uma resposta binária e variáveis explicativas. No caso deste trabalho, a resposta era “dentro” ($y = 1$), para indicar que a amostra estava dentro da tolerância estabelecida pela IN MAPA nº 05/2007, ou “fora” ($y = 0$), quando o resultado da análise fiscal indicava um valor acima ou abaixo do tolerado. Apesar de a legislação não considerar “fora” o resultado acima do limite de tolerância (por exemplo, um valor acima de 21, para uma garantia de 20%), este foi considerado como tal, por entender-se que isso poderia representar uma perda

de recurso natural não renovável e uma perda financeira para os fabricantes de fertilizantes.

No modelo de regressão logística, o logaritmo neperiano da razão de chances está relacionado com as variáveis explicativas por um modelo linear (Ott & Longnecker, 2001). A razão de chances ou razão dos produtos cruzados é a razão entre a chance de um evento ocorrer em um grupo e a chance de ocorrer em outro grupo, sendo que chance é a probabilidade de um evento ocorrer dividida pela probabilidade do evento não ocorrer.

Considerando apenas uma variável independente, se $p(x)$ é a probabilidade de y ser igual a 1 quando a variável independente é igual a x , tem-se que:

$$\ln\left(\frac{p(x)}{1-p(x)}\right) = \beta_0 + \beta_1 x \quad (3)$$

Transformando-se a equação (3) para que fique em função de $p(x)$, tem-se que:

$$p(x) = \frac{e^{\beta_0 + \beta_1 x}}{1 + e^{\beta_0 + \beta_1 x}} \quad (4)$$

O β_0 representa o intercepto, o qual permite estimar a probabilidade de um evento associado com $y = 1$, quando $x = 0$. Já o β_1 mede o grau de associação entre a probabilidade de ocorrência de um evento e o valor da variável independente x .

Nesse trabalho, consideraram-se como variáveis independentes “estabelecimento”, “período”, “especificação granulométrica” e “formulação”. Assim, verificou-se quais dessas variáveis eram significativas para o modelo proposto para cada um dos macronutrientes testados. Além disso, determinou-se o qui-quadrado da razão de verossimilhança para o modelo final e o qui-quadrado de Wald para cada um dos efeitos significativos, sendo que a razão de verossimilhança compara o ajuste de dois modelos. Posteriormente, comparou-se dois a dois cada um dos “níveis” das variáveis independentes, verificando-se se esses níveis eram significativamente diferentes (Ott & Longnecker, 2001; Hosmer & Lemeshow, 2000). Assim, no caso da variável “formulação”, considerou-se como “níveis” cada uma das formulações analisadas (por exemplo, uma formulação 04-14-08 seria considerado um nível da variável formulação). Ou seja, os níveis são os diferentes tipos de estabelecimentos, períodos, especificações granulométricas e formulações.

II.2.3 – Testes de hipóteses

A Estatística é utilizada, em grande parte, para que sejam tomadas decisões a respeito de uma população, com base em amostras. Para isso, no entanto, é necessário a formulação de uma hipótese, ou seja, uma suposição a respeito da população. Um teste de hipóteses é aquele que auxilia na decisão quanto à aceitação ou rejeição de uma hipótese previamente formulada (Banzatto & Kronka, 1995).

A todo teste de hipóteses existe um erro tipo I e um erro tipo II associado. O erro tipo I consiste em rejeitar uma hipótese verdadeira, e o erro tipo II, em aceitar uma hipótese falsa. À ocorrência de cada um desses erros existe uma probabilidade associada, mas normalmente apenas o erro tipo I é controlado, por meio do nível de significância do teste (α). O nível de significância representa a probabilidade máxima a que se sujeita cometer um erro tipo I (Montgomery, 1997; Banzatto & Kronka, 1995).

Os testes de hipóteses podem ser paramétricos ou não-paramétricos, mas os mais conhecidos são os testes paramétricos, os quais exigem uma distribuição de probabilidade conhecida para serem utilizados. No método paramétrico, os valores de α estão associados aos valores da distribuição de probabilidade que mais se aproxima dos dados. Existem valores tabelados para diversos tipos de distribuições de probabilidade.

Os métodos não-paramétricos são aqueles que podem ser utilizados em uma variável aleatória cuja distribuição não é conhecida. Ou seja, não há uma dependência quanto à distribuição de probabilidade dos dados para que sejam aplicados, sendo chamados, por alguns autores, como *distribution-free* (Conover, 1980).

Neste trabalho, para os casos em que a distribuição não pôde ser determinada, o método utilizado foi o Teste de Wilcoxon também conhecido como *signed rank*. Nesse teste, os dados são transformados em uma variável dicotômica (+, -, por exemplo) e são comparados com a mediana ($\tilde{\mu}_0$) ou com a média, em casos especiais. Assim, os dados são comparados aos pares, anotando-se se as diferenças são negativas ou positivas e considerando o tamanho das diferenças positivas em relação às negativas. A distribuição das diferenças deve ser simétrica (nesse caso, o valor da média coincide com o da mediana) e a da população deve ser de natureza contínua e simétrica. O teste de Wilcoxon testa se uma amostra provém de uma população com determinada mediana (ou média) (Conover, 1980). Assim, considerou-se como valor alvo o teor de nutriente garantido pelo estabelecimento produtor de fertilizante. Utilizou-se, então, os resultados das análises fiscais para verificar se as garantias estavam realmente sendo cumpridas.

As diferenças são dadas por:

$$d_i = x_i - \tilde{\mu}_0 \quad (5)$$

Onde d_i é a diferença da *iésima* comparação, x_i é o *iésimo* valor da variável x e $\tilde{\mu}_0$ é a mediana da população.

Os valores absolutos das diferenças d_i foram então ordenados de forma crescente, sendo atribuída a cada uma delas um número de ordem e o sinal $-$ ou $+$, conforme a diferença d_i fosse negativa ou positiva. Quando a soma dos números de ordem relativos às diferenças positivas foi muito maior ou muito menor que a soma dos números de ordem das diferenças negativas, aceitou-se a hipótese alternativa e considerou-se que a mediana (ou média) da amostra era diferente do valor alvo. Nos casos contrários, a hipótese nula não pôde ser rejeitada.

A estatística do teste é dada por:

$$T = \frac{\sum_{i=1}^n R_i}{\sqrt{\sum_{i=1}^n R_i^2}} \quad (6)$$

Em que T é o resultado do teste para os resultados positivos ou para os resultados negativos e R_i é o número de ordem da diferença d_i .

Para a aplicação deste teste, utilizaram-se como base os resultados obtidos com a regressão logística para o laboratório com maior número de dados. Assim, aqueles estabelecimentos e, ou formulações que obtiveram grande número de diferenças significativas em comparação com os outros estabelecimentos e as outras formulações foram pré-selecionados. Com isso, cruzaram-se os dados de estabelecimentos e formulações e foram selecionados para análise aqueles que continham um conjunto de dados maior ou igual a 30 observações. Aplicou-se, então, o teste de normalidade de Kolmogorov-Smirnov. Para os dados que não apresentaram distribuição aproximadamente normal, aplicou-se o teste de Wilcoxon e, para os que apresentaram distribuição aproximadamente normal, aplicou-se o teste Z .

Para a realização do teste Z , calculou-se, primeiramente, a média e o desvio-padrão da combinação entre estabelecimento e formulação, cuja distribuição probabilística era normal. Passou-se, então, ao cálculo do Z , conforme (Moore, 2000):

$$Z = \frac{\bar{x} - \mu}{\sigma / \sqrt{n}} \quad (7)$$

Em que \bar{x} é a média do conjunto de dados, μ é o teor de nutriente garantido e σ é o desvio-padrão do conjunto de dados.

Os valores de Z obtidos foram comparados com os valores tabelados de Z para verificar se os resultados eram significativos ou não, sendo que os resultados não significativos indicam que não se pode rejeitar a hipótese de que o teor observado não difere do teor garantido.

III – RESULTADOS E DISCUSSÃO

III.1 – Análise exploratória

III.1.1 – Análise de frequência

Os estabelecimentos produtores e as formulações foram objeto de estudo nesse trabalho de pesquisa. E foram selecionados com base em gráficos de Pareto (Anexo A), sendo selecionados onze formulações e dez estabelecimentos produtores.

Da análise de frequência dos dados, observou-se que as onze formulações que obtiveram maior número de observações foram, em ordem decrescente: 20-00-20 (389 observações), 04-14-08 (388 observações), 20-05-20 (366 observações), 02-20-20 (228 observações), 10-10-10 (183 observações), 05-20-20 (160 observações), 02-20-18 (157 observações), 08-28-16 (149 observações), 20-04-18 (133 observações), 08-20-20 (109 observações) e 20-00-10 (102 observações). Segundo Trani & Trani (2011), as formulações mais encontradas no comércio para adubação de plantio são: 04-14-08, 08-28-16, 05-30-10, 05-30-15, 04-20-20 e 05-25-25. Observa-se que duas das formulações mais comercializadas estão entre as onze com maior número de dados de coleta e uma é bastante próxima de uma das onze. Ainda segundo os autores citados, no caso das formulações com uso na adubação de cobertura, as mais encontradas são: 20-05-20, 20-00-20, 20-05-15, 14-07-28, 12-06-12, 10-10-10 e 15-15-15. Novamente, observa-se a coincidência de formulações. Pode-se concluir que, as formulações coletadas pela fiscalização são também as mais comercializadas. Ou seja, há uma boa representatividade na fiscalização do que se utiliza na agricultura brasileira. Quanto aos estabelecimentos com maior número de dados de coleta de amostra, tem-se aqueles codificados como 9.3, 3.7, 8.13, 9.4, 71.0, 18.0, 11.4, 11.2, 8.5 e 98.0, em ordem decrescente.

III.1.2 – Sumários estatísticos

Os valores de média, erro padrão, mediana, moda, variância, desvio-padrão, curtose, assimetria, amplitude (ou intervalo), mínimo e máximo e 1º e 3º quartis para macronutrientes primários por formulação são dados pelas Tabelas 1B a 3B (Anexo B).

Com exceção da formulação 20-04-18, todas as demais formulações apresentaram média para o teor de nitrogênio acima dos teores garantidos. Com relação à moda, observa-se que para teores de nitrogênio menores que quinze, esta é sempre maior que o teor garantido, com exceção da formulação 04-14-08, sendo que o contrário é observado para teores garantidos maiores que 15%.

Novamente, no caso do fósforo, observa-se que para todas as formulações, com exceção da 10-10-10, a média para o teor observado é maior que o teor garantido. Também como no caso do nitrogênio, para a formulação 10-10-10, apesar de a média dos valores observados ser menor que o teor garantido, esses valores estão próximos. Quanto à moda, observa-se relação inversa àquela observada para o nitrogênio: teores maiores que 15% apresentaram, de maneira geral, moda maior que o teor garantido, sendo o contrário observado para os menores que 15%.

O potássio se comportou de forma diferente do fósforo e do nitrogênio. A maior parte das formulações apresentou teor médio igual ou menor que o teor garantido. Também para a moda, os valores observados foram, para a maioria das formulações, menores que os teores garantidos.

Esse resultado pode indicar que a observação feita por Malavolta (1978) é válida: métodos de análise fotométricos estão mais sujeitos a erros analíticos que os gravimétricos e volumétricos. A análise do potássio é feita por fotometria de chama. Por outro lado, Tosato (2006), que verificou a influência das diferentes formas de amostragem nos resultados analíticos obtidos pela fiscalização, atribuiu o fato de não serem encontrados os teores garantidos de K_2O em nenhuma das formas de coleta analisadas ao formato irregular da matéria-prima utilizada (KCl), que por não ser esférica, dificultaria a fluidez do produto na entrada do calador (instrumento utilizado na coleta de amostras), caso este não esteja com os furos voltados para cima na amostragem. Esses resultados divergem do que seria esperado de acordo com Silva (1984) citado por Carvalho (1995), que afirma que os fertilizantes fosfatados apresentam variações em sua composição, por serem obtidos de rochas fosfáticas com composição química e mineralógica bastante diversificada. Ainda de acordo com esse autor, a variação na composição dos fertilizantes potássicos seria menor que aquela

observada para os fosfatados, apesar de aqueles terem sua origem também no beneficiamento de rochas. Diferem também dos resultados obtidos por Quackenbush *et al.* (1966) citados por Carvalho (1995) que observaram, em um interlaboratorial, uma menor precisão na determinação de nitrogênio, em comparação com o fósforo e o potássio. Carvalho (1995) observou uma maior diferença entre os resultados dos laboratórios na determinação de fósforo solúvel em citrato neutro de amônio mais água.

Outra hipótese é que o cloreto de potássio, matéria-prima mais utilizada como fonte desse nutriente nos fertilizantes minerais mistos, por apresentar maior irregularidade em termos de formato de grãos, poderia causar maiores problemas de segregação, influenciando nos teores finais desse elemento nos produtos. De acordo com UNIDO-IFDC (1998), no entanto, vários estudos demonstraram que a combinação do tamanho das partículas das matérias-primas da mistura é o fator mais importante na produção de misturas resistentes à segregação. Como os dados não contêm informações sobre as matérias-primas utilizadas na mistura, não é possível confirmar tais hipóteses.

Os resultados da estatística descritiva por estabelecimento e macronutriente primário são aqueles observados nas Tabelas 4B a 6B (Anexo B). Como se observa nessas Tabelas, as médias de nutrientes são bastante diferentes entre os estabelecimentos avaliados. Isso era esperado, tendo em vista que as empresas produzem formulações distintas.

Para os laboratórios, os resultados da estatística descritiva são aqueles contidos nas Tabelas 7B a 9B (Anexo B). Com relação à média do teor de nitrogênio, observa-se que esta varia consideravelmente. Provavelmente, essa diferença pode estar relacionada com as culturas mais representativas de cada região, já que as análises fiscais são, de maneira geral, regionalizadas. Assim, os laboratórios com teores médios de N mais baixos estão localizados em regiões onde a soja é uma cultura importante, por exemplo. Também se observa uma variação considerável para o fósforo e que regiões que produzem as mesmas culturas possuem médias parecidas. Já para o potássio, observa-se que a média é bastante parecida para os diferentes laboratórios. O erro padrão de todos os laboratórios é bastante semelhante, variando de 0,1 a 0,4. Para a maioria deles, observa-se uma tendência de erro padrão maior para os resultados de fósforo. Com algumas exceções, observa-se que a mediana e a média são bem próximas.

III.1.3 – Posição da tolerância e da divergência em relação ao desvio-padrão

Para cada uma das onze formulações e considerando cada um dos macronutrientes primários, calculou-se a posição da tolerância e da divergência em relação ao desvio-padrão dos dados observados. A tolerância foi calculada de acordo com o exposto no artigo 16 da IN MAPA nº 05/2007 (item II.1.4) considerando-se o teor garantido pelo produtor do fertilizante e a divergência, de acordo com o artigo 31 da IN MAPA nº 10/2004 (Tabela 4, item II.1.3), considerando-se as médias obtidas na análise exploratória dos dados para cada uma das formulações. Os resultados são dados nas Tabelas 7 a 9. Por meio desse cálculo, foi possível tornar esses dois parâmetros comparáveis e ter um indício sobre sua adequação, em termos de parâmetros para aceitação ou rejeição de amostras de fertilizantes.

Tabela 7. Valores de tolerância e de divergência, em relação ao nitrogênio (N Total), para os teores observados.

Formulação	Tolerância	T/s⁽¹⁾	Divergência	D/s⁽²⁾
20-00-20	1,00	0,84	1,01	0,84
04-14-08	0,60	0,76	0,68	0,86
20-05-20	1,00	0,69	1,01	0,69
02-20-20	0,30	0,60	0,38	0,75
10-10-10	1,00	0,94	1,05	0,99
05-20-20	0,75	1,08	0,81	1,17
02-20-18	0,30	0,60	0,38	0,76
08-28-16	0,80	0,77	0,84	0,81
20-04-18	1,00	0,95	1,00	0,95
08-20-20	0,80	0,93	0,83	0,96
20-00-10	1,00	0,88	1,01	0,89
Média		0,82		0,88

⁽¹⁾Tolerância sobre desvio-padrão; ⁽²⁾ Divergência sobre desvio-padrão

Tabela 8. Valores de tolerância e de divergência, em relação ao fósforo (P₂O₅), para os teores observados.

Formulação	Tolerância	T/s⁽¹⁾	Divergência	D/s⁽²⁾
04-14-08	1,00	0,81	0,20	0,58
20-05-20	0,75	0,79	0,80	0,83
02-20-20	1,00	0,91	1,01	0,92
10-10-10	1,00	0,61	0,98	0,60
05-20-20	1,00	1,05	1,01	1,05
02-20-18	1,00	0,70	1,02	0,71
08-28-16	1,00	0,34	1,00	0,34
20-04-18	0,60	0,52	0,71	0,61
08-20-20	1,00	0,78	1,00	0,78
Média		0,72		0,71

⁽¹⁾Tolerância sobre desvio-padrão; ⁽²⁾ Divergência sobre desvio-padrão

Tabela 9. Valores de tolerância e de divergência, em relação ao potássio (K₂O), para os teores observados.

Formulação	Tolerância	T/s⁽¹⁾	Divergência	D/s⁽²⁾
20-00-20	1,00	0,49	0,97	0,47
04-14-08	0,80	0,72	0,81	0,73
20-05-20	1,00	0,49	0,98	0,48
02-20-20	1,00	0,71	1,00	0,71
10-10-10	1,00	0,70	1,00	0,70
05-20-20	1,00	0,80	1,01	0,81
02-20-18	1,00	0,50	0,91	0,45
08-28-16	1,00	0,48	0,80	0,39
20-04-18	1,00	0,55	0,86	0,47
08-20-20	1,00	0,71	1,01	0,72
20-00-10	1,00	0,73	1,00	0,73
Média		0,63		0,61

⁽¹⁾Tolerância sobre desvio-padrão; ⁽²⁾Divergência sobre desvio-padrão

De acordo com Malavolta (1978), a tolerância deveria levar em conta o erro analítico, o erro amostral e o erro tecnológico inerentes a essas ações. Entende-se, no entanto, que as ações de responsabilidade do MAPA são apenas a coleta e a análise de amostras. Portanto, os erros inerentes a essas duas ações deveriam compor a tolerância. Já para a divergência, deveria ser levado em conta apenas o erro analítico, visto que esse parâmetro é utilizado para determinar se uma segunda análise do produto deve ser feita durante a análise pericial e que o erro amostral, em tese, já é considerado na determinação das porcentagens de tolerância. Analisando os dados das Tabelas 7 a 9, verifica-se que, quando o teor de nutriente obtido na análise da amostra é igual ou maior que o teor garantido, a variação admitida pela tolerância e pela divergência é igual. A princípio, isso não traria prejuízo aos fiscalizados, mas demonstra certa inadequação ou das tolerâncias estabelecidas ou das divergências. Segundo Andrade (2004), a tolerância estabelecida para as análises fiscais deve ser justificada pelo princípio estatístico do intervalo de confiança, que por depender da variabilidade da mistura do fertilizante e do processo de amostragem, deve possuir variabilidade e limites de tolerância distintos para os diferentes nutrientes garantidos. Esse autor considera ainda que deveria haver uma diferença entre a tolerância admitida para fertilizantes coletados no comércio e aquela admitida para fertilizantes coletados na indústria, uma vez que a variabilidade encontrada para aqueles fertilizantes é maior por estarem sujeitos a processos que aumentam a segregação.

Em algumas áreas do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento, não é considerada a divergência, mas os resultados analíticos são dados considerando-se o

erro analítico². Assim, tem-se um intervalo dentro do qual as amostras são consideradas de acordo com a legislação. Como não se conseguiu verificar como os parâmetros de divergência foram estabelecidos, parece mais adequada a aferição de um erro analítico, ainda que determinado para todos os laboratórios da rede oficial de laboratórios de análise de fertilizantes (a exemplo do que é feito pela União Européia²), e a informação dos resultados considerando-se esse erro analítico. Assim, uma amostra seria considerada “fora” das garantias caso o resultado obtido indicasse um valor menor que aquele intervalo obtido em sua análise.

III.1.4 – Correlação de Pearson

A correlação entre nitrogênio, fósforo e potássio foi feita separadamente por formulação e, posteriormente, com todos os dados relativos aos fertilizantes minerais mistos, considerando-se os macronutrientes primários (nitrogênio, fósforo e potássio) (“geral”). Verifica-se uma correlação negativa e significativa entre nitrogênio e potássio para a maioria das formulações analisadas (Tabela 10). Isso pode indicar alguma relação em termos de segregação para as fontes desses nutrientes ou pode indicar uma compensação, ou seja, com o aumento do preço de uma matéria-prima, aumenta-se a quantidade de outra mais barata para que não ocorra deficiência na soma de nutrientes. A matéria-prima com maior custo é colocada de maneira que diminua o custo de produção, mas mantenha o teor garantido dentro da tolerância admitida. Essa compensação pode ser verificada nas ordens de produção dos fertilizantes e é prática proibida pelo Decreto nº 4.954/2004: “Art. 27. O produtor não poderá tirar vantagem das tolerâncias admitidas em relação às garantias do produto, por ocasião de sua fabricação”.

² Mauricio, A. Q. (Coordenação Geral de Apoio Laboratorial, Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento), informação pessoal, 2012.

Tabela 10. Correlação entre os macronutrientes primários, por formulação e geral (correlação de Pearson seguida de nível de significância associado entre parênteses).

Formulação		N	P	K
20-00-20	N	1		
	P	-	-	
	K	-0,41 (<0,001)	-	1
04-14-08	N	1		
	P	-0,14 (0,0055)	1	
	K	-0,17 (0,0011)	-0,02 (0,73)	1
20-05-20	N	1		
	P	-0,19 (0,0003)	1	
	K	-0,41 (<0,0001)	0,02 (0,68)	1
02-20-20	N	1		
	P	0,14 (0,0345)	1	
	K	-0,03 (0,69)	-0,36 (<0,0001)	1
10-10-10	N	1		
	P	-0,28 (0,0001)	1	
	K	-0,35 (<0,0001)	0,20 (0,0055)	1
05-20-20	N	1		
	P	0,07 (0,39)	1	
	K	-0,13 (0,09)	-0,18 (0,0214)	1
02-20-18	N	1		
	P	0,32 (<0,0001)	1	
	K	-0,09 (0,25)	-0,36 (<0,0001)	1
08-28-16	N	1		
	P	0,20 (0,0128)	1	
	K	-0,23 (0,0053)	-0,01 (0,90)	1
20-04-18	N	1		
	P	-0,21 (0,0133)	1	
	K	-0,39 (<0,0001)	0,20 (0,0230)	1
08-20-20	N	1		
	P	-0,21 (0,0327)	1	
	K	-0,36 (0,0001)	0,14 (0,14)	1
20-00-10	N	1		
	P	-	-	
	K	-0,22 (0,0237)	-	1
Geral	N	1		
Geral	P	-0,63 (<0,0001)	1	
Geral	K	0,06 (<0,0001)	-0,10 (<0,0001)	1

III.1.5 – Análise de frequência

Com relação à frequência de resultados dentro, acima e abaixo do tolerado, considerando-se todos os dados de fertilizantes minerais mistos, e apenas aqueles relativos aos macronutrientes primários (nitrogênio, fósforo e potássio), obteve-se os resultados contidos na Tabela 11.

Tabela 11. Resultado da análise de frequência de resultados de análise abaixo, dentro e acima do tolerado, para todos os dados.

Nutriente	Resultado (em relação ao teor tolerado)			n
	Abaixo (%)	Dentro (%)	Acima (%)	
N	3,2	67,9	28,9	7804
P ₂ O ₅	8,8	64,7	26,5	6631
K ₂ O	11,7	66,6	21,7	8197

n = número de observações.

Para esses nutrientes, no caso de fertilizantes minerais mistos sólidos para aplicação no solo, de acordo com a legislação vigente, valores acima da tolerância não são considerados infrações. No entanto, para fins desse trabalho, considerou-se que esses valores também não são adequados, tendo em vista o desperdício de recurso não renovável e o possível prejuízo econômico associado. Assim, se levarmos em consideração o que preconiza a legislação, tem-se que a frequência de conformidade para o N é de 96,8%, para o P₂O₅ é de 91,2% e para o K₂O é de 88,3%, ou seja, em média, 92,1% dos fertilizantes minerais mistos analisados entre 2008 e 2010 estavam dentro das tolerâncias admitidas pela legislação. No entanto, ao se considerar que os valores acima do tolerado também estão fora do garantido, tem-se uma conformidade média de apenas 66,4% para os macronutrientes primários (nitrogênio, fósforo e potássio) dos fertilizantes minerais mistos.

Andrade (2004) trabalhou com dados da fiscalização de comerciantes de fertilizantes no Paraná entre os anos de 1997 e 2001 e verificou que, em média, 20,9% dos fertilizantes comercializados naquele Estado estavam fora das tolerâncias admitidas. Essa diferença pode ser atribuída, como mencionado pelo próprio autor, ao fato que os fertilizantes disponíveis no comércio estão mais sujeitos a variações causadas pela segregação que aqueles coletados na indústria. Boa parte dos dados do Ministério da Agricultura se refere a coletas realizadas na própria indústria. Para o nitrogênio, aquele autor obteve, para dados coletados no comércio, uma frequência de conformidade de 95,9%, pouco menor que aquela observada neste trabalho; para o fósforo, 88,3% de conformidade, bem abaixo do obtido neste trabalho; e para o potássio, 93,7%.

Corroborando os resultados obtidos por meio das outras análises, o potássio é o nutriente com maior número de análises abaixo do tolerado, diferentemente do observado por Andrade (2004) para as análises da fiscalização do Paraná, que teve mais resultados abaixo do tolerado para o fósforo. As hipóteses para esses resultados já foram levantadas anteriormente. No entanto, ao considerarmos que os valores acima da tolerância também são resultados inaceitáveis, tem-se que o fósforo é o nutriente com menor número de resultados dentro do tolerado. Isso se dá porque este elemento possui muitos resultados tanto acima como abaixo das tolerâncias estabelecidas, o que pode ser resultado da grande variabilidade da matéria-prima utilizada, que provém de rochas. Outra hipótese, levantada por Andrade (2004) tem relação com o processo de cura do fósforo, que afeta sua solubilidade e demanda tempo.

Essas análises de frequência também foram feitas separadamente por estabelecimento, laboratório, período, formulação, especificação granulométrica e considerando apenas o laboratório 2 (maior volume de dados).

No caso dos 11 estabelecimentos com maior frequência de análise, os resultados estão apresentados nas Figuras 2 a 4 e nas Tabelas 1C a 3C (Anexo C).

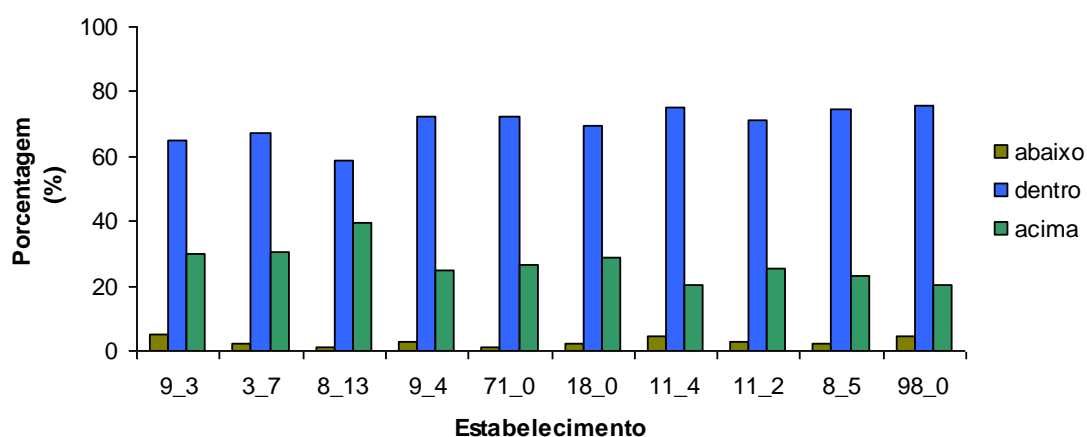


Figura 2. Distribuição de frequência de conformidade das análises fiscais, por estabelecimento, para o nitrogênio (N total).

No caso do nitrogênio, observa-se uma tendência, para todos os estabelecimentos, de mais resultados acima do garantido do que abaixo da tolerância, mesma observação feita por Andrade (2004). Uma possível explicação para esse resultado é que, no intuito de evitar infrações, os estabelecimentos tendem a colocar mais matéria-prima fonte desse nutriente do que o necessário para fechar a formulação com a garantia oferecida. Outra possibilidade, esta mais provável, tendo em vista o baixo valor das multas aplicadas em consequência das infrações, é que os produtores de

fertilizantes não analisam com frequência as matérias-primas utilizadas e utilizam um valor médio do teor de nitrogênio da matéria-prima para o cálculo da formulação, subestimando assim os reais teores do nutriente no produto. Ou seja, o controle de qualidade das matérias-primas seria feito com uma frequência menor que a desejável. Uma terceira possibilidade seria a compensação, já mencionada nos resultados de correlação, em que se verificou uma correlação significativa e negativa entre o nitrogênio e o potássio.

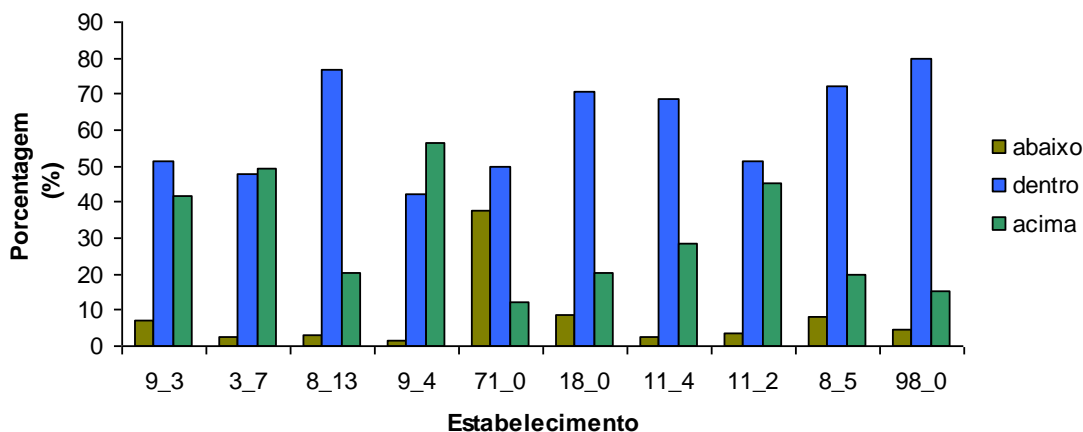


Figura 3. Distribuição de frequência de conformidade das análises fiscais, por estabelecimento, para o fósforo (P_2O_5 solúvel em CNA + H_2O).

Também no caso do fósforo, observa-se certa tendência de se obter mais resultados acima do garantido em relação aos resultados abaixo da tolerância, à exceção do estabelecimento 71.0. As mesmas hipóteses levantadas para o nitrogênio são válidas para o fósforo, sendo que a hipótese do uso de valores médios se torna mais provável nesse caso, tendo em vista a maior variabilidade das matérias-primas utilizadas na fabricação de fertilizantes fosfatados. No caso do estabelecimento 71.0, verificou-se que dois laboratórios oficiais (3 e 4) são responsáveis pela análise de seus produtos. Isso pode indicar que o elevado número de amostras abaixo do garantido são consequência de alguma falha na produção do próprio estabelecimento, não tendo relação com possíveis falhas nos laboratórios oficiais nem com o método utilizado em sua análise. Andrade (2004) observou, ao contrário do observado neste trabalho, que há menores teores de fósforo em relação ao garantido, quando a análise foi feita por estabelecimento, para as misturas de grânulos no Estado do Paraná.

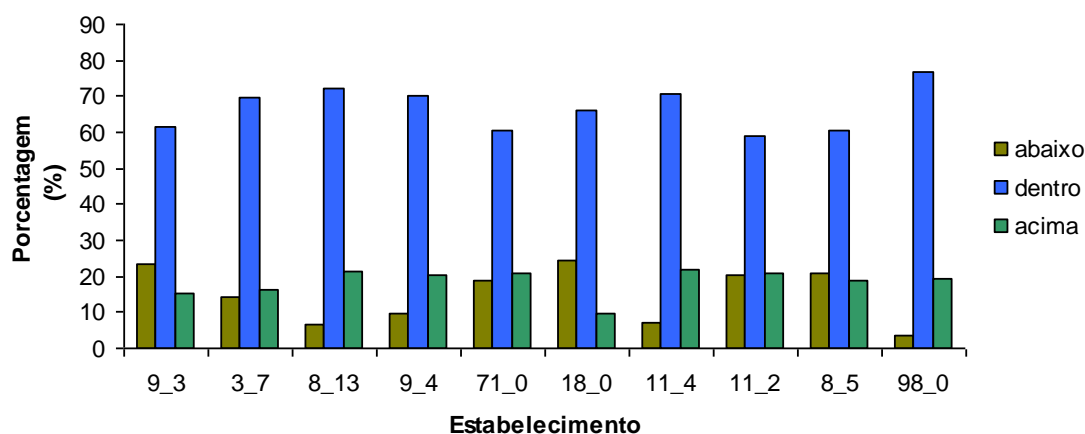


Figura 4. Distribuição de frequência de conformidade das análises fiscais, por estabelecimento, para o potássio (K_2O).

Verifica-se para o potássio, a exceção dos estabelecimentos 8.13, 11.4 e 98.0, uma tendência diferente daquela observada para o nitrogênio e o fósforo. Assim, valores abaixo da garantia foram mais frequentes que aqueles acima da garantia, resultado contrário àquele obtido por Andrade (2004) para misturas de grânulos. Esse resultado confirma aqueles já observados e comentados nas sessões anteriores. Poderia indicar também que uma compensação com o nitrogênio poderia realmente estar ocorrendo, tendo em vista que os resultados são opostos àqueles observados para o nitrogênio e aqueles obtidos no estudo de correlação. Outra possibilidade é a ocorrência de segregação, tendo em vista a diferença de tamanho dos grânulos que contêm potássio em relação àqueles que contêm nitrogênio. De acordo com UNIDO-IFDC (1998) a diferença de tamanho entre as partículas em uma mistura é o fator que mais contribui para a ocorrência de segregação.

Quando se considerou a variável “laboratório” para a análise de frequência de conformidade, verificou-se, de maneira geral, a mesma tendência observada quando todos os dados foram analisados conjuntamente: a frequência de resultados acima da tolerância é maior que aquela observada para resultados abaixo da tolerância. Apenas para os laboratórios 3 e 4, que respondem por regiões semelhantes em alguns aspectos, verificou-se maior número de resultados abaixo do garantido para o fósforo, em relação aos resultados acima das garantias. Pode haver alguma tendenciosidade relacionada ao estabelecimento 71.0, a qual não pode ser confirmada, tendo em vista que as análises de estabelecimentos e laboratórios foram feitas separadamente. Verificou-se ainda, para o potássio no laboratório 2, que a frequência de resultados abaixo e acima do tolerado são praticamente iguais. As Figuras 5 a 7 e as Tabelas 4C a 6C (Anexo C) mostram esses resultados.

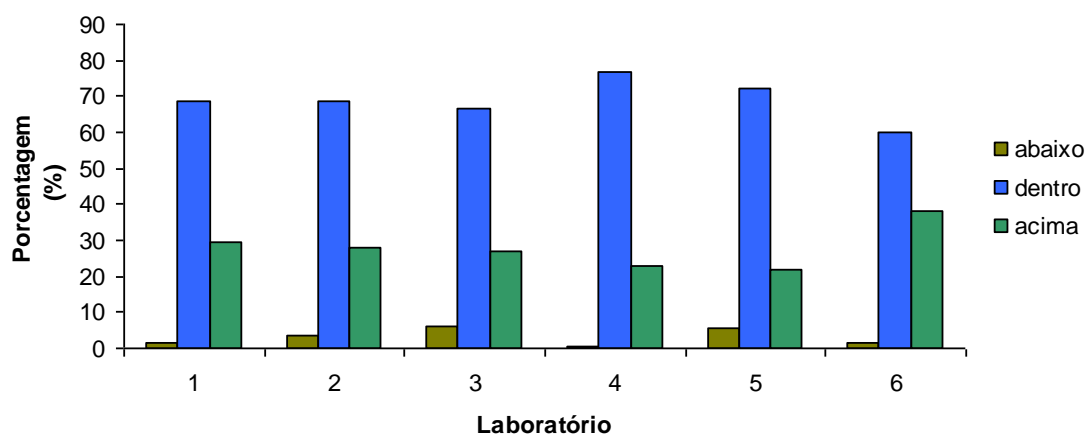


Figura 5. Distribuição de frequência de conformidade das análises fiscais, por laboratório, para o nitrogênio (N total).

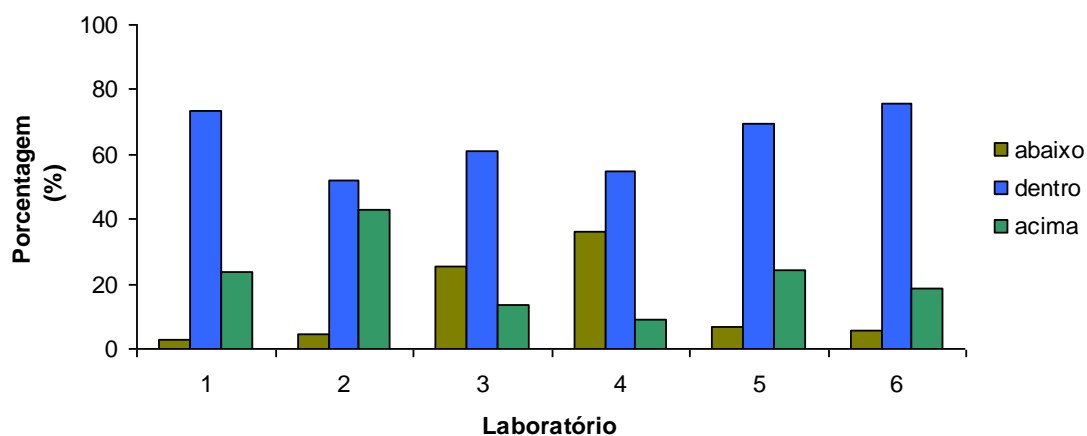


Figura 6. Distribuição de frequência de conformidade das análises fiscais, por laboratório, para o fósforo (P_2O_5 solúvel em CNA + H_2O).

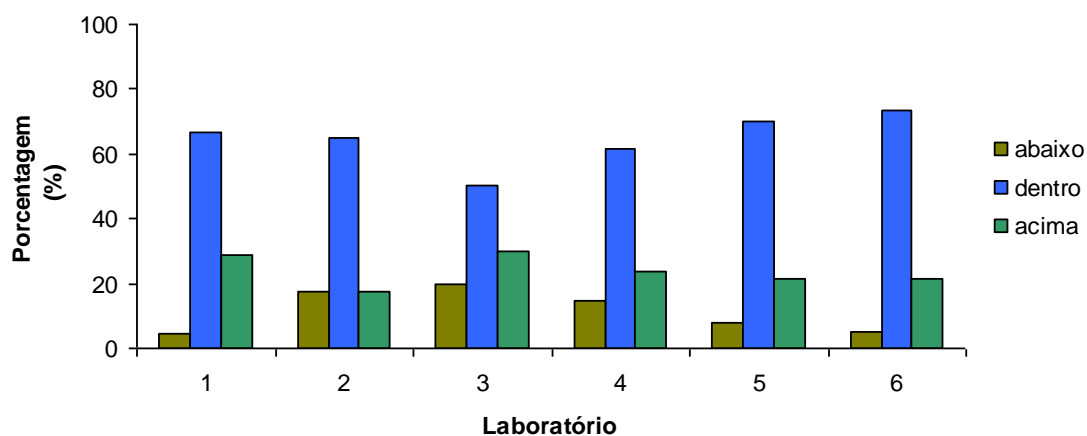


Figura 7. Distribuição de frequência de conformidade das análises fiscais, por laboratório, para o potássio (K_2O).

Também quando analisados por período, os resultados apresentam a mesma tendência observada quando todos os dados foram analisados conjuntamente: a frequência de resultados acima do tolerado é maior que aquela dos resultados abaixo do tolerado, conforme Figuras 8 a 10 e Tabelas 7C a 9C (Anexo C). Também verifica-se que a frequência de resultados dentro da tolerância não variou muito ao longo dos três anos.

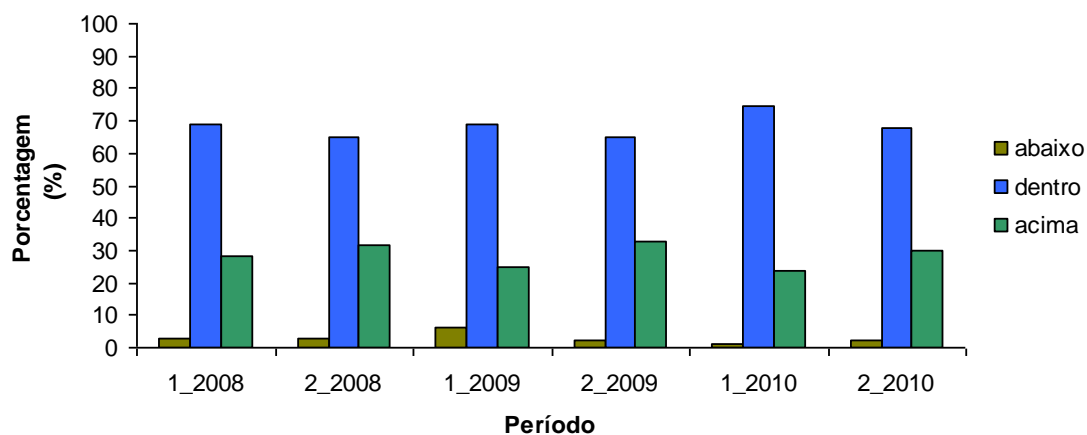


Figura 8. Distribuição de frequência de conformidade das análises fiscais, por período, para o nitrogênio (N Total).

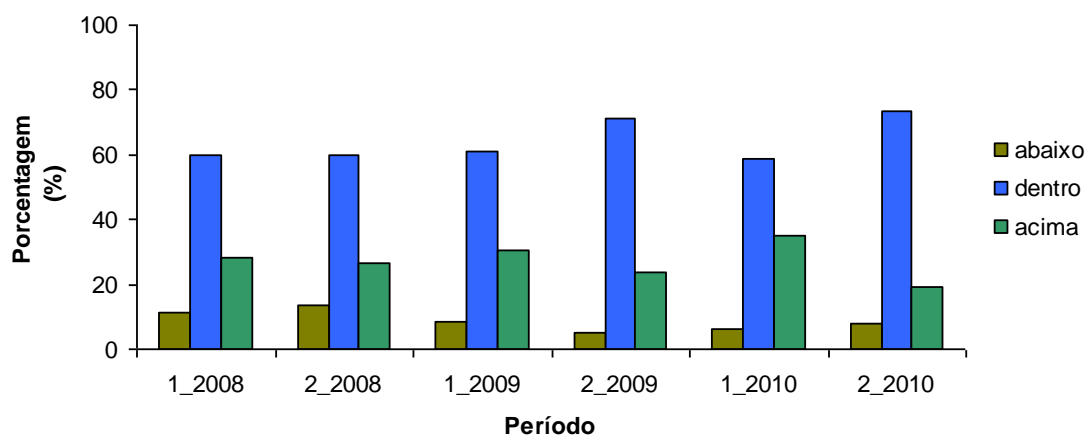


Figura 9. Distribuição de frequência de conformidade das análises fiscais, por período, para o fósforo (P_2O_5 solúvel em CNA + H_2O).

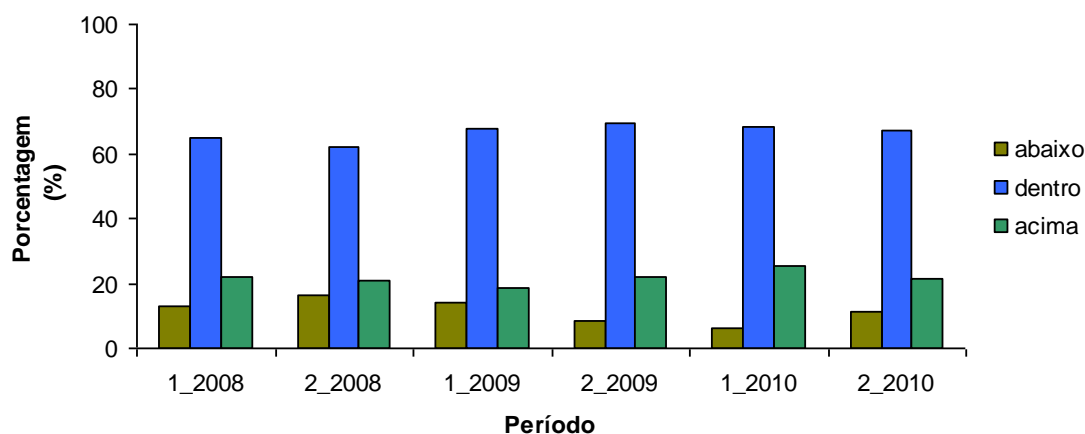


Figura 10. Distribuição de frequência de conformidade das análises fiscais, por período, para o potássio (K_2O).

Quando a análise de frequência dos dados foi feita por formulação, considerando-se apenas as dez formulações mais frequentes, observou-se a repetição da tendência já constatada pelas demais análises de frequência. No caso do nitrogênio, verifica-se que quanto menor o teor garantido, maior a tendência de se obter valores acima do tolerado, conforme Figura 11 e Tabela 10C (Anexo C). No caso das formulações 02-20-20 e 02-20-18, particularmente, não se constatou nenhum resultado abaixo da tolerância e os resultados acima da tolerância chegaram a ultrapassar aqueles considerados dentro do garantido. Andrade (2004) também observou que para a faixa de garantia de nitrogênio entre 0 e 5%, o índice de condenação dos produtos foi menor que a média.

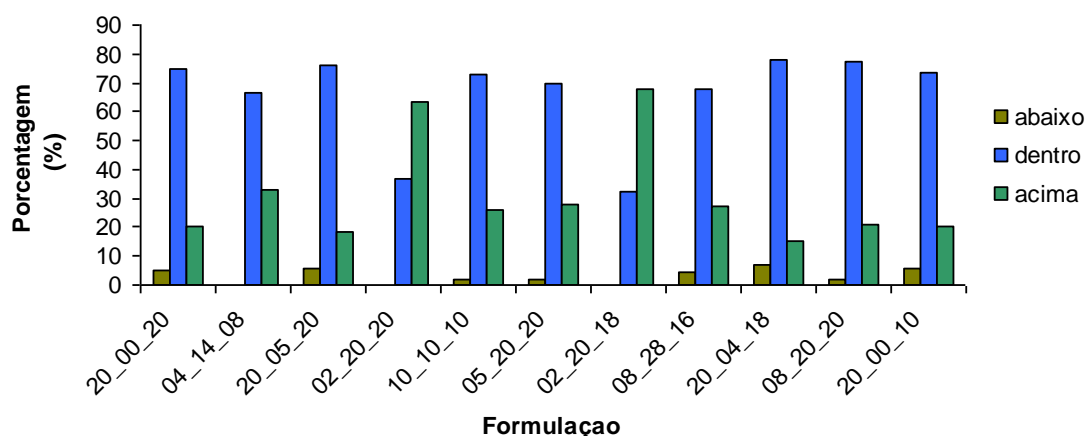


Figura 11. Distribuição de frequência de conformidade das análises fiscais, por formulação, para o nitrogênio (N Total).

No caso do fósforo, apenas para a formulação 10-10-10 tem-se um maior número de resultados abaixo do tolerado, em comparação com aqueles acima do tolerado, como se observa na Figura 12 e Tabela 11C (Anexo C). Andrade (2004)

observou que quando os teores de fósforo solúvel em CNA + H₂O garantidos estavam na faixa de 25 a 40%, mais resultados fora da garantia foram obtidos.

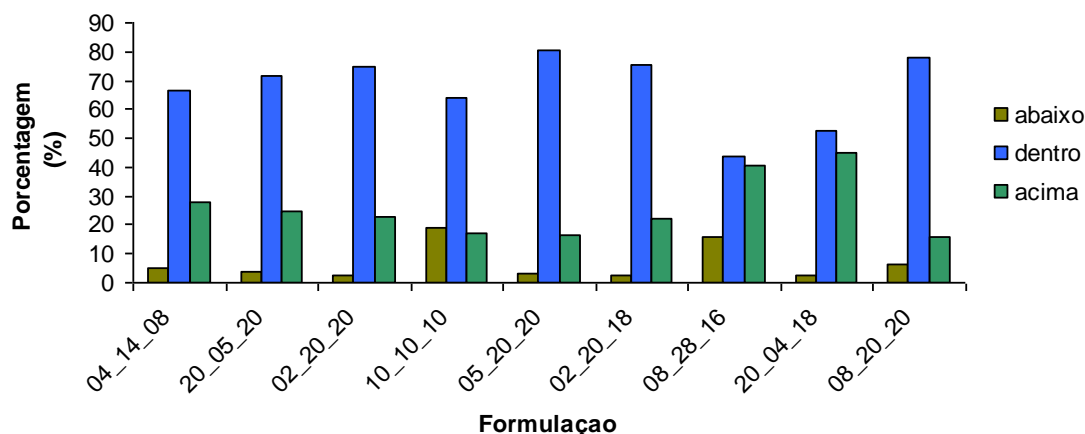


Figura 12. Distribuição de frequência de conformidade das análises fiscais, por formulação, para o fósforo (P₂O₅ solúvel em CNA + H₂O).

Já para o potássio, é interessante notar que para a formulação 20-00-20, tem-se um maior número de amostras abaixo do tolerado, em relação ao número de amostras acima, o que corrobora os resultados da análise de correlação, que indicam correlação negativa entre o nitrogênio e o potássio, visto que essa formulação contém apenas esses dois nutrientes. Resultado semelhante foi observado para a formulação 20-04-18 (Figura 13 e Tabela 12C do Anexo C). As faixas de 0 a 5%, 5 a 10% e de 30 a 35% foram as que obtiveram maior proporção de condenações na análise fiscal, segundo trabalho conduzido por Andrade (2004).

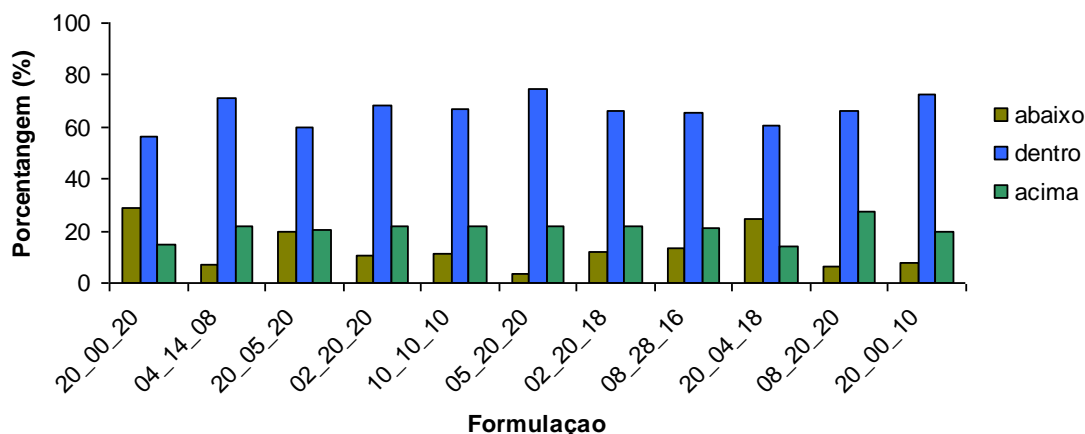


Figura 13. Distribuição de frequência de conformidade das análises fiscais, por formulação, para o potássio (K₂O).

Ao contrário do esperado, para as análises de frequência por especificação granulométrica para o nitrogênio, o maior número de inconformidades considerando-se os resultados abaixo do tolerado não ocorreu para os produtos classificados como “sem

especificação granulométrica” nem para “mistura de grânulos”, mas para “farelado fino” (Figura 14 e Tabela 13C do Anexo C). Devido à maior diferença entre o tamanho de partículas, que, como mencionado anteriormente, é o fator que mais contribui para a ocorrência de segregação, esperava-se que as duas primeiras obtivessem mais resultados abaixo do tolerado. Andrade (2004), porém, obteve maior frequência de inconformidades para a especificação “farelado” (26,4%), seguido pela especificação mistura de grânulos (22,2%), quando analisou dados dos anos de 1997 a 2001, da fiscalização de fertilizantes no Estado do Paraná. No caso do presente trabalho, no entanto, há que se considerar que o número de dados para as demais especificações é consideravelmente menor que o número de dados para mistura de grânulos e para sem especificação (para farelado fino e nitrogênio, por exemplo, são apenas 69 dados), o que pode ter contribuído para os resultados obtidos. Isso porque com um menor número de dados, um resultado abaixo do tolerado tem um peso maior sobre a distribuição de frequência, quando comparado a um volume de dados da ordem de 4600 análises. Assim, as especificações “farelado”, “mistura de grânulos” e “sem especificação granulométrica”, concentram a maior parte dos dados (entre 205 e 4973 observações), para os três nutrientes avaliados. Andrade (2004) verificou uma frequência de 74,4% para a especificação granulométrica “mistura de grânulos” no Estado do Paraná, sendo 2286 dados de mistura de grânulos contra apenas 144 dados de farelado.

Tanto para o fósforo como para o potássio, constata-se que o número de observações abaixo e acima do tolerado são praticamente iguais (Figuras 15 e 16 e Tabelas 14C e 15C do Anexo C) para produtos sem especificação granulométrica. A chance de segregação em um produto sem especificação granulométrica é, provavelmente, maior que aquela observada em outras especificações. Assim, considerando que, de acordo com Tosato (2006), a segregação pode causar tanto um aumento como uma redução no teor de nutrientes, é possível que esses resultados tenham relação com esse fenômeno.

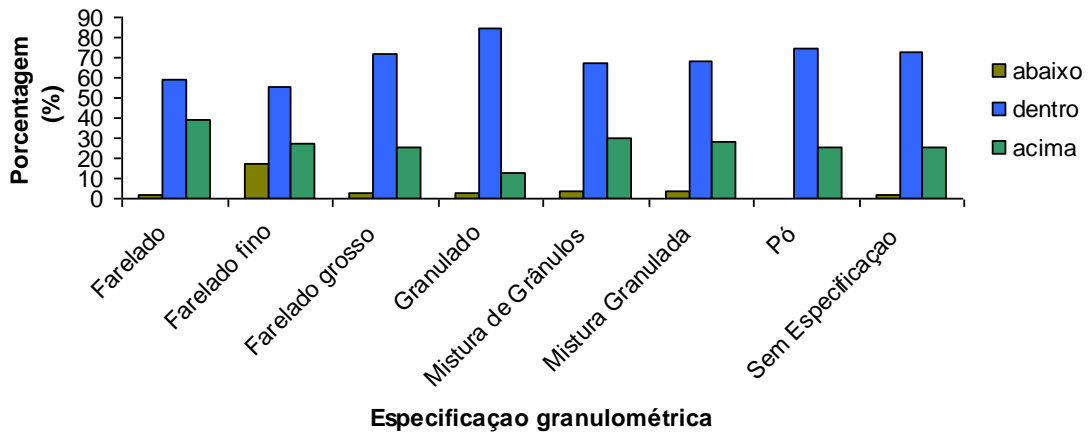


Figura 14. Distribuição de frequência de conformidade das análises fiscais, por especificação granulométrica, para o nitrogênio (N Total).

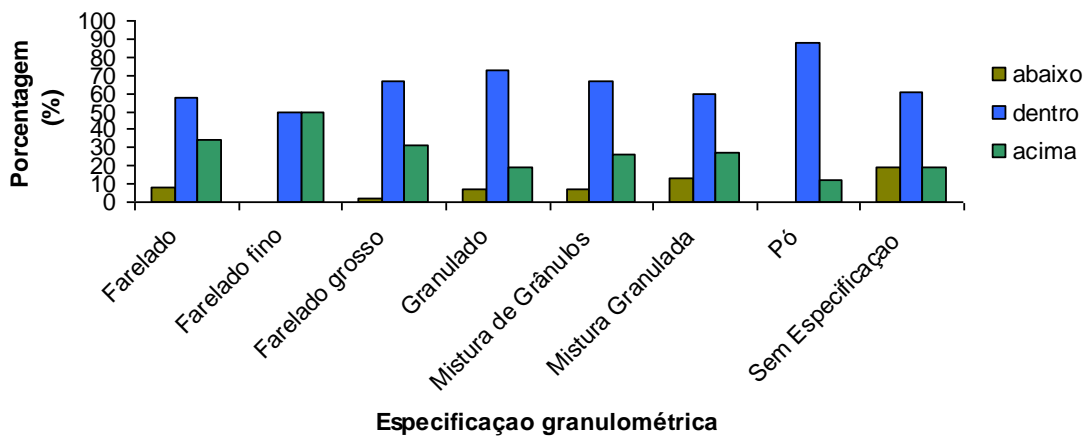


Figura 15. Distribuição de frequência de conformidade das análises fiscais, por especificação granulométrica, para o fósforo (P_2O_5 solúvel em CNA + H_2O).

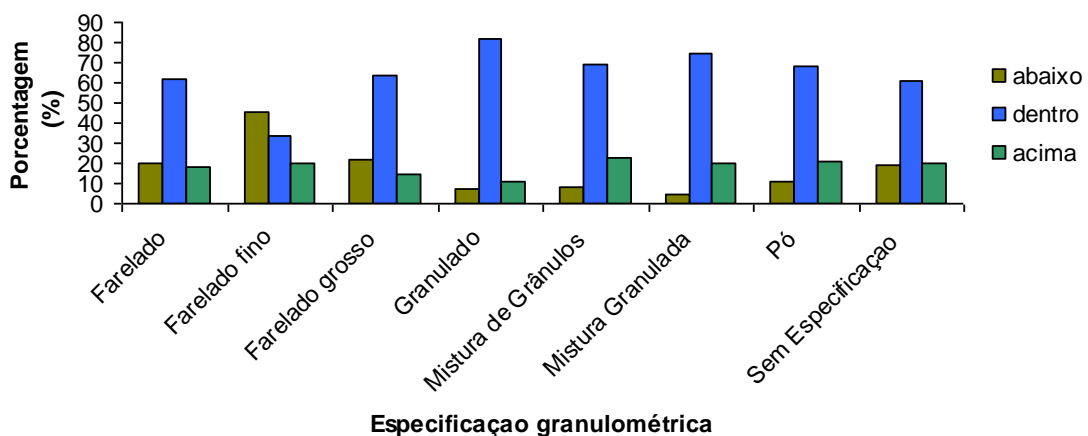


Figura 16. Distribuição de frequência de conformidade das análises fiscais, por especificação granulométrica, para o potássio (K_2O).

Considerando-se apenas o laboratório 2 e separando-se os resultados por período, exceto na análise de frequência do fósforo, os resultados obtidos são semelhantes àqueles obtidos quando todos os dados foram analisados separados por período (Figuras 17 a 19 e Tabelas 16C a 18C do Anexo C). No caso do fósforo, o que se observa é uma tendência de maior frequência de observações acima do tolerado, o que pode indicar algum viés do laboratório, sendo necessária uma investigação mais aprofundada para que se avalie o que causou essa tendência.

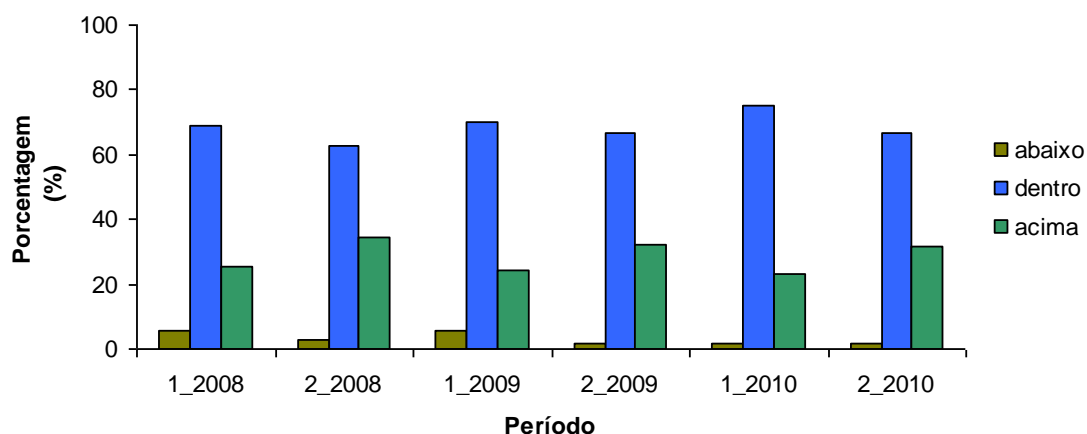


Figura 17. Distribuição de frequência de conformidade das análises fiscais, por período, para o nitrogênio (N Total) e para o laboratório 2.

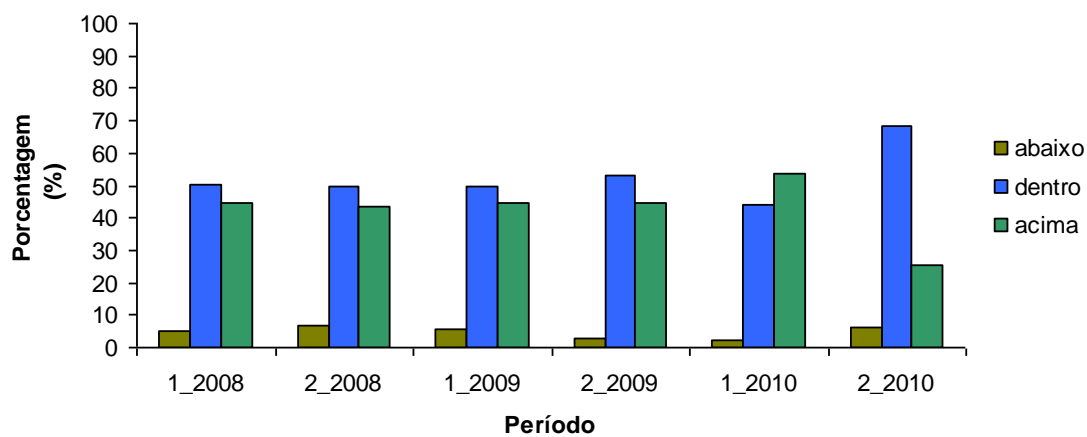


Figura 18. Distribuição de frequência de conformidade das análises fiscais, por período, para o fósforo (P_2O_5 solúvel em CNA + H_2O) e para o laboratório 2.

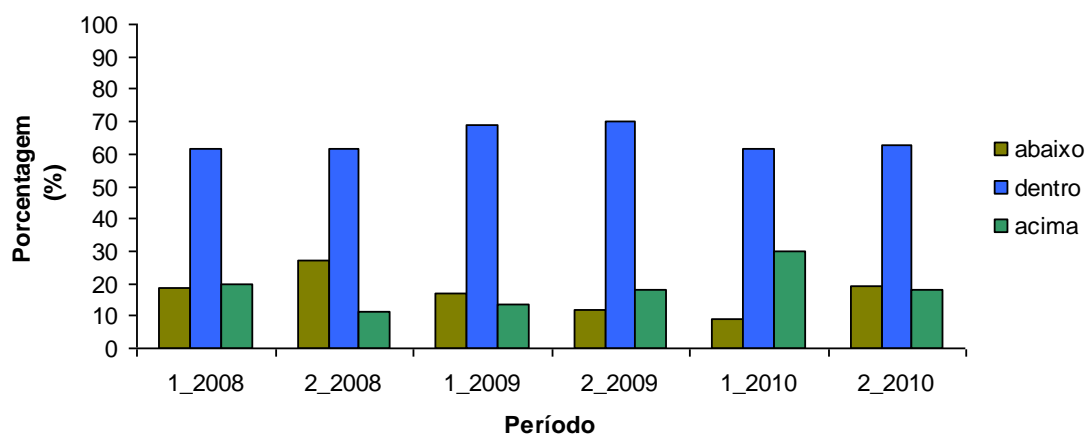


Figura 19. Distribuição de frequência de conformidade das análises fiscais, por período, para o potássio (K₂O) e para o laboratório 2.

III.2 – Regressão logística

III.2.1 – Nitrogênio

Na análise de regressão logística para o nitrogênio, considerando-se apenas o laboratório 2, que continha o maior número de dados, e dentro desse laboratório os estabelecimentos que representavam pelo menos 2% dos dados e as formulações que representavam pelo menos 1%, testando-se um modelo com as variáveis “estabelecimento”, “formulação”, “especificação granulométrica” e “período”, verificou-se que apenas as variáveis “estabelecimento” e “formulação” foram significativas para o modelo proposto. Na Tabela 12, tem-se o resultado da razão de verossimilhança do modelo e a análise do qui-quadrado de Wald para os efeitos significativos.

Tabela 12. Razão de verossimilhança e qui-quadrado de Wald para o modelo de regressão logística considerando o nitrogênio no laboratório 2.

	χ^2	GL	Pr> χ^2
Razão de Verossimilhança	77,7591	23	<0,0001
Efeito			
Estabelecimento	30,9655	10	0,0006
Formulação	46,2159	13	<0,0001

Tomando por base os resultados da análise de frequência, já era esperado que não houvesse efeito significativo para a variável “período”. No caso da especificação granulométrica, como a maior parte dos dados se referia às especificações “mistura de grânulos” e “sem especificação”, não se pode afirmar categoricamente que esta variável não tem influência na obtenção de resultados dentro e fora da garantia. A existência de poucos dados para as demais especificações pode ter influenciado nesse resultado.

Quanto à variável “estabelecimento”, apesar de o modo de produção dos fertilizantes minerais mistos ser praticamente o mesmo para todos os misturadores, existem diferenças no controle de qualidade de matérias-primas, calibração de balanças e manutenção de equipamentos. Além disso, no caso do nitrogênio, é possível o uso de diferentes matérias-primas, o que também poderia explicar essa diferença significativa entre estabelecimentos. A Tabela 13 contém os resultados das comparações entre estabelecimentos dois a dois.

Tabela 13. Razão de chances comparando-se estabelecimentos dois a dois, para o nitrogênio.

	11.2	18.0	18.1	30.1	3.20	3.7	8.5	8.7	9.3	9.4	9.8
11.2	1										
18.0	1,439 ^{ns}	1									
18.1	0,958 ^{ns}	0,666 ^{ns}	1								
30.1	0,236*	0,164*	0,246*	1							
3.20	0,439 ^{ns}	0,305*	0,459 ^{ns}	1,861 ^{ns}	1						
3.7	0,795 ^{ns}	0,553*	0,830 ^{ns}	3,369*	1,810 ^{ns}	1					
8.5	0,801 ^{ns}	0,557 ^{ns}	0,836 ^{ns}	3,391*	1,822 ^{ns}	1,007 ^{ns}	1				
8.7	0,450 ^{ns}	0,313 ^{ns}	0,470 ^{ns}	1,906 ^{ns}	1,024 ^{ns}	0,566 ^{ns}	0,562 ^{ns}	1			
9.3	1,458 ^{ns}	1,013 ^{ns}	1,521 ^{ns}	6,137*	3,317*	1,832*	1,820 ^{ns}	3,239 ^{ns}	1		
9.4	0,362*	0,252*	0,378*	1,533 ^{ns}	0,823 ^{ns}	0,455 ^{ns}	0,452 ^{ns}	0,804 ^{ns}	0,248*	1	
9.8	1,574 ^{ns}	1,094 ^{ns}	1,642 ^{ns}	6,664*	3,580*	1,978 ^{ns}	1,965 ^{ns}	3,496 ^{ns}	1,080 ^{ns}	4,348*	1

^{ns} = não significativo; * e célula em amarelo = significativo. Dados da coluna sobre dados da linha.

O estabelecimento 30.1 chama a atenção pelo grande número de resultados significativos. Esses resultados indicam a razão de chances entre dois estabelecimentos, considerando-se que a probabilidade analisada é 1, ou seja, dentro da garantia. Assim, observa-se que esse estabelecimento apresenta maior chance de obter um resultado dentro da garantia do que o estabelecimento com o qual é comparado (nos casos em que o resultado é significativo). Ou seja, admitindo-se que os resultados do laboratório 2 são confiáveis, tem-se que o estabelecimento 30.1 consegue obter mais resultados dentro da garantia, o que pode indicar um melhor controle por parte deste estabelecimento em relação aos demais.

No caso da diferença observada entre as formulações, já havia sido verificado, pela análise de frequência, uma tendência de maior número de resultados acima do garantido para teores de nitrogênio mais baixos na formulação. Assim, era esperada uma diferença significativa entre formulações. A Tabela 14 contém os resultados da razão de chances das formulações, comparadas duas a duas. Observa-se que parece haver alguma influência negativa do fósforo sobre o nitrogênio, tendo em vista que as formulações que contêm aquele nutriente diferem, de maneira geral, daqueles que não o contêm, com chances menores de obtenção de resultados dentro da garantia para aquelas formulações que contêm o fósforo.

Outra hipótese levantada para a diferença entre formulações seria a compensação entre nutrientes, considerando o preço das matérias-primas utilizadas na mistura, já comentada anteriormente, visando um maior lucro. No entanto, quando foi feita a correlação de Pearson entre a frequência de amostras abaixo, dentro e acima da garantia, por período, em relação ao preço praticado para as matérias-primas fontes de nitrogênio, para o laboratório 2, verificou-se que essa correlação não foi significativa (Tabela 15).

Tabela 14. Razão de chances comparando-se formulações duas a duas, para o nitrogênio.

	04-14-08	08-24-12	08-28-16	10-00-30	20-00-10	20-00-15	20-00-20	20-04-18	20-05-20	20-10-20	25-00-25	25-05-20	30-00-10	30-00-20
04-14-08	1													
08-24-12	1,400 ^{ns}	1												
08-28-16	1,367 ^{ns}	0,977 ^{ns}	1											
10-00-30	0,848 ^{ns}	0,606 ^{ns}	0,620 ^{ns}	1										
20-00-10	0,252*	0,180*	0,184*	0,297*	1									
20-00-15	0,099*	0,070*	0,072*	0,116*	0,391 ^{ns}	1								
20-00-20	0,429*	0,306*	0,314*	0,505 ^{ns}	1,702 ^{ns}	4,350 ^{ns}	1							
20-04-18	0,301*	0,215*	0,220*	0,354*	1,193 ^{ns}	3,050 ^{ns}	0,701 ^{ns}	1						
20-05-20	0,344*	0,246*	0,252*	0,406*	1,367 ^{ns}	3,493 ^{ns}	0,803 ^{ns}	1,145 ^{ns}	1					
20-10-20	0,347 ^{ns}	0,248*	0,254*	0,409 ^{ns}	1,379 ^{ns}	3,523 ^{ns}	0,810 ^{ns}	1,155 ^{ns}	1,009 ^{ns}	1				
25-00-25	0,515 ^{ns}	0,368*	0,377*	0,607 ^{ns}	2,045 ^{ns}	5,225*	1,201 ^{ns}	1,713 ^{ns}	1,496 ^{ns}	1,483 ^{ns}	1			
25-05-20	0,186*	0,133*	0,136*	0,219*	0,739 ^{ns}	1,889 ^{ns}	0,434 ^{ns}	0,619 ^{ns}	0,541 ^{ns}	0,536 ^{ns}	0,361 ^{ns}	1		
30-00-10	0,404*	0,289*	0,295*	0,476 ^{ns}	1,604 ^{ns}	4,099 ^{ns}	0,942 ^{ns}	1,344 ^{ns}	1,174 ^{ns}	1,164 ^{ns}	0,784 ^{ns}	2,170 ^{ns}	1	
30-00-20	0,579 ^{ns}	0,414 ^{ns}	0,424 ^{ns}	0,683 ^{ns}	2,300 ^{ns}	5,878*	1,351 ^{ns}	1,927 ^{ns}	1,683 ^{ns}	1,668 ^{ns}	1,125 ^{ns}	3,112 ^{ns}	1,434 ^{ns}	1

^{ns} = não significativo; * e célula em amarelo = significativo. Dados da coluna sobre dados da linha.

Tabela 15. Correlação de Pearson entre a frequência de conformidade e os preços do sulfato de amônio, da uréia e do nitrato de amônio, para o nitrogênio no laboratório 2 (nível de significância entre parênteses).

	Abaixo	Dentro	Acima
Sulfato	0,36 (0,49)	-0,51 (0,30)	0,30 (0,56)
Uréia	0,21 (0,69)	-0,63 (0,18)	0,47 (0,35)
Nitrato	0,23 (0,67)	-0,41 (0,42)	0,26 (0,61)

III.2.2 – Fósforo (P₂O₅ solúvel em CNA + H₂O)

Assim como para o nitrogênio, as variáveis significativas para o modelo de regressão logística do fósforo foram “estabelecimento” e “formulação”. A razão de verossimilhança, nesse caso, foi menor que a do nitrogênio. Provavelmente, isso se deve ao menor número de graus de liberdade (menor número de formulações) para as variáveis envolvidas nos resultados do fósforo. Na Tabela 16, tem-se o resultado da razão de verossimilhança do modelo e a análise do qui-quadrado de Wald para os efeitos significativos.

Tabela 16. Razão de verossimilhança e qui-quadrado de Wald para o modelo de regressão logística considerando o P₂O₅ solúvel em CNA + H₂O no laboratório 2.

	χ^2	GL	Pr> χ^2
Razão de Verossimilhança	61,0821	16	<0,0001
Efeito			
Estabelecimento	34,6517	10	0,0001
Formulação	16,6162	6	0,0108

As mesmas observações sobre as variáveis “período” e “especificação granulométrica” feitas para as análises do nitrogênio são válidas no caso do fósforo. No caso desse nutriente, observou-se um comportamento um pouco diferente para o ano de 2010 apenas, na análise de frequência (Figura 18). Porém, o resultado obtido na regressão logística demonstra que essa diferença não foi suficiente para afetar o modelo.

A significância observada para a variável estabelecimento pode ser devida ao uso de diferentes matérias-primas na fabricação das misturas, assim como no caso do nitrogênio. As diferenças na calibração de equipamentos e no controle de qualidade também podem ser fatores importantes, como comentado no caso do nitrogênio. A Tabela 17 contém os resultados da comparação entre estabelecimentos.

Tabela 17. Razão de chances comparando-se estabelecimentos dois a dois, para o fósforo (P₂O₅ solúvel em CNA + H₂O).

	11.2	18.0	18.1	30.1	3.20	3.7	8.5	8.7	9.3	9.4	9.8
11.2	1										
18.0	0,603 ^{ns}	1									
18.1	1,053 ^{ns}	1,745 ^{ns}	1								
30.1	3,716*	6,158*	3,529*	1							
3.20	0,692 ^{ns}	1,147 ^{ns}	0,657 ^{ns}	0,186*	1						
3.7	1,804 ^{ns}	2,989*	1,713 ^{ns}	0,485 ^{ns}	2,605 ^{ns}	1					
8.5	0,440 ^{ns}	0,730 ^{ns}	0,418 ^{ns}	0,119*	0,636 ^{ns}	0,244*	1				
8.7	0,843 ^{ns}	1,398 ^{ns}	0,801 ^{ns}	0,227 ^{ns}	1,218 ^{ns}	0,468 ^{ns}	1,915 ^{ns}	1			
9.3	1,692 ^{ns}	2,804*	1,607 ^{ns}	0,455 ^{ns}	2,444 ^{ns}	0,938 ^{ns}	3,841*	2,006 ^{ns}	1		
9.4	1,267 ^{ns}	2,101 ^{ns}	1,204 ^{ns}	0,341 ^{ns}	1,831 ^{ns}	0,703 ^{ns}	2,877 ^{ns}	1,503 ^{ns}	0,749 ^{ns}	1	
9.8	0,305 ^{ns}	0,505 ^{ns}	0,290 ^{ns}	0,082*	0,440 ^{ns}	0,169*	0,692 ^{ns}	0,361 ^{ns}	0,180*	0,241*	1

^{ns} = não significativo; * e célula em amarelo = significativo. Dados da coluna sobre dados da linha.

Também no caso do fósforo, chamam a atenção os resultados obtidos para o estabelecimento 30.1. Porém, o que se observou para esse nutriente é o inverso do observado para o nitrogênio: quando comparado com outros estabelecimentos, a chance de se obter um resultado dentro da garantia é menor.

No caso das formulações, é provável que haja uma influência das matérias-primas fontes desse nutriente, tendo em vista que elas provêm de rochas, o que faz com que sua composição seja mais variável. Outra hipótese seria a compensação de nutrientes, a qual não foi verificada pela correlação de Pearson entre a frequência de conformidade e os preços das matérias-primas utilizadas nas formulações (Tabela 19), hipótese que deve ser testada para cada um dos estabelecimentos para que seja descartada em definitivo. Verifica-se que a formulação 20-05-20 apresenta maior chance de obtenção de resultados dentro da garantia (Tabela 18) em comparação com as formulações 04-14-08, 08-28-16 e 20-04-18, tendo em vista que a razão de chances obtida é menor que 1.

Tabela 18. Razão de chances comparando-se formulações duas a duas, para o fósforo (P_2O_5 solúvel em CNA + H_2O).

	04-14-08	08-24-12	08-28-16	20-04-18	20-05-20	20-10-20	25-05-20
04-14-08	1						
08-24-12	0,549 ^{ns}	1					
08-28-16	1,197 ^{ns}	2,182 ^{ns}	1				
20-04-18	0,976 ^{ns}	1,780 ^{ns}	0,816 ^{ns}	1			
20-05-20	0,487 [*]	0,887 ^{ns}	0,407 [*]	0,498 [*]	1		
20-10-20	0,256 ^{ns}	0,468 ^{ns}	0,214 [*]	0,263 ^{ns}	0,527 ^{ns}	1	
25-05-20	0,992 ^{ns}	1,809 ^{ns}	0,829 ^{ns}	1,017 ^{ns}	2,039 ^{ns}	3,870 ^{ns}	1

^{ns} = não significativo; * e célula em amarelo = significativo. Dados da coluna sobre dados da linha.

Tabela 19. Correlação de Pearson entre a frequência de conformidade e os preços do MAP, do superfosfato simples e do superfosfato triplo, para o fósforo no laboratório 2 (nível de significância entre parênteses).

	Abaixo	Dentro	Acima
MAP	0,60 (0,21)	-0,10 (0,85)	-0,26 (0,96)
SSP	0,51 (0,31)	-0,12 (0,82)	0,01 (0,99)
SST	0,60 (0,21)	-0,09 (0,86)	-0,03 (0,95)

III.2.3 – Potássio (K_2O)

O potássio se comportou de maneira diferente do nitrogênio e do fósforo. O único efeito significativo para esse nutriente foi a formulação. Os motivos para “período” e “especificação granulométrica” não serem significativos são provavelmente

os mesmos que aqueles apontados para o nitrogênio e o fósforo. Quanto à variável “estabelecimento”, todos os produtores utilizam, basicamente, o mesmo cloreto de potássio para a formulação dos fertilizantes minerais mistos, o que pode ter causado esse resultado. O resultado da razão de verossimilhança do modelo e a análise do qui-quadrado de Wald para formulação são dados na Tabela 20.

Tabela 20. Razão de verossimilhança e qui-quadrado de Wald para o modelo de regressão logística considerando o potássio (K₂O) no laboratório 2.

	χ^2	GL	Pr> χ^2
Razão de Verossimilhança	32,4471	13	0,0021
Efeito			
Formulação	31,1848	13	0,0032

Quanto ao resultado das comparações da razão de chances entre as formulações, observa-se que a formulação 10-00-30 foi significativamente diferente de grande parte das formulações (Tabela 21). A chance de obter-se um resultado fora da garantia para essa formulação é maior em comparação com a maioria das formulações. Esse resultado parece corroborar aquele obtido na correlação de Pearson, em que se verificou uma relação negativa entre o nitrogênio e o potássio (Tabela 10). A diferença entre o tamanho dos grânulos que contêm nitrogênio e aqueles que contêm potássio também pode ter alguma influência sobre esse resultado. Não se confirmou a hipótese de compensação de nutrientes (reduzir um e aumentar o outro, dentro das tolerâncias, para maximizar os ganhos com o produto), tendo em vista que não houve correlação significativa entre o preço do potássio e a frequência de resultados abaixo, dentro e acima do garantido (Tabela 22), sendo necessário, no entanto, um estudo mais aprofundado, para cada um dos estabelecimentos produtores, para o descarte definitivo dessa hipótese.

Tabela 21. Razão de chances comparando-se formulações duas a duas, para o potássio (K₂O).

	04-14-08	08-24-12	08-28-16	10-00-30	20-00-10	20-00-15	20-00-20	20-04-18	20-05-20	20-10-20	25-00-25	25-05-20	30-00-10	30-00-20
04-14-08	1													
08-24-12	1,115 ^{ns}	1												
08-28-16	1,032 ^{ns}	0,925 ^{ns}	1											
10-00-30	3,355*	3,008*	3,253*	1										
20-00-10	0,968 ^{ns}	0,868 ^{ns}	0,939 ^{ns}	0,289*	1									
20-00-15	1,230 ^{ns}	1,103 ^{ns}	1,193 ^{ns}	0,367 ^{ns}	1,270 ^{ns}	1								
20-00-20	2,189*	1,963 ^{ns}	2,122*	0,652 ^{ns}	2,260*	1,779 ^{ns}	1							
20-04-18	1,278 ^{ns}	1,146 ^{ns}	1,239 ^{ns}	0,381*	1,320 ^{ns}	1,039 ^{ns}	0,584*	1						
20-05-20	1,733*	1,554 ^{ns}	1,680 ^{ns}	0,517 ^{ns}	1,790 ^{ns}	1,409 ^{ns}	0,792 ^{ns}	1,356 ^{ns}	1					
20-10-20	0,659 ^{ns}	0,591 ^{ns}	0,639 ^{ns}	0,196*	0,681 ^{ns}	0,536 ^{ns}	0,301 ^{ns}	0,516 ^{ns}	0,380 ^{ns}	1				
25-00-25	1,055 ^{ns}	0,945 ^{ns}	1,022 ^{ns}	0,314*	1,089 ^{ns}	0,857 ^{ns}	0,482*	0,825 ^{ns}	0,608 ^{ns}	1,600 ^{ns}	1			
25-05-20	0,989 ^{ns}	0,886 ^{ns}	0,958 ^{ns}	0,295*	1,021 ^{ns}	0,804 ^{ns}	0,452 ^{ns}	0,773 ^{ns}	0,570 ^{ns}	1,500 ^{ns}	0,938 ^{ns}	1		
30-00-10	0,603 ^{ns}	0,540 ^{ns}	0,584 ^{ns}	0,180*	0,622 ^{ns}	0,490 ^{ns}	0,275*	0,471 ^{ns}	0,348*	0,914 ^{ns}	0,571 ^{ns}	0,610 ^{ns}	1	
30-00-20	1,758 ^{ns}	1,576 ^{ns}	1,704 ^{ns}	0,524 ^{ns}	1,815 ^{ns}	1,429 ^{ns}	0,803 ^{ns}	1,375 ^{ns}	1,014 ^{ns}	2,667 ^{ns}	1,667 ^{ns}	1,778 ^{ns}	2,917*	1

^{ns} = não significativo; * e célula em amarelo = significativo. Dados da coluna sobre dados da linha.

Tabela 22. Correlação de Pearson entre a frequência de conformidade e os preços do cloreto de potássio, para o potássio no laboratório 2 (nível de significância entre parênteses).

	Abaixo	Dentro	Acima
Cloreto de Potássio	0,61 (0,20)	0,26 (0,62)	-0,77 (0,07)

III.3 – Testes de hipóteses

A presente etapa trata de realizar testes de ajustamento para verificar se os conjuntos de dados têm distribuição aproximadamente normal e posterior aplicação de testes de hipóteses para inserção de uma quantificação probabilística aos critérios de decisão. Com base nos resultados da regressão logística, verificou-se os estabelecimentos e as formulações com maior número de comparações significativas entre si. Os resultados dessas duas variáveis foram, então, cruzados e, quando o número de dados era maior que 30, a combinação estabelecimento-formulação foi submetida à avaliação da distribuição de normalidade. Os resultados da regressão logística, separados utilizando-se esses critérios, foram, então, utilizados para o estudo com o teste de Wilcoxon. Dessa forma, avaliou-se, para o nitrogênio, o estabelecimento 18.0 e as formulações 20-04-18 e 20-05-20, e o estabelecimento 9.3, formulações 04-14-08, 20-00-10, 20-04-18 e 20-05-20. Para o fósforo, o estabelecimento 9.8 e a formulação 04-14-08, o estabelecimento 18.0 e a formulação 20-05-20, e o estabelecimento 9.3 e as formulações 04-14-08, 20-04-18 e 20-05-20. No caso do potássio, como apenas a variável “formulação” foi significativa no modelo de regressão logística, não foram avaliadas combinações estabelecimento-formulação, mas apenas formulações, as quais foram a 10-00-30, a 20-00-20 e a 30-00-10.

Em seguida foi elaborada a Tabela 23 que apresenta o sumário estatístico para cada nutriente e as respectivas combinações de estabelecimento e formulação selecionadas. Os valores observados no sumário, associados aos histogramas (Anexo A) serviram como balizamento para confirmar a normalidade dos dados, quando esta é verdadeira, e para a escolha do tipo de teste adequado.

Tabela 23. Sumário estatístico para algumas combinações estabelecimento-formulação, para o laboratório 2.

Estabelecimento	Nutriente												
	N						P				K		
	18.0		9.3				18.0		9.3		na		
Formulação	20-04-18	20-05-20	04-14-08	20-00-10	20-04-18	20-05-20	20-05-20	04-14-08	20-04-18	20-05-20	10-00-30	20-00-20	30_00_10
Média	20,1	20,3	5,2	20,4	19,9	20,2	5,2	14,8	5,1	5,6	28,9	19,0	10,0
Erro padrão	0,2	0,2	0,2	0,1	0,2	0,2	0,1	0,2	0,1	0,2	0,4	0,1	0,2
Desvio padrão	1,14	1,11	1,1	0,812	1,05	1,77	0,76	1,35	0,98	1,3	2,37	2,06	1,31
Mínimo	16,5	19,1	3,4	19,1	17,7	15,0	4,3	12,0	3,5	2,8	23,6	9,44	6,59
1° Quartil	19,4	19,4	4,4	19,7	19,3	19,5	4,5	14,0	4,3	4,9	27,7	17,5	9,12
Mediana	20,0	19,9	5,2	20,3	19,7	20,1	5,1	14,4	5,0	5,3	29,0	19,1	9,87
3° Quartil	20,8	20,9	5,9	21,0	20,6	20,9	5,6	16,1	5,9	6,1	30,7	20,1	10,6
Máximo	22,6	23,6	7,5	22,3	22,7	29,2	7,1	18,6	7,7	11	34,4	26,0	14,8

na - não aplicável

Na Tabela 24, para o nitrogênio, verifica-se que as combinações 18.0/20-04-18 e 9.3/20-00-10 têm distribuição aproximadamente normal. Assim, para essas combinações foi feito o teste Z. Na análise feita para o fósforo, apenas a combinação 9.3/20-04-18 apresentou distribuição aproximadamente normal. Nenhuma das formulações testadas para o potássio apresentou esse tipo de comportamento. Para as demais combinações, também foram testadas as distribuições Lognormal, Weibull e Gamma. Como era de se esperar, nenhuma delas teve comportamento comparável a qualquer dessas distribuições (Anexo B).

Os resultados dos testes de Wilcoxon e Z para o nitrogênio encontram-se na Tabela 24.

Tabela 24. Probabilidades para os testes de Kolmogorov-Smirnov, Z e de Wilcoxon para combinações de estabelecimento e formulação, no laboratório 2, considerando o nitrogênio.

Estabelecimento	Formulação	Kolmogorov-				
		Smirnov	Teste Z	Wilcoxon	Para Li ⁽¹⁾	Para Ls ⁽²⁾
18.0	20-04-18	0,140	0,6443	na	1,0000	<0,0001
18.0	20-05-20	0,018	na	0,0995	<0,0001	0,031
9.3	04-14-08	0,088	na	<0,0001	<0,0001	0,0017
9.3	20-00-10	0,150	0,9973	na	1,0000	<0,0001
9.3	20-04-18	0,022	na	0,4141	<0,0001	<0,0001
9.3	20-05-20	<0,010	na	0,1719	<0,0001	<0,0001

⁽¹⁾ Limite inferior; ⁽²⁾ Limite superior; na - não aplicável.

Com exceção do estabelecimento 9.3 na formulação 04-14-08, todos os demais cumpriram as garantias dentro do intervalo limite inferior-limite superior. No caso desse estabelecimento, o que se verifica é a mesma tendência já observada anteriormente na análise de frequência: o teor de nitrogênio observado é maior que aquele garantido (cerca de 5,2%, nesse caso, com probabilidade de 0,9027). No caso do estabelecimento 18.0, formulação 20-05-20, verificou-se que o teor encontrado se aproxima mais de 20,4%, com probabilidade de 0,9312; para o 9.3, formulação 20-04-18, 19,9% (0,8766); e para o 9.3, formulação 20-05-20, 20,2% (0,9087). Ou seja, todos eles dentro do intervalo considerado aceitável neste trabalho.

Na Tabela 25, têm-se os resultados dos testes de Wilcoxon e Z para o fósforo.

Tabela 25. Probabilidades para os testes de Kolmogorov-Smirnov, Z e de Wilcoxon para combinações de estabelecimento e formulação, no laboratório 2, considerando o fósforo.

Estabelecimento	Formulação	Kolmogorov-Smirnov	Teste Z	Wilcoxon	Para Li ⁽¹⁾	Para Ls ⁽²⁾
18.0	20-05-20	0,046	na	0,4955	<0,0001	0,0006
9.3	04-14-08	<0,010	na	0,0014	<0,0001	0,3944
9.3	20-04-18	>0,150	0,9973	na	1,0000	<0,0001
9.3	20-05-20	0,020	na	0,0119	<0,0001	0,0267

⁽¹⁾ Limite inferior; ⁽²⁾ Limite superior; na - não aplicável.

Todos os estabelecimentos testados cumpriram as garantias dentro do intervalo estabelecido. Para o estabelecimento 18.0, formulação 20-05-20, o valor que mais se aproximou do valor alvo foi de 5,1% (probabilidade de 0,9902). Pode-se dizer que esse estabelecimento cumpriu quase que rigorosamente o teor garantido. Para o estabelecimento 9.3, observa-se uma leve tendência de valores acima do garantido, ainda que dentro do intervalo tolerado. Para a formulação 04-14-08, o valor mais próximo da mediana é de 14,7% ($p = 0,9582$), e para a 20-05-20, 5,36% ($p = 0,9729$).

No caso do potássio, a tendência é que os dados se mantenham mais próximos do limite inferior. Para todas as formulações, as tolerâncias foram cumpridas, considerando-se os desvios admitidos para menos, conforme se observa na Tabela 26.

Tabela 26. Probabilidades para os testes de Kolmogorov-Smirnov, Z e de Wilcoxon para formulações, no laboratório 2, considerando o potássio.

Formulação	Kolmogorov-Smirnov	Teste Z	Wilcoxon	Para Li	Para Ls
10-00-30	0,084	na	0,0822	0,3926	0,0005
20-00-20	<0,010	na	<0,0001	0,7713	<0,0001
30-00-10	<0,010	na	0,0962	<0,0001	<0,0001

na – não aplicável

Para a formulação 10-00-30, o valor mais próximo do teor garantido foi de 29,2%, com 0,9118 de probabilidade. Para a 20-00-20, 19%, resultado já demonstrado na Tabela 26. Já para a formulação 30-00-10, o valor mais próximo foi 9,7% ($p = 0,8727$).

Não havia dados suficientes para testar formulações que contivessem também o fósforo, para que se verificasse, por essa análise, se há influência do nitrogênio sobre o potássio.

IV – CONCLUSÕES

1. Não é possível afirmar que a tolerância não é adequada com base nos resultados desse trabalho.
2. De maneira geral, as amostras analisadas pelo Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA) entre os anos de 2008 e 2010 estão dentro dos limites de tolerância legal estabelecidos para 11 formulações e para os nutrientes N, P e K.
3. Os resultados obtidos pelo MAPA nesses três anos estão correlacionados com as garantias fornecidas pelos estabelecimentos produtores, quando se considera a tolerância estabelecida pela legislação.
4. Pela análise de frequência, conclui-se que os dez estabelecimentos analisados apresentam uma conformidade média de aproximadamente 66%, se considerados os limites de tolerância legal e os limites superiores de tolerância.
5. As garantias fornecidas de nitrogênio tendem a ser subestimadas em relação aos teores obtidos nas análises fiscais. Além disso, há uma grande variabilidade associada à análise do potássio (K_2O) solúvel em água.
6. Quando analisados pelo laboratório 2, a aceitação da mistura tem relação com o estabelecimento e a formulação, para o nitrogênio e o fósforo, enquanto que para o potássio, há relação apenas com a formulação. Os poucos dados sobre especificação granulométrica não permitem concluir que este fator não tem influência sobre o resultado da análise.
7. O teste de Wilcoxon também confirmou o cumprimento das tolerâncias legalmente estabelecidas para alguns estabelecimentos e formulações, cujos teores de macronutrientes primários foram analisados pelo laboratório 2.
8. Não foi observada qualquer correlação entre os preços das matérias-primas utilizadas na formulação de fertilizantes e os resultados obtidos nas análises fiscais realizadas pelo laboratório 2.

9. Há necessidade de mais estudos sobre o procedimento de amostragem adotado oficialmente e, principalmente, sobre a influência da quarteação nos resultados obtidos nas análises fiscais.

10. A presença de resultados fora da garantia para fertilizantes minerais mistos parece estar ligada a fontes de variação não relacionadas apenas à tolerância estabelecida pelo MAPA.

11. Há necessidade de realizar estudo similar ao deste trabalho para os macronutrientes secundários e para os micronutrientes.

12. Os resultados obtidos para as onze formulações, os dez estabelecimentos e os seis laboratórios são válidos apenas para o conjunto de dados analisado, sendo necessária a contínua análise dos dados da fiscalização ao longo dos próximos anos.

V – RECOMENDAÇÕES E CONSIDERAÇÕES FINAS

V.1 – Controle de qualidade

V.1.1 - Fiscalização de fertilizantes

O Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA) realiza um tipo de fiscalização dos fertilizantes oriundos de estabelecimentos produtores, com base no que foi descrito no tópico II.1.3. Basicamente, esse tipo de fiscalização é semelhante ao recomendado pelas normas NBR 5429 e NBR 5430, para a inspeção por amostragem, com algumas adaptações. Vale a pena citar aqui o processo de quarteamento que é realizado ao final da extração das amostras. Adaptações desse tipo são permitidas, e podem até gerar custos menores na amostragem e no processo de decisão, bem como na formação e qualificação dos fiscais. No entanto, e por outro lado, esse processo pode gerar informações não calcadas em um pilar quantitativo que agregue maior segurança ao processo decisório.

Alguns princípios do SPC (*Statistical Process Control*) poderiam ser aplicados à fiscalização de fertilizantes, por exemplo, o uso de algumas normas para a realização da inspeção por amostragem.

A inspeção é uma atividade fundamental no controle de qualidade. Existem dois tipos de inspeção:

- 1) Inspeção para aceitação: destina-se apenas a detectar se um lote recebido deve ser aceito ou rejeitado; e

- 2) Inspeção de retificação: visa vistoriar o lote completo para verificar se é necessário aumentar o nível de qualidade do lote. Por exemplo, se o lote for constituído de peças, a inspeção determina se haverá necessidade de examinar o lote completo, a fim de trocar todas as peças defeituosas encontradas por peças perfeitas.

O MAPA vale-se do primeiro tipo, acima citado na fiscalização de fertilizantes. Essa inspeção é feita por amostragem. Algumas considerações a esse respeito se fazem necessárias. Se por um lado, a inspeção por amostragem tende a reduzir custos, o que é uma vantagem, por outro, a segurança de seus resultados exige alguns cuidados que tornam sua prática um tanto mais complexa. Em outras palavras, existe o risco de aceitar um lote de produto que não satisfaz aos valores especificados e de rejeitar lotes bons. A precisão com que o plano de amostragem permite diferenciar um lote bom de um lote ruim aumenta com o aumento do tamanho da amostra. Além disso, o procedimento de amostragem deve levar em conta tanto o objetivo da amostragem (no caso, auditoria do processo produtivo) quanto o histórico do estabelecimento cujo produto é amostrado (Montgomery, 1997).

Nesse contexto, a metodologia utilizada pelo MAPA se assemelha à preconizada pelas normas citadas por Montgomery, especialmente elaboradas para avaliar a qualidade de produtos. Essas normas constituem-se de instruções sobre os procedimentos típicos de inspeção, dados e informações referentes à inspeção e à amostragem, níveis de segurança dos planos amostrais, informações gerais sobre testes de normalidade e outras informações pertinentes. Além disso, contêm tabelas com parâmetros associados a um grande número de planos. Entretanto, essas normas não prevêm a redução do número de amostras retiradas antes de aplicar o critério de aceitação. O diferencial da metodologia adotada pelo MAPA está no momento final, quando as amostras retiradas são misturadas no quarteador e reduzidas a quatro subamostras.

Apontadas por Montgomery (1997) como parte do SPC, as normas exigem que os dados tenham distribuição normal. Isso pode ser um problema no caso da fiscalização de qualquer produto, particularmente da fiscalização de fertilizantes. No entanto, existem procedimentos de amostragem para dados com distribuição desconhecida. Montgomery (1997) cita, por exemplo, procedimentos desenvolvidos por Duncan. Outra questão a ser analisada é que as amostras de fertilizantes são quarteadas e misturadas, o que impede a correta aferição de sua variabilidade. Segundo Carvalho (1995), a redução das amostras por quarteação chega a afetar a precisão dos resultados e

a massa das amostras analisadas. Talvez, esse procedimento afete também a distribuição de probabilidade dos dados.

Uma das vantagens da utilização desses métodos de inspeção por amostragem seria justamente acabar com a redução de amostras por quarteação e com a realização de análises periciais. A MIL STD 414 é uma norma desenvolvida pelas forças armadas dos Estados Unidos que estabelece um plano de amostragem, lote por lote, por variáveis. Logo, caso se confirme a hipótese de distribuição normal dos dados, esta poderia ser utilizada na fiscalização de fertilizantes. O princípio desta norma é o estabelecimento de um nível de qualidade aceitável (AQL, sigla de *Acceptable Quality Level*). Foram estabelecidos cinco níveis de inspeção, sendo que o nível IV é considerado normal. O tamanho da amostra é dado em função do tamanho do lote e do nível de inspeção aplicado (severo, normal ou reduzido). Esses parâmetros são tabelados e, dessa tabela, obtém-se uma letra-código que servirá de entrada em outra tabela. Dessa segunda tabela, obtém-se o tamanho da amostra, que cruzado com o AQL, fornece o valor de k, que é a distância crítica.

Assim, calcula-se o valor Z_{LSL} , utilizando-se a fórmula abaixo:

$$Z_{LSL} = \frac{\bar{x} - LSL}{\sigma} \quad (1)$$

Em que \bar{x} é a média, LSL é o valor mínimo a ser obtido e σ é o desvio-padrão do processo. Caso este não seja conhecido, o valor S, que é o desvio-padrão da amostra pode ser utilizado. Assim, se o valor de Z_{LSL} é maior ou igual a k, o lote é aceito; se for menor que k, o lote é rejeitado. Andrade (2004) propõe a averiguação da conformidade dos fertilizantes por meio do intervalo de confiança utilizando metodologia similar à descrita acima:

$$\bar{x} - Z_p \frac{s}{\sqrt{n}} \leq \mu_x \leq \bar{x} + Z_p \frac{s}{\sqrt{n}} \quad (2)$$

Em que \bar{x} corresponde à média dos dados, Z_p é o valor associado à probabilidade p (associada ao nível de confiança do teste, de 99%, o que leva a $Z_p = 2,326$), s é o desvio-padrão dos dados e n é o número de amostras. Andrade (2004) propõe ainda o uso dos coeficientes de variação obtidos para cada um dos nutrientes em lugar do desvio-padrão. Também para essa metodologia supõe-se distribuição normal dos dados, o que nem sempre é verdadeiro no caso dos resultados das análises de fertilizantes.

Existe no Brasil norma da ABNT para a inspeção por amostragem, a NBR 5429 e a NBR 5430. Estas poderiam ser utilizadas para o caso dos fertilizantes. Há, porém, um conjunto de normas ISO específicas para fertilizantes, com procedimentos para

amostragem, inclusive. Aliás, existe um subcomitê desse organismo que trata dos fertilizantes. Entre as normas que tratam da amostragem de fertilizantes têm-se: ISO/TR 7553:1987; ISO 7742:1988; ISO 8358:1991; ISO 8633:1992; e ISO 8634:1991.

Um estudo mais aprofundado é, no entanto, necessário para verificar a necessidade de se modificar o procedimento de amostragem adotado pelo MAPA, já que, de acordo com Carvalho (1995), a metodologia adotada por este órgão é precisa e produz amostras representativas. Mas, por outro lado, Andrade (2004) observou que apenas 40% das análises periciais confirmavam os resultados das análises fiscais, o que, segundo o autor, é um indício da grande variabilidade entre sub-amostras, sugerindo que a metodologia de quarteação deveria ser repensada.

As considerações aqui colocadas podem representar informações preliminares para o futuro no que concerne ao estabelecimento de parâmetros a serem preconizados pela legislação que orienta a fiscalização de fertilizantes.

V.1.2 – Gráficos de controle

O conjunto de dados disponibilizado para o desenvolvimento do presente trabalho contém os resultados da fiscalização de fertilizantes efetuada pelos fiscais do MAPA. Portanto, trata-se de um conjunto de observações individuais, numa série cronológica. Com o intuito incorporar quantificadores probabilísticos a esses resultados, cogitou-se utilizar para isso, gráficos de controle. O gráfico de controle, nada mais é do que um conjunto de testes de hipóteses, realizado instantaneamente, a cada valor observado. Um pequeno leque de opções de gráficos apresentava-se para a situação: Gráfico de Medidas Individuais e de Amplitude Móvel, Gráfico CUSUM* (Cumulative Sum) e Gráfico EWMA (Exponential Weighted Mean Average) (Montgomery, 1997). Os dois primeiros exigem normalidade dos dados, característica que foi encontrada apenas em um número muito baixo de conjuntos amostrais e sua utilização foi descartada. O gráfico EWMA não exige normalidade da distribuição dos dados, mas atribui pesos às observações. O uso de pesos associados a observações não é pertinente nesse caso, portanto esse gráfico também não pode ser utilizado.

Optou-se, então, por realizar testes de hipóteses convencionais, paramétricos quando a exigência de normalidade foi satisfeita e, não-paramétricos, em caso contrário.

VI - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANDA. Preços vigentes – Vendas industriais (Mercado Brasileiro de Fertilizantes). In: **Anuário Estatístico – Setor de Fertilizantes**. 2010. (CD-ROM).

ANDA. Preços vigentes – Vendas industriais (Mercado Brasileiro de Fertilizantes). In: **Anuário Estatístico – Setor de Fertilizantes**. 2009. (CD-ROM).

ANDA. Preços vigentes – Vendas industriais (Mercado Brasileiro de Fertilizantes). In: **Anuário Estatístico – Setor de Fertilizantes**. 2008. (CD-ROM).

ANDRADE, R.R. **Utilização de métodos estatísticos na fiscalização do comércio de fertilizantes no Estado do Paraná**. Florianópolis, 2004. 135 p. (Dissertação de mestrado apresentada à Universidade Federal de Santa Catarina).

BANZATTO, D.A. & KRONKA, S.N. **Experimentação agrícola**. 3 ed. Jaboticabal: FUNEP, 1995. 247 p.

BRASIL. Decreto n. 4.954, 14 jan. 2004a. Aprova o Regulamento da Lei nº 6.894, de 16 de dezembro de 1980, que dispõe sobre a inspeção e fiscalização da produção e do comércio de fertilizantes, corretivos, inoculantes ou biofertilizantes destinados à agricultura, e dá outras providências. **Diário Oficial da União**, Brasília, p. 2, 15 jan. 2004. Seção 1.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa n. 05, 23 fev. 2007a. Aprova as definições e normas sobre as especificações e as garantias, as tolerâncias, o registro, a embalagem e a rotulagem dos fertilizantes minerais destinados à agricultura. **Diário Oficial da União**, Brasília, p.10, 1 mar. 2007. Seção 1.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa n. 10, 6 mai. 2004b. Aprova as disposições sobre a classificação e os registros de estabelecimentos e produtos, as exigências e critérios para embalagem, rotulagem, propaganda e para prestação de serviço, bem como os procedimentos a serem adotados na inspeção e fiscalização da produção, importação, exportação e comércio de fertilizantes, corretivos, inoculantes e biofertilizantes, destinados à agricultura. **Diário Oficial da União**, Brasília, p.12, 12 mai. 2004. Seção 1.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa n. 28, 27 jul. 2007b. Aprova os Métodos Analíticos Oficiais para Fertilizantes Minerais, Orgânicos, Organo-Minerais e Corretivos. **Diário Oficial da União**, Brasília, p.11, 31 jul. 2007. Seção 1.

CARVALHO, F.J.P.C. **Fatores de variação dos resultados da análise química e granulométrica de fertilizantes**. Piracicaba, 1995. 68 p. (Dissertação de Mestrado apresentada à Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz – USP).

CONOVER, W.J. **Practical nonparametric Statistics**. 2. ed. Nova Iorque: John Wiley & Sons, 1980. 493 p.

HOSMER, D.W. & LEMESHOW, S. **Applied Logistic Regression**. 2. ed. Nova Iorque: John Wiley & Sons, 2000. 375 p.

- MALAVOLTA, E. **Fertilizantes: controle de qualidade**. São Paulo: ANDA, 1978. 39 p.
- MONTGOMERY, D.C. **Introduction to statistical quality control**. 3. ed. Nova Iorque: John Wiley & Sons, 1997. 674 p.
- MOORE, D.S. **A estatística básica e sua prática**. Rio de Janeiro: LTC, 2000. 482 p. (Tradução: Farias, A.A.).
- OTT, R.L. & LONGNECKER, M.. **An introduction to statistical methods and data analysis**. Belmont: Cengage Learning, 2001. 1283 p.
- SAAB, A.A.; PAULA, R. de A. O mercado de fertilizantes no Brasil: diagnósticos e propostas de políticas. In: **Revista de Política Agrícola**, Ano XVII, n° 2. Brasília: Secretaria Nacional de Política Agrícola, Companhia Nacional de Abastecimento, 2008. p. 5-24.
- TRANI, P.E.; TRANI, A.L. **Fertilizantes: cálculo de fórmulas comerciais**. Campinas: Instituto Agrônomo, 2011. 29 p. (Série Tecnologia APTA. Boletim Técnico IAC, 208)
- TOSATO, J.M.T. **Segregação no transporte de fertilizantes comercializados em embalagens “Big Bag”**. Ponta Grossa, 2006. 115 p. (Dissertação de Mestrado apresentada à Universidade Estadual de Ponta Grossa).
- UNIDO – IFDC. **Fertilizer Manual**. Dordrecht: Kluwer Academic Publishers, 1998. 615 p.

ANEXO A – GRÁFICOS DE PARETO DA DISTRIBUIÇÃO DE FREQUÊNCIA DOS DADOS PARA FORMULAÇÕES E ESTABELECIMENTOS

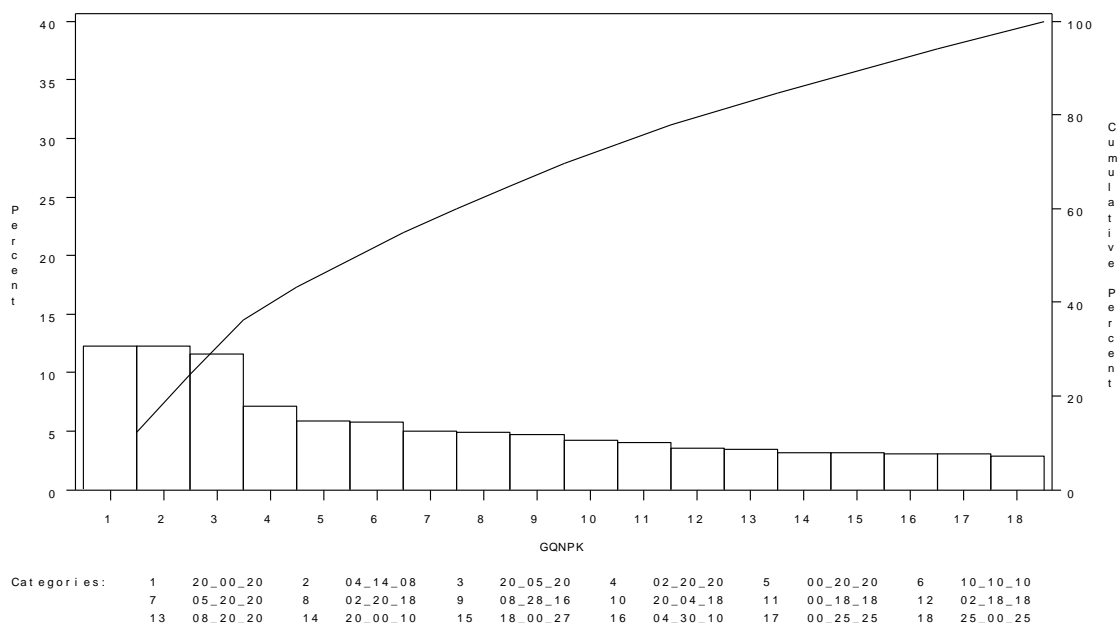


Figura 1A. Gráfico de pareto da distribuição de frequência dos dados para formulações (GQNPK), considerando-se dados que representavam mais de 1% das observações.

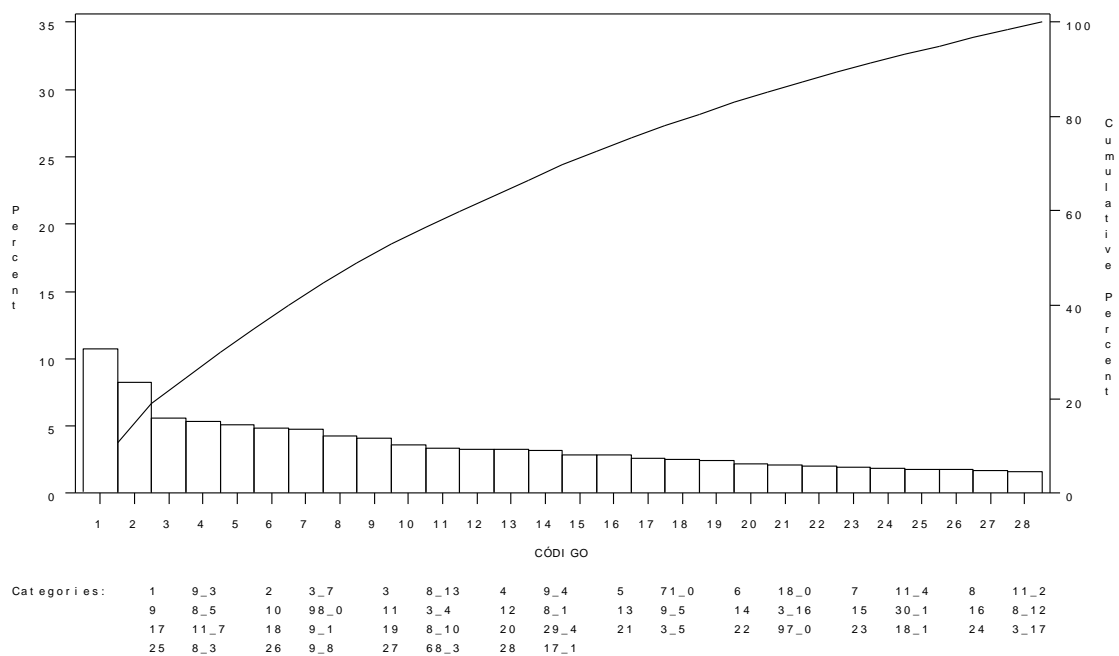


Figura 2A. Gráfico de pareto da distribuição de frequência dos dados para estabelecimentos (CÓDIGO), considerando-se dados que representavam mais de 1% das observações.

ANEXO B – SUMÁRIOS ESTATÍSTICOS

Tabela 1B. Resultados da estatística descritiva para o nitrogênio (N Total), considerando todos os dados e separado por formulação.

Estatística	N Total	Formulação										
		20-00-20	04-14-08	20-05-20	02-20-20	10-10-10	05-20-20	02-20-18	08-28-16	20-04-18	08-20-20	20-00-10
Média	12,1	20,2	4,51	20,1	2,52	10,5	5,40	2,51	8,36	20,0	8,26	20,2
Erro padrão	0,1	0,1	0,04	0,1	0,03	0,1	0,05	0,04	0,08	0,1	0,08	0,1
Desvio padrão	8,56	1,20	0,790	1,46	0,501	1,06	0,693	0,499	1,04	1,05	0,862	1,14
Mínimo	0,760	15,8	3,36	13,1	1,74	5,85	4,06	1,70	2,97	16,5	3,93	16,3
1º quartil	4,59	19,5	3,97	19,4	2,17	9,85	4,84	2,19	7,88	19,3	7,80	19,5
Mediana	9,80	20,2	4,35	20,0	2,41	10,5	5,36	2,48	8,42	19,9	8,08	20,2
3º quartil	19,3	20,9	4,83	20,8	2,81	11,1	5,79	2,68	8,84	20,6	8,65	20,9
Máximo	49,7	29,1	9,00	29,2	4,64	13,8	8,06	6,31	10,9	22,7	11,0	23,1
Modo	19,0	19,0	3,93	19,0	2,31	10,8	5,55	2,50	8,33	19,5	8,00	19,3
Variância da amostra	73,2	1,43	0,625	2,12	0,251	1,13	0,480	0,249	1,07	1,10	0,743	1,30
Curtose	0,414	8,72	5,17	7,69	1,19	2,38	0,741	20,9	8,28	0,984	6,23	2,33
Assimetria	0,851	0,934	1,80	-0,209	1,03	0,0842	0,653	3,10	-1,70	-0,076	-0,385	-0,723
Intervalo	48,9	13,3	5,64	16,0	2,90	7,95	4,00	4,61	7,92	6,17	7,02	6,84
Soma	$9,43 \times 10^4$	$7,93 \times 10^3$	$1,75 \times 10^3$	$7,36 \times 10^3$	$5,76 \times 10^3$	$1,93 \times 10^3$	$8,65 \times 10^2$	$3,94 \times 10^2$	$1,25 \times 10^3$	$2,66 \times 10^3$	$9,00 \times 10^2$	$2,06 \times 10^3$
Contagem	7804	392	388	366	228	183	160	157	150	133	109	102
Nível de confiança(95,0%)	0,190	0,119	0,0789	0,150	0,0654	0,155	0,108	0,0786	0,167	0,180	0,164	0,224

Tabela 2B. Resultados da estatística descritiva para o fósforo (P₂O₅), considerando todos os dados e separado por formulação.

Estatística	P ₂ O ₅	Formulação								
		04-14-08	20-05-20	02-20-20	10-10-10	05-20-20	02-20-18	08-28-16	20-04-18	08-20-20
Média	18,6	14,3	5,30	20,2	9,8	20,1	20,3	28,3	4,7	20,0
Erro padrão	0,1	0,1	0,05	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1
Desvio padrão	9,03	1,23	0,954	1,10	1,6	0,954	1,43	2,98	1,1	1,28
Mínimo	0,00	9,40	0,0200	17,0	6,2	17,2	10,7	4,54	0,58	15,8
1º quartil	12,9	13,6	4,72	19,4	9,0	19,3	19,5	27,2	3,9	19,3
Mediana	19,4	14,2	5,20	20,2	9,7	19,9	20,3	28,3	4,4	20,0
3º quartil	24,4	15,1	5,74	20,8	11	20,8	21,0	29,9	5,1	20,5
Máximo	60,0	19,3	10,7	25,4	15	22,6	27,3	34,7	11	24,0
Modo	9,00	13,0	4,28	19,3	9,0	20,8	20,7	28,0	3,9	20,4
Variância da amostra	81,6	1,51	0,910	1,21	2,7	0,910	2,05	8,89	1,3	1,63
Curtose	0,159	2,41	6,29	2,25	1,2	0,271	16,2	26,7	8,6	2,65
Assimetria	0,163	0,0135	0,545	0,468	0,53	0,0735	-1,46	-3,51	1,5	0,0818
Intervalo	60,0	9,94	10,7	8,33	9,0	5,46	16,6	30,2	11	8,20
Soma	1,23×10 ⁵	5,59×10 ³	1,93×10 ³	4,61×10 ³	1,8×10 ³	3,21×10 ³	3,18×10 ³	4,21×10 ³	6,2×10 ²	2,18×10 ³
Contagem	6632	390	364	228	183	160	157	149	133	109
Nível de confiança(95,0%)	0,217	0,122	0,0983	0,143	0,24	0,149	0,225	0,483	0,20	0,242

Tabela 3B. Resultados da estatística descritiva para o potássio (K₂O), considerando todos os dados e separado por formulação.

Estatística	K ₂ O	Formulação										
		20-00-20	04-14-08	20-05-20	02-20-20	10-10-10	05-20-20	02-20-18	08-28-16	20-04-18	08-20-20	20-00-10
Média	17,4	19,3	8,13	19,6	20,0	10,0	20,2	18,1	15,9	17,2	20,2	10,0
Erro padrão	0,1	0,1	0,06	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,2	0,2	0,1	0,1
Desvio padrão	7,31	2,03	1,11	2,03	1,42	1,43	1,24	2,01	2,06	1,83	1,40	1,37
Mínimo	0,00	9,44	4,05	2,25	11,8	6,24	15,4	9,04	10,9	10,6	16,5	7,44
1º quartil	11,5	17,9	7,35	19,0	19,3	9,17	19,2	17,2	15,1	17,0	19,2	9,10
Mediana	17,9	19,3	8,00	19,6	20,0	9,99	20,1	18,0	15,7	17,1	20,1	9,60
3º quartil	20,8	20,5	8,75	20,8	20,9	10,9	20,9	18,8	16,8	18,2	21,2	10,8
Máximo	63,4	26,9	14,0	25,3	24,3	15,4	23,4	27,4	30,3	21,8	24,6	14,7
Modo	20,0	19,0	7,20	20,0	19,0	9,00	19,0	17,5	15,0	17,0	19,1	9,50
Variância da amostra	53,4	4,14	1,23	4,12	2,01	2,06	1,55	4,06	4,26	3,34	1,97	1,89
Curtose	5,78	1,72	4,02	14,4	5,24	0,912	1,67	8,69	16,2	1,40	0,903	1,67
Assimetria	1,32	-0,00760	0,873	-1,68	-1,22	0,302	-0,218	0,834	2,28	-0,461	0,425	1,02
Intervalo	63,4	17,5	9,91	23,1	12,5	9,13	7,98	18,4	19,5	11,2	8,12	7,26
Soma	1,43×10 ⁵	7,58×10 ³	3,16×10 ³	7,22×10 ³	4,55×10 ³	1,84×10 ³	3,23×10 ³	2,83×10 ³	2,38×10 ³	2,29×10 ³	2,21×10 ³	1,02×10 ³
Contagem	8197	392	389	368	228	183	160	157	150	133	109	102
Nível de confiança (95,0%)	0,158	0,202	0,110	0,208	0,185	0,209	0,194	0,317	0,333	0,313	0,267	0,270

Tabela 4B. Resultados da estatística descritiva para o nitrogênio (N Total), separado por estabelecimento produtor.

Estatística	Estabelecimento									
	9.3	3.7	8.13	9.4	71.0	18.0	11.4	8.5	11.2	98.0
Média	17,9	12,7	4,9	11,5	13,3	18,1	16,1	16,2	18,1	5,7
Erro padrão	0,3	0,5	0,2	0,6	0,2	0,4	0,5	0,4	0,7	0,3
Desvio padrão	6,41	9,97	4,0	9,59	4,10	6,52	8,02	6,73	10,5	3,7
Mínimo	1,96	1,15	1,7	1,82	2,00	1,83	1,51	3,64	1,27	1,5
1º Quartil	13,6	4,24	2,32	4,80	10,7	17,0	9,09	10,5	8,67	2,4
Mediana	19,7	8,59	3,2	8,46	13,5	19,6	18,1	19,3	19,9	4,8
3º Quartil	20,9	20,3	6,60	17,6	15,4	20,9	20,4	20,6	25,5	8,4
Máximo	39,0	44,3	32	45,6	23,3	44,8	37,4	30,7	44,9	26
Modo	24,2	2,05	2,2	4,80	12,6	19,2	20,0	20,0	8,16	11
Variância da amostra	41,1	99,4	16	91,9	16,8	42,5	64,4	45,3	110	14
Curtose	0,451	-0,526	13	2,52	-0,219	2,04	-0,300	-0,823	-0,919	5,8
Assimetria	-0,233	0,697	2,8	1,59	0,0182	-0,421	-0,0900	-0,495	0,101	1,6
Intervalo	37,1	43,2	30	43,8	21,3	42,9	35,9	27,1	43,6	25
Soma	$1,12 \times 10^4$	$5,84 \times 10^3$	$1,4 \times 10^3$	$3,39 \times 10^3$	$3,96 \times 10^3$	$5,07 \times 10^3$	$4,49 \times 10^3$	$3,93 \times 10^3$	$4,11 \times 10^3$	$8,0 \times 10^2$
Contagem	624	460	290	294	298	280	279	242	227	139
Nível de confiança(95,0%)	0,504	0,913	0,46	1,10	0,467	0,767	0,945	0,852	1,37	0,62

Tabela 5B. Resultados da estatística descritiva para o fósforo (P₂O₅), separado por estabelecimento produtor.

Estatística	Estabelecimento									
	9.3	3.7	8.13	9.4	71.0	18.0	11.4	8.5	11.2	98.0
Média	9,7	19,4	20,2	23,8	16,0	8,4	13,7	8,9	18	22,0
Erro padrão	0,4	0,5	0,3	0,6	0,7	0,6	0,8	0,8	1	0,3
Desvio padrão	8,5	10,4	4,49	9,40	9,62	7,8	10,1	8,4	13	4,85
Mínimo	0,0	0,930	3,42	2,08	2,70	0,58	1,00	1,7	0,98	4,89
1º Quartil	4,6	13,5	18,2	20,1	8,93	4,3	5,30	4,3	5,2	19,1
Mediana	6,0	20,5	20,2	24,5	14,9	5,1	9,69	5,1	20	20,8
3º Quartil	12	26,0	22,5	29,9	22,3	9,4	20,5	9,3	28	25,7
Máximo	46	46,1	42,8	52,9	52,1	43	43,1	36	52	32,1
Modo	4,5	26,0	19,3	25,6	9,00	4,3	5,40	5,0	30	20,9
Variância da amostra	73	107	20,1	88,4	92,6	61	103	71	1,6E+02	23,5
Curtose	2,5	-0,636	3,70	0,707	2,55	4,9	-0,431	2,5	-0,75	-0,246
Assimetria	1,8	-0,0859	-0,0318	-0,222	1,27	2,3	0,757	1,9	0,29	0,0328
Intervalo	46	45,1	39,4	50,9	49,4	43	42,1	34	51	27,2
Soma	3,5×10 ³	7,19×10 ³	6,50×10 ³	5,84×10 ³	2,75×10 ³	1,4×10 ³	2,46×10 ³	9,0×10 ²	2,6×10 ³	4,61×10 ³
Contagem	361	370	321	245	172	171	179	101	142	209
Nível de confiança(95,0%)	0,88	1,06	0,493	1,18	1,45	1,2	1,49	1,7	2,1	0,661

Tabela 6B. Resultados da estatística descritiva para o potássio (K₂O), separado por estabelecimento produtor.

Estatística	Estabelecimento									
	9.3	3.7	8.13	9.4	71.0	18.0	11.4	8.5	11.2	98.0
Média	16,4	15,5	19,7	17,0	18,9	15,8	19,8	16,8	17,9	21,0
Erro padrão	0,2	0,4	0,3	0,6	0,4	0,3	0,4	0,5	0,8	0,4
Desvio padrão	6,24	7,55	6,01	9,32	6,52	5,25	6,34	7,21	11,0	6,43
Mínimo	1,06	1,25	7,17	1,05	7,30	1,35	2,24	3,90	1,04	4,86
1º Quartil	11,1	9,68	17,1	11,0	15,6	11,2	15,9	11,6	11,3	16,6
Mediana	17,3	15,5	19,8	16,1	19,0	17,1	20,2	17,1	16,8	20,6
3º Quartil	19,8	19,2	23,2	20,0	21,3	19,1	24,2	19,7	20,8	25,7
Máximo	34,4	60,1	32,0	61,8	61,0	30,0	35,1	60,0	63,4	36,3
Modo	19,1	20,3	11,2	9,04	19,0	20,0	19,5	20,0	20,0	19,0
Variância da amostra	39,0	57,1	36,1	86,8	42,5	27,6	40,3	52,0	121	41,3
Curtose	-0,0725	8,74	-0,532	9,96	7,66	-0,0513	-0,568	8,55	6,96	-0,683
Assimetria	-0,0398	1,91	-0,0407	2,62	1,67	-0,264	-0,269	1,79	2,36	-0,188
Intervalo	33,4	58,9	24,8	60,7	53,7	28,7	32,9	56,1	62,4	31,4
Soma	1,03×10 ⁴	6,62×10 ³	6,37×10 ³	4,71×10 ³	5,51×10 ³	4,26×10 ³	5,10×10 ³	3,90×10 ³	3,84×10 ³	4,41×10 ³
Contagem	627	426	324	277	291	269	258	232	214	210
Nível de confiança(95,0%)	0,490	0,719	0,657	1,10	0,752	0,630	0,778	0,933	1,48	0,874

Tabela 7B. Resultados da estatística descritiva para o nitrogênio (N Total), separado por laboratório.

Estatística	Laboratório					
	1	2	3	4	5	6
Média	7,0	15,0	10,2	12,9	15,4	6,7
Erro padrão	0,2	0,2	0,3	0,2	0,2	0,1
Desvio padrão	6,2	9,05	6,84	5,06	8,48	5,9
Mínimo	0,91	1,15	0,760	1,00	1,51	1,2
1º Quartil	2,7	6,07	4,62	10,0	7,84	2,6
Mediana	4,7	17,1	9,13	13,1	17,3	5,1
3º Quartil	9,26	20,6	14,0	15,8	20,5	8,7
Máximo	46	45,8	49,7	45,5	45,7	47
Modo	2,8	4,01	10,8	14,9	19,0	2,4
Variância da amostra	39	81,9	46,8	25,6	72,0	35
Curtose	8,6	-0,267	4,98	4,24	-0,336	11
Assimetria	2,5	0,385	1,61	0,705	0,262	2,9
Intervalo	45	44,7	48,9	44,5	44,2	46
Soma	$4,7 \times 10^3$	$4,63 \times 10^4$	$6,14 \times 10^3$	$8,35 \times 10^3$	$1,81 \times 10^4$	$1,1 \times 10^4$
Contagem	665	3094	604	647	1169	1625
Nível de confiança(95,0%)	0,47	0,319	0,547	0,390	0,487	0,29

Tabela 8B. Resultados da estatística descritiva para o fósforo (P₂O₅), separado por laboratório.

Estatística	Laboratório					
	1	2	3	4	5	6
Média	21,6	16,2	19,1	16,7	15,4	21,3
Erro padrão	0,2	0,2	0,4	0,4	0,4	0,1
Desvio padrão	6,45	11,0	9,43	9,42	9,90	5,14
Mínimo	2,25	0,0	2,70	2,12	0,0200	0
1º Quartil	18,2	5,34	11,4	9,00	5,71	19,0
Mediana	21,0	14,7	18,7	16,2	15,0	20,2
3º Quartil	24,5	25,3	26,3	23,1	22,7	24,4
Máximo	54,0	54,0	54,2	53,8	60,0	51,4
Modo	19,0	4,28	9,00	9,00	5,40	19,0
Variância da amostra	41,6	121	88,9	88,8	98,0	26,4
Curtose	3,05	-0,717	0,485	1,89	0,123	2,04
Assimetria	0,704	0,491	0,605	1,08	0,577	0,428
Intervalo	51,8	54,0	51,5	51,7	60,0	51,4
Soma	1,82×10 ⁴	3,35×10 ⁴	9,53×10 ³	7,37×10 ³	1,20×10 ⁴	4,26×10 ⁴
Contagem	841	2068	498	442	777	2005
Nível de confiança(95,0%)	0,437	0,474	0,830	0,881	0,697	0,225

Tabela 9B. Resultados da estatística descritiva para o potássio (K₂O), separado por laboratório.

Estatística	Laboratório					
	1	2	3	4	5	6
Média	16,5	16,0	17,0	18,0	18,7	19,1
Erro padrão	0,2	0,1	0,4	0,3	0,2	0,1
Desvio padrão	5,69	8,08	8,67	7,13	7,12	5,84
Mínimo	1,25	0,420	0,0	1,10	1,02	2,05
1º Quartil	12,8	9,81	10,4	12,4	12,9	15,7
Mediana	17,2	16,1	17,0	18,4	19,3	19,3
3º Quartil	19,6	19,5	20,3	21,1	23,8	22,1
Máximo	57,6	63,4	61,0	57,7	42,0	36,3
Modo	7,20	20,0	9,00	19,0	19,0	19,0
Variância da amostra	32,4	65,2	75,1	50,8	50,8	34,1
Curtose	6,72	8,57	9,44	4,08	-0,262	-0,221
Assimetria	1,03	2,04	2,37	1,18	0,0953	0,0606
Intervalo	56,4	63,0	61,0	56,6	41,0	34,2
Soma	1,40×10 ⁴	4,76×10 ⁴	9,70×10 ³	1,16×10 ⁴	2,10×10 ⁴	3,92×10 ⁴
Contagem	846	2969	571	644	1119	2047
Nível de confiança(95,0%)	0,384	0,291	0,712	0,552	0,418	0,253

**ANEXO C – RESULTADOS DA ANÁLISE DE FREQUÊNCIA DE
RESULTADOS ABAIXO, DENTRO E ACIMA DO TOLERADO**

Tabela 1C. Resultados da análise de frequência de resultados de análise abaixo, dentro e acima do tolerado, para o nitrogênio (N Total), separado por estabelecimento.

Estabelecimento	Resultado (em relação ao teor tolerado)			n
	Abaixo (%)	Dentro (%)	Acima (%)	
9.3	4,97	65,06	29,97	624
3.7	2,39	66,96	30,65	460
8.13	1,38	58,97	39,66	290
9.4	2,72	72,45	24,83	294
71.0	1,01	72,48	26,51	298
18.0	2,14	69,29	28,57	280
11.4	4,66	75,27	20,07	279
11.2	3,08	71,37	25,55	227
8.5	2,48	74,38	23,14	242
98.0	4,32	75,54	20,14	139

n = número de observações.

Tabela 2C. Resultados da análise de frequência de resultados de análise abaixo, dentro e acima do tolerado, para o fósforo (P₂O₅), separado por estabelecimento.

Estabelecimento	Resultado (em relação ao teor tolerado)			n
	Abaixo (%)	Dentro (%)	Acima (%)	
9.3	7,20	51,25	41,55	361
3.7	2,70	47,84	49,46	370
8.13	3,12	76,64	20,25	321
9.4	1,63	42,04	56,33	245
71.0	37,79	50,00	12,21	172
18.0	8,77	70,76	20,47	171
11.4	2,79	68,72	28,49	179
11.2	3,52	51,41	45,07	142
8.5	7,92	72,28	19,80	101
98.0	4,78	79,90	15,31	209

n = número de observações.

Tabela 3C. Resultados da análise de frequência de resultados de análise abaixo, dentro e acima do tolerado, para o potássio (K₂O), separado por estabelecimento.

Estabelecimento	Resultado (em relação ao teor tolerado)			n
	Abaixo (%)	Dentro (%)	Acima (%)	
9.3	23,29	61,40	15,31	627
3.7	14,32	69,48	16,20	426
8.13	6,48	72,22	21,30	324
9.4	9,75	70,04	20,22	277
71.0	18,56	60,48	20,96	291
18.0	24,16	66,17	9,67	269
11.4	7,36	70,54	22,09	258
11.2	20,09	58,88	21,03	214
8.5	20,69	60,34	18,97	232
98.0	3,81	76,67	19,52	210

n = número de observações.

Tabela 4C. Resultados da análise de frequência de resultados de análise abaixo, dentro e acima do tolerado, para o nitrogênio (N Total), separado por laboratório.

Laboratório	Resultado (em relação ao teor tolerado)			n
	Abaixo (%)	Dentro (%)	Acima (%)	
1	1,50	68,87	29,62	665
2	3,36	68,65	27,99	3094
3	6,13	66,72	27,15	604
4	0,31	76,82	22,87	647
5	5,73	72,20	22,07	1169
6	1,72	59,94	38,34	1625

n = número de observações.

Tabela 5C. Resultados da análise de frequência de resultados de análise abaixo, dentro e acima do tolerado, para o fósforo (P₂O₅), separado por laboratório.

Laboratório	Resultado (em relação ao teor tolerado)			n
	Abaixo (%)	Dentro (%)	Acima (%)	
1	2,97	73,37	23,66	841
2	4,79	52,18	43,04	2068
3	25,30	61,04	13,65	498
4	36,20	54,52	9,28	442
5	6,69	69,24	24,07	777
6	5,84	75,71	18,45	2005

n = número de observações.

Tabela 6C. Resultados da análise de frequência de resultados de análise abaixo, dentro e acima do tolerado, para o potássio (K₂O), separado por laboratório.

Laboratório	Resultado (em relação ao teor tolerado)			n
	Abaixo (%)	Dentro (%)	Acima (%)	
1	4,73	66,55	28,72	846
2	17,38	65,21	17,41	2969
3	19,96	50,09	29,95	571
4	14,91	61,49	23,60	644
5	8,04	70,33	21,63	1119
6	5,08	73,23	21,69	2047

n = número de observações.

Tabela 7C. Resultados da análise de frequência de resultados de análise abaixo, dentro e acima do tolerado, para o nitrogênio (N Total), separado por período.

Período	Resultado (em relação ao teor tolerado)			n
	Abaixo (%)	Dentro (%)	Acima (%)	
1_2008	2,93	68,81	28,26	1433
2_2008	3,00	65,17	31,83	1200
1_2009	6,18	68,82	25,00	1360
2_2009	2,52	64,91	32,57	1667
1_2010	1,37	74,83	23,80	874
2_2010	2,52	67,72	29,76	1270

n = número de observações.

Tabela 8C. Resultados da análise de frequência de resultados de análise abaixo, dentro e acima do tolerado, para o fósforo (P₂O₅), separado por período.

Período	Resultado (em relação ao teor tolerado)			n
	Abaixo (%)	Dentro (%)	Acima (%)	
1_2008	11,50	60,11	28,40	1296
2_2008	13,46	60,12	26,42	1018
1_2009	8,37	61,16	30,48	1004
2_2009	5,31	70,95	23,74	1525
1_2010	6,17	58,74	35,10	681
2_2010	7,77	73,17	19,06	1107

n = número de observações.

Tabela 9C. Resultados da análise de frequência de resultados de análise abaixo, dentro e acima do tolerado, para o potássio (K₂O), separado por período.

Período	Resultado (em relação ao teor tolerado)			n
	Abaixo (%)	Dentro (%)	Acima (%)	
1_2008	12,97	64,85	22,19	1519
2_2008	16,65	62,36	20,99	1315
1_2009	13,92	67,62	18,46	1365
2_2009	8,40	69,58	22,02	1785
1_2010	6,16	68,49	25,35	860
2_2010	11,17	67,16	21,67	1352

n = número de observações.

Tabela 10C. Resultados da análise de frequência de resultados de análise abaixo, dentro e acima do tolerado, para o nitrogênio (N Total), separado por formulação.

Formulação	Resultado (em relação ao teor tolerado)			n
	Abaixo (%)	Dentro (%)	Acima (%)	
20-00-20	5,36	74,49	20,15	392
04-14-08	0,26	66,75	32,99	388
20-05-20	5,46	75,96	18,58	366
02-20-20	0,00	36,84	63,16	228
10-10-10	1,64	72,68	25,68	183
05-20-20	1,88	70,00	28,13	160
02-20-18	0,00	32,48	67,52	157
08-28-16	4,67	68,00	27,33	150
20-04-18	6,77	78,20	15,04	133
08-20-20	1,83	77,06	21,10	109
20-00-10	5,88	73,53	20,59	102

n = número de observações.

Tabela 11C. Resultados da análise de frequência de resultados de análise abaixo, dentro e acima do tolerado, para o fósforo (P₂O₅), separado por formulação.

Formulação	Resultado (em relação ao teor tolerado)			n
	Abaixo (%)	Dentro (%)	Acima (%)	
20-00-20	na	na	na	392
04-14-08	5,38	66,67	27,95	390
20-05-20	3,57	71,43	25,00	364
02-20-20	2,63	74,56	22,81	228
10-10-10	19,13	63,93	16,94	183
05-20-20	3,13	80,63	16,25	160
02-20-18	2,55	75,16	22,29	157
08-28-16	16,11	43,62	40,27	149
20-04-18	2,26	52,63	45,11	133
08-20-20	6,42	77,98	15,60	109
20-00-10	na	na	na	102

n = número de observações.

Tabela 12C. Resultados da análise de frequência de resultados de análise abaixo, dentro e acima do tolerado, para o potássio (K₂O), separado por formulação.

Formulação	Resultado (em relação ao teor tolerado)			n
	Abaixo (%)	Dentro (%)	Acima (%)	
20-00-20	28,57	56,38	15,05	392
04-14-08	6,94	71,47	21,59	389
20-05-20	19,84	59,78	20,38	368
02-20-20	10,53	67,98	21,49	228
10-10-10	11,48	66,67	21,86	183
05-20-20	3,75	74,38	21,88	160
02-20-18	12,10	66,24	21,66	157
08-28-16	13,33	65,33	21,33	150
20-04-18	24,81	60,90	14,29	133
08-20-20	6,42	66,06	27,52	109
20-00-10	7,84	72,55	19,61	102

n = número de observações.

Tabela 13C. Resultados da análise de frequência de resultados de análise abaixo, dentro e acima do tolerado, para o nitrogênio (N Total), separado por especificação granulométrica.

Especificação	Resultado (em relação ao teor tolerado)			n
	Abaixo (%)	Dentro (%)	Acima (%)	
Farelado	1,62	59,46	38,92	370
Farelado fino	17,39	55,07	27,54	69
Farelado grosso	2,94	72,06	25,00	136
Granulado	2,56	84,62	12,82	78
Mistura de Grânulos	3,46	66,94	29,60	4595
Mistura Granulada	4,00	68,00	28,00	50
Pó	0,00	75,00	25,00	16
Sem Especificação	1,89	72,68	25,42	1003

n = número de observações.

Tabela 14C. Resultados da análise de frequência de resultados de análise abaixo, dentro e acima do tolerado, para o fósforo (P_2O_5), separado por especificação granulométrica.

Especificação	Resultado (em relação ao teor tolerado)			n
	Abaixo (%)	Dentro (%)	Acima (%)	
Farelado	7,80	57,56	34,63	205
Farelado fino	0,00	50,00	50,00	14
Farelado grosso	2,15	66,67	31,18	93
Granulado	7,46	73,13	19,40	67
Mistura de Grânulos	6,63	66,98	26,40	4315
Mistura Granulada	13,46	59,62	26,92	52
Pó	0,00	87,50	12,50	8
Sem Especificação	19,60	60,81	19,60	546

n = número de observações.

Tabela 15C. Resultados da análise de frequência de resultados de análise abaixo, dentro e acima do tolerado, para o potássio (K_2O), separado por especificação granulométrica.

Especificação	Resultado (em relação ao teor tolerado)			n
	Abaixo (%)	Dentro (%)	Acima (%)	
Farelado	19,61	62,18	18,21	357
Farelado fino	45,76	33,90	20,34	59
Farelado grosso	21,97	63,64	14,39	132
Granulado	7,27	81,82	10,91	55
Mistura de Grânulos	8,55	69,09	22,36	4973
Mistura Granulada	4,55	75,00	20,45	44
Pó	10,53	68,42	21,05	19
Sem Especificação	19,51	60,67	19,82	984

n = número de observações.

Tabela 16C. Resultados da análise de frequência de resultados de análise abaixo, dentro e acima do tolerado, para o nitrogênio (N Total), separado por período, considerando apenas os dados do laboratório 2.

Período	Resultado (em relação ao teor tolerado)			n
	Abaixo (%)	Dentro (%)	Acima (%)	
1_2008	5,93	68,89	25,19	405
2_2008	2,92	62,65	34,44	514
1_2009	5,65	70,30	24,06	744
2_2009	1,52	66,50	31,99	594
1_2010	1,52	75,25	23,23	396
2_2010	1,81	66,67	31,52	441

n = número de observações.

Tabela 17C. Resultados da análise de frequência de resultados de análise abaixo, dentro e acima do tolerado, para o fósforo (P_2O_5), separado por período, considerando apenas os dados do laboratório 2.

Período	Resultado (em relação ao teor tolerado)			n
	Abaixo (%)	Dentro (%)	Acima (%)	
1_2008	5,05	50,54	44,40	277
2_2008	6,52	49,86	43,63	353
1_2009	5,60	49,57	44,83	464
2_2009	2,70	52,94	44,36	408
1_2010	2,45	44,06	53,50	286
2_2010	6,43	68,21	25,36	280

n = número de observações.

Tabela 18C. Resultados da análise de frequência de resultados de análise abaixo, dentro e acima do tolerado, para o potássio (K_2O), separado por período, considerando apenas os dados do laboratório 2.

Período	Resultado (em relação ao teor tolerado)			n
	Abaixo (%)	Dentro (%)	Acima (%)	
1_2008	18,62	61,73	19,64	392
2_2008	27,06	61,61	11,32	521
1_2009	17,22	69,15	13,64	726
2_2009	11,59	70,11	18,30	552
1_2010	8,86	61,43	29,71	350
2_2010	19,16	62,85	17,99	428

n = número de observações.

ANEXO D – HISTOGRAMAS DA DISTRIBUIÇÃO DA FREQUÊNCIA DE DADOS PARA COMBINAÇÕES ESTABELECIMENTO-FORMULAÇÃO

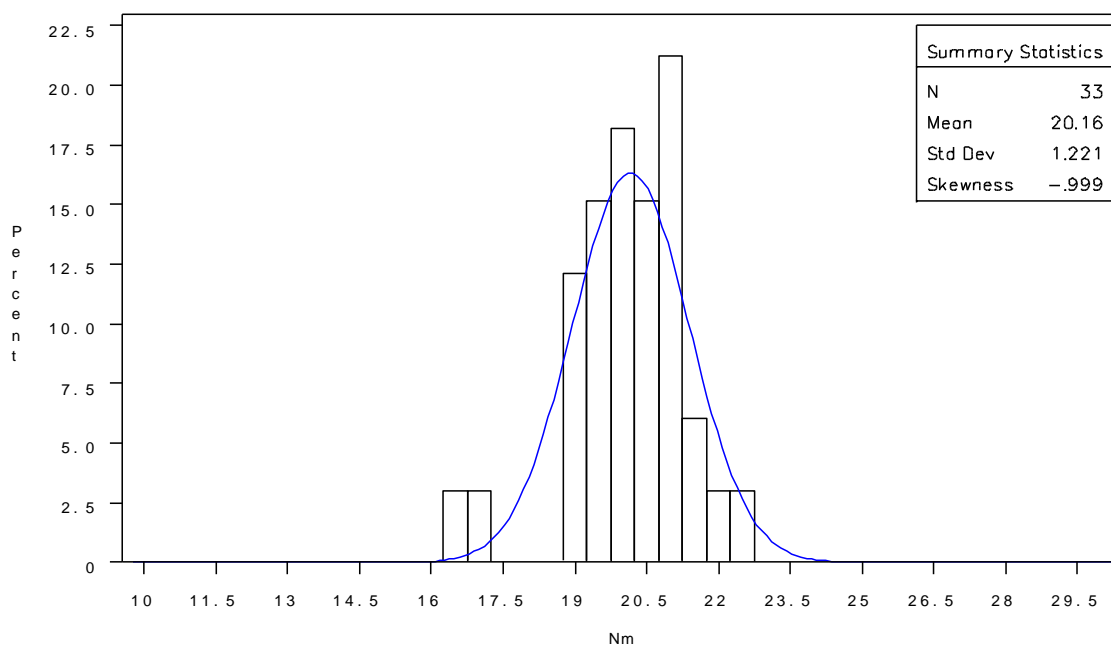


Figura 1D. Histograma da frequência de dados com linha de distribuição de probabilidade normal para a combinação 18.0/20-04-18, no laboratório 2, para o nitrogênio.

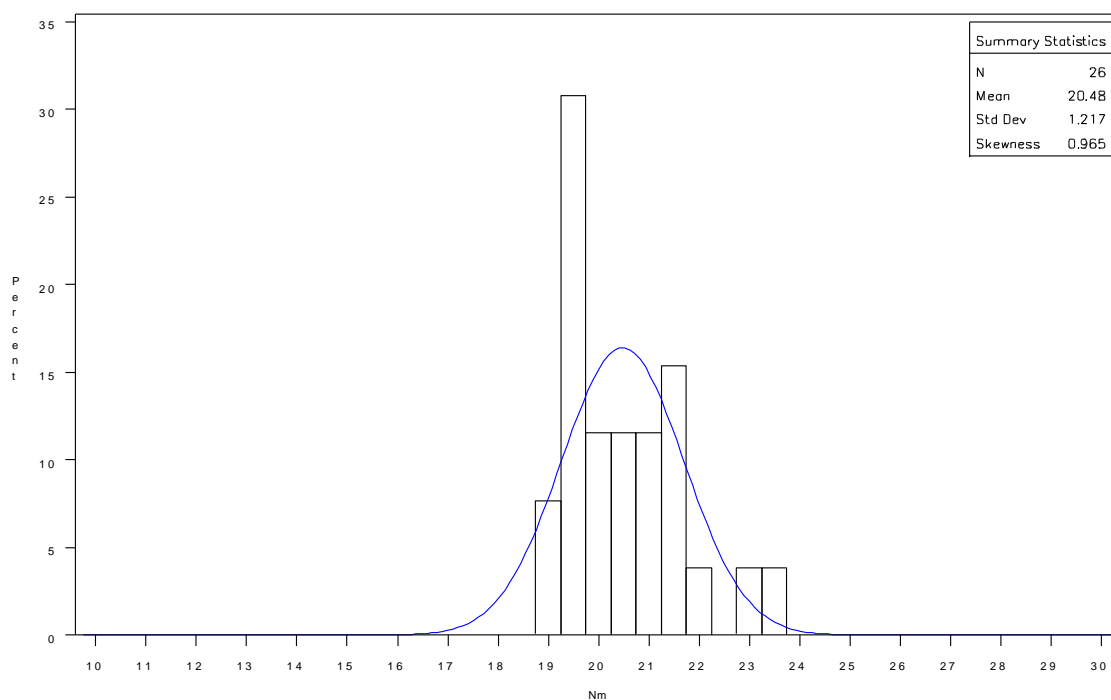


Figura 2D. Histograma da frequência de dados com linha de distribuição de probabilidade normal para a combinação 18.0/20-05-20, no laboratório 2, para o nitrogênio.

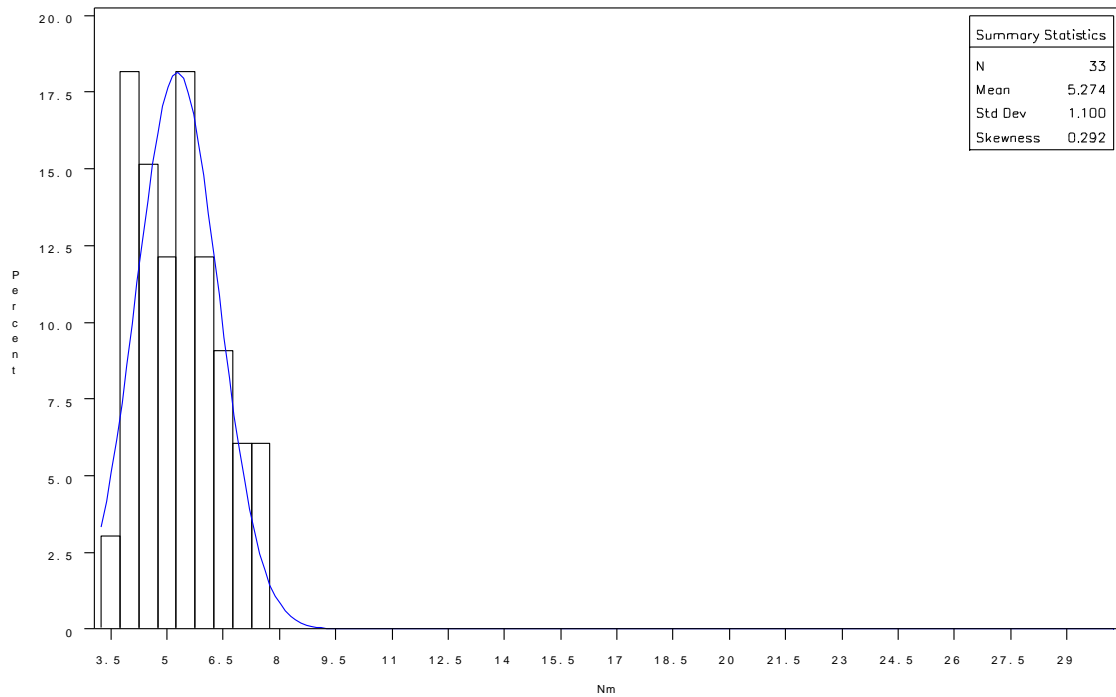


Figura 3D. Histograma da frequência de dados com linha de distribuição de probabilidade normal para a combinação 9.3/04-14-08, no laboratório 2, para o nitrogênio.

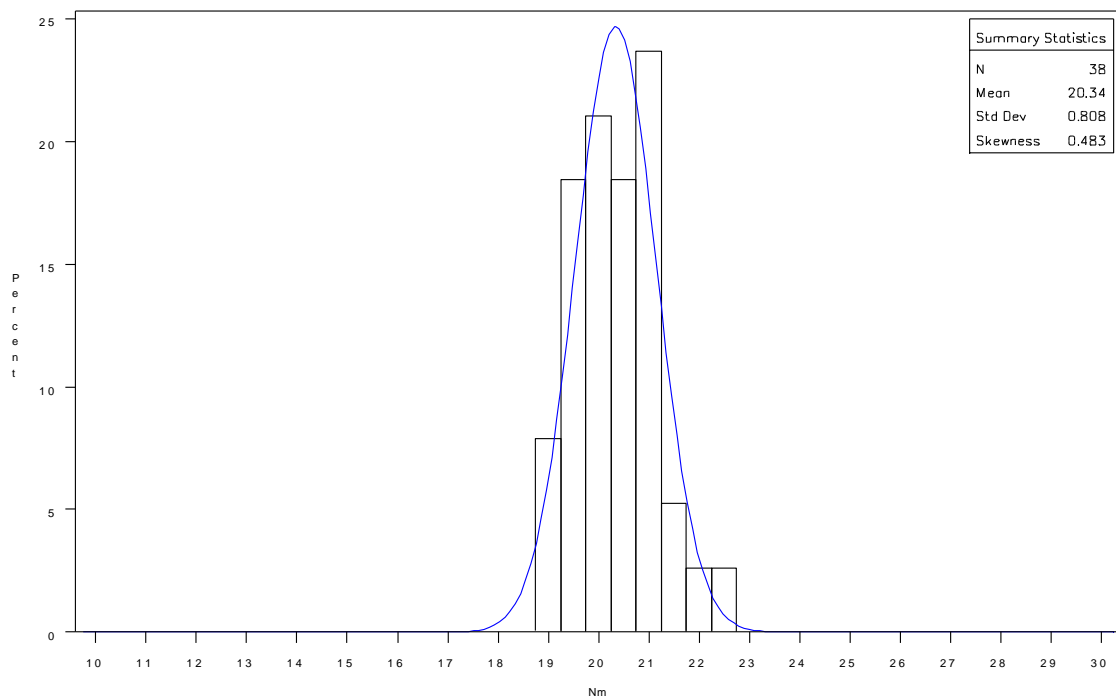


Figura 4D. Histograma da frequência de dados com linha de distribuição de probabilidade normal para a combinação 9.3/20-00-10, no laboratório 2, para o nitrogênio.

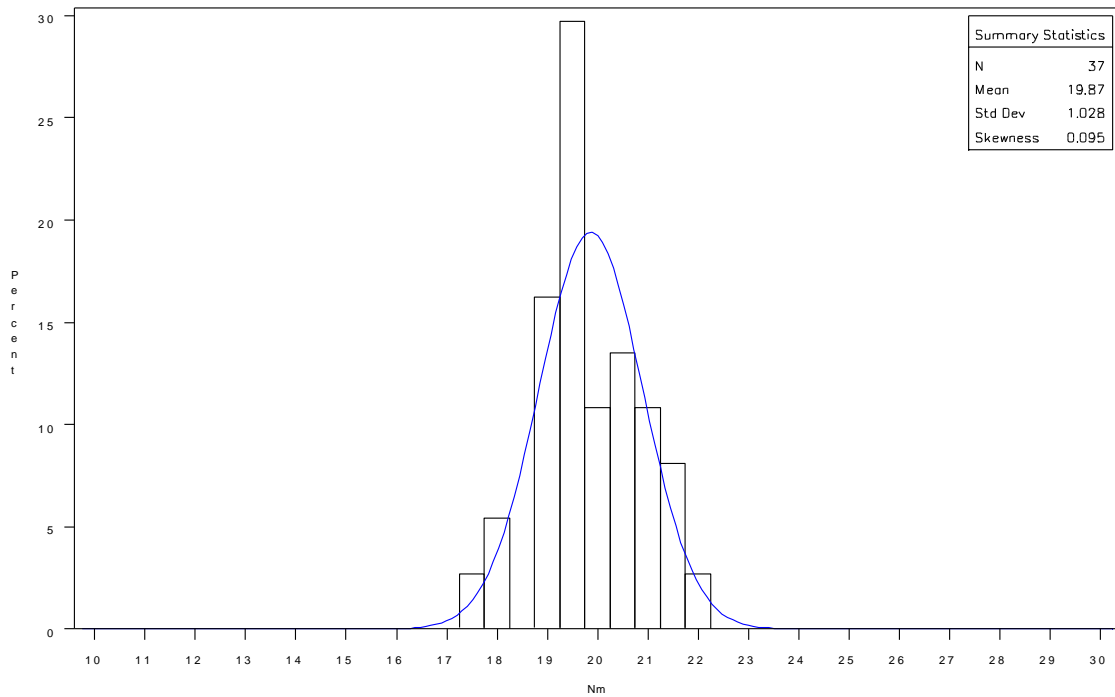


Figura 5D. Histograma da frequência de dados com linha de distribuição de probabilidade normal para a combinação 9.3/20-04-18, no laboratório 2, para o nitrogênio.

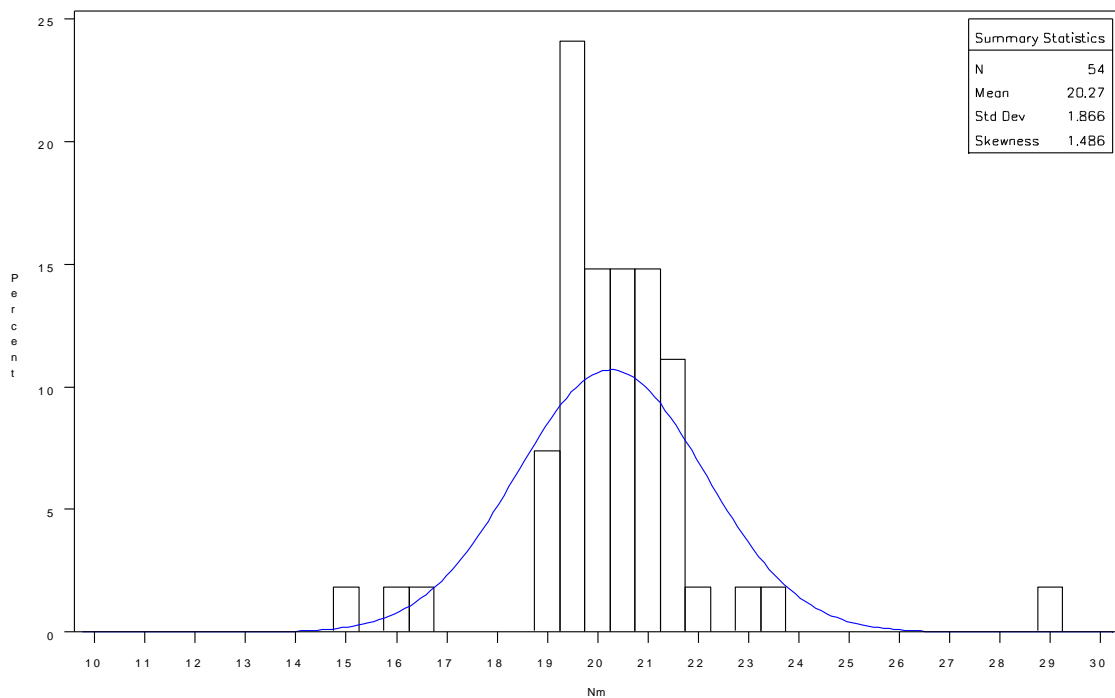


Figura 6D. Histograma da frequência de dados com linha de distribuição de probabilidade normal para a combinação 9.3/20-05-20, no laboratório 2, para o nitrogênio.

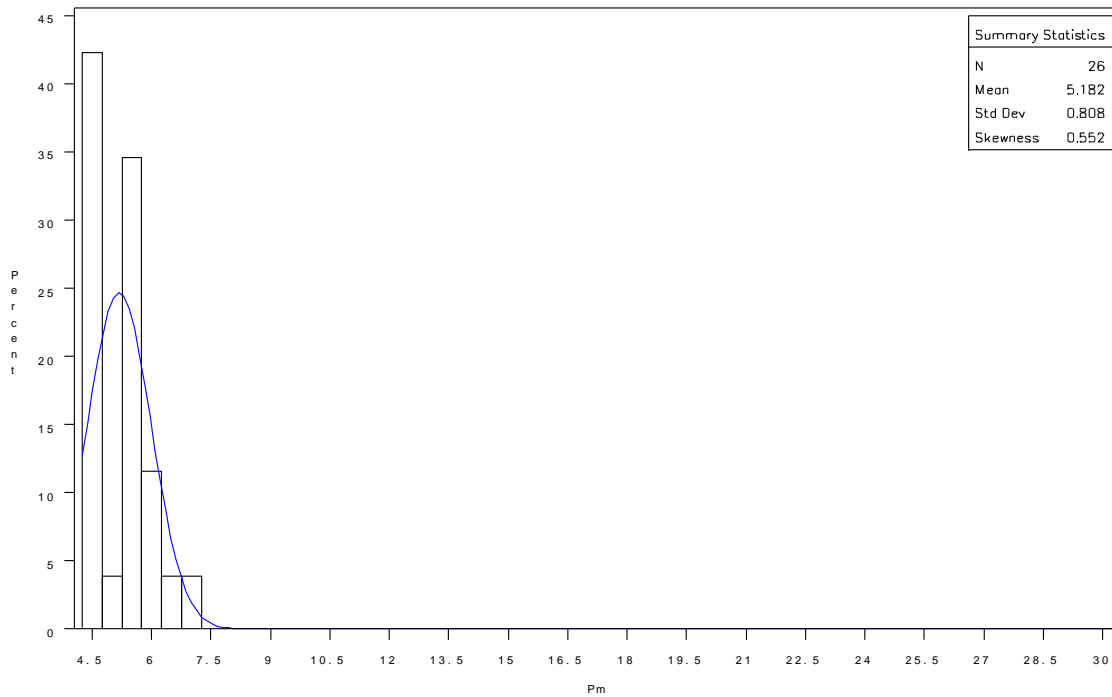


Figura 7D. Histograma da frequência de dados com linha de distribuição de probabilidade normal para a combinação 18.0/20-05-20, no laboratório 2, para o fósforo.

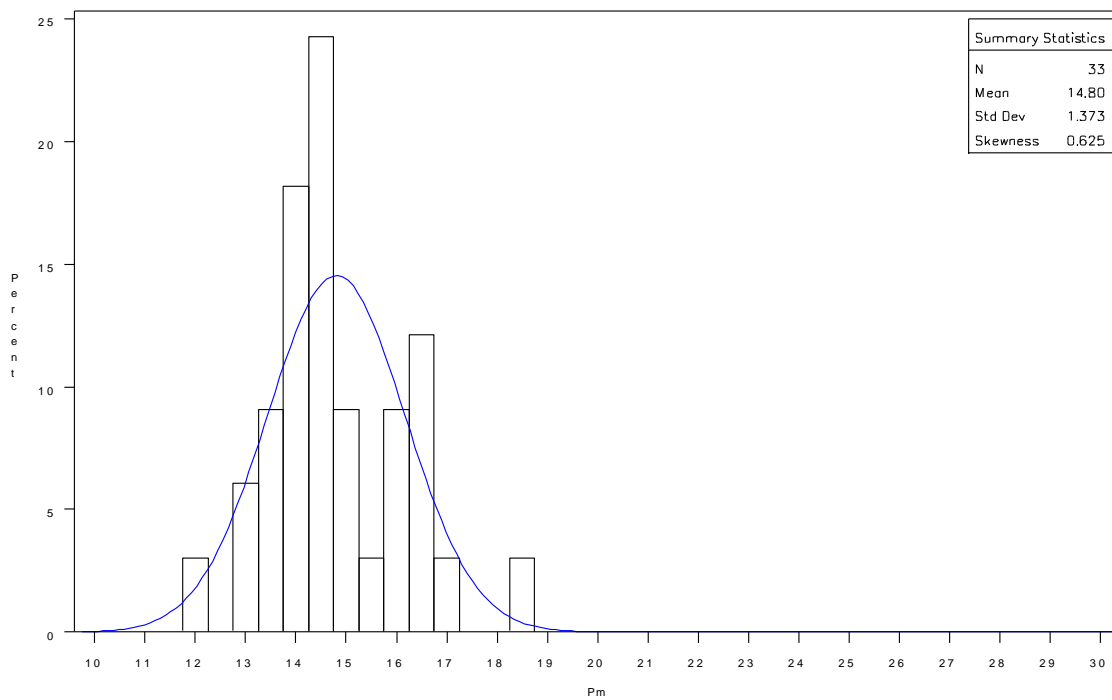


Figura 8D. Histograma da frequência de dados com linha de distribuição de probabilidade normal para a combinação 9.3/04-14-08, no laboratório 2, para o fósforo.

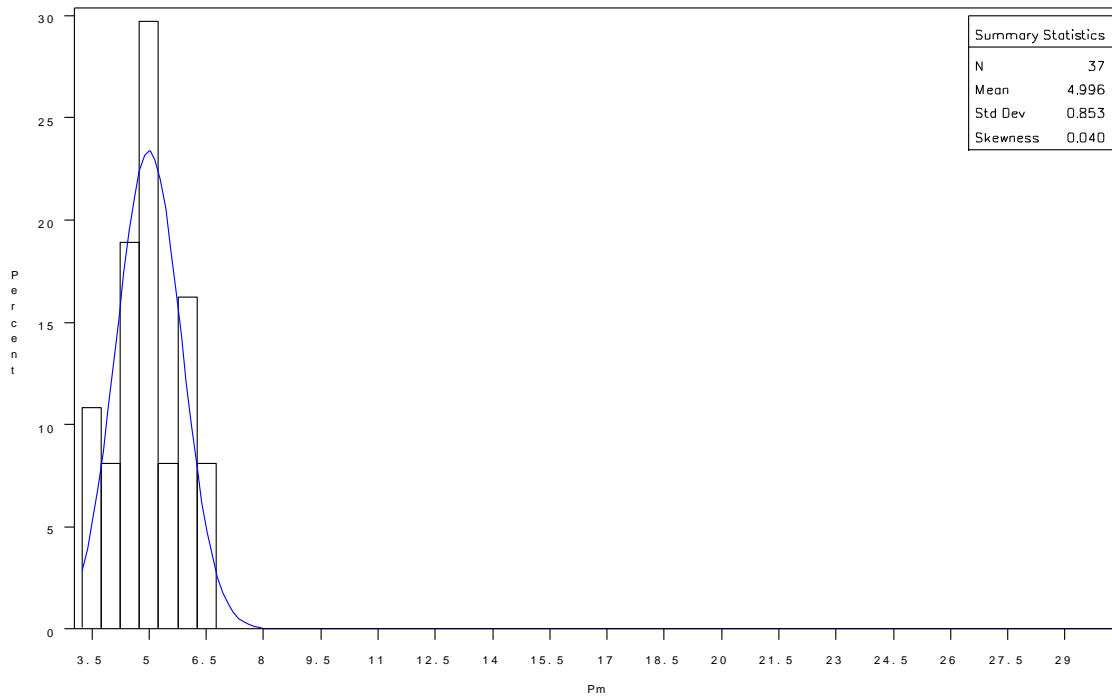


Figura 9D. Histograma da frequência de dados com linha de distribuição de probabilidade normal para a combinação 9.3/20-04-18, no laboratório 2, para o fósforo.

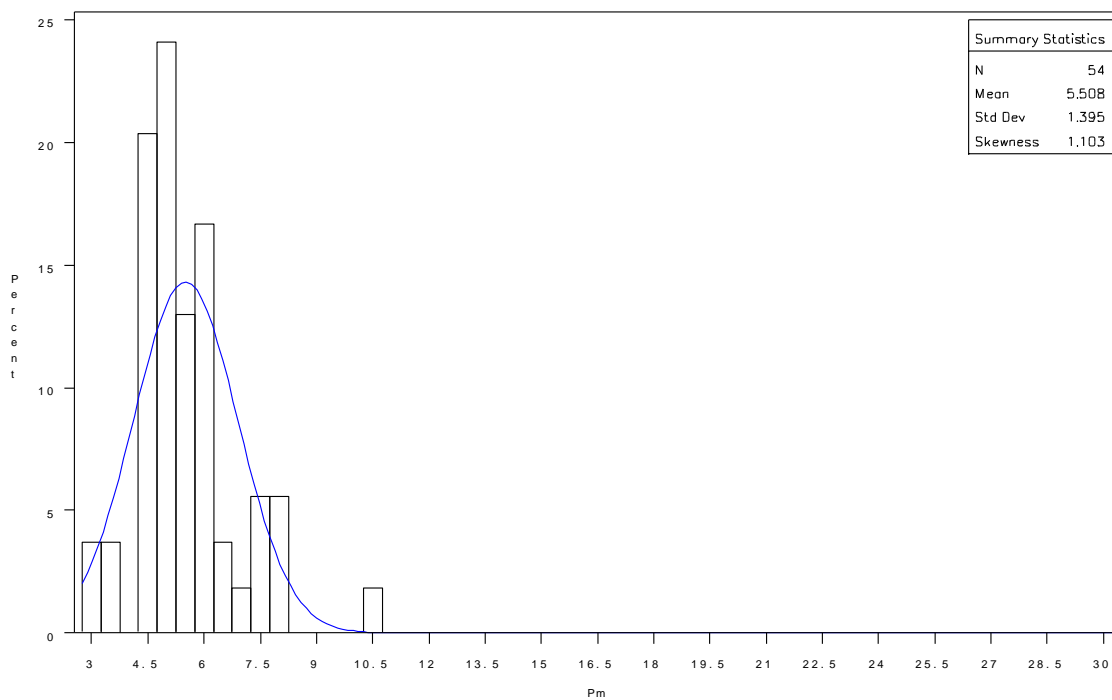


Figura 10D. Histograma da frequência de dados com linha de distribuição de probabilidade normal para a combinação 9.3/20-05-20, no laboratório 2, para o fósforo.

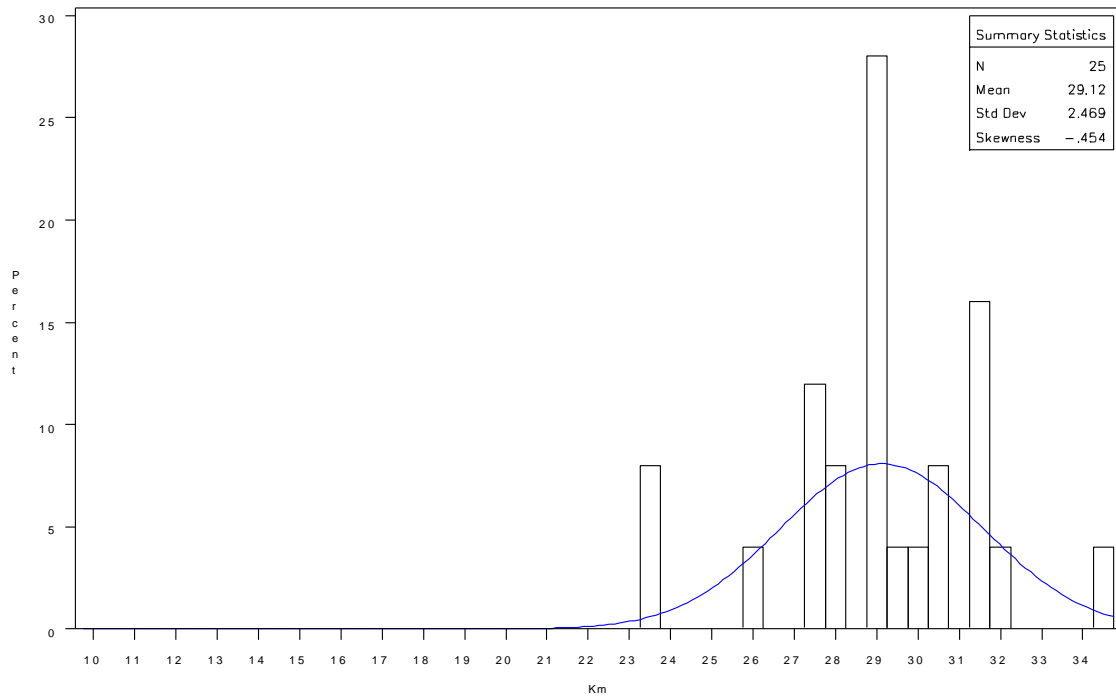


Figura 11D. Histograma da frequência de dados com linha de distribuição de probabilidade normal para a formulação 10-00-30, no laboratório 2, para o potássio.

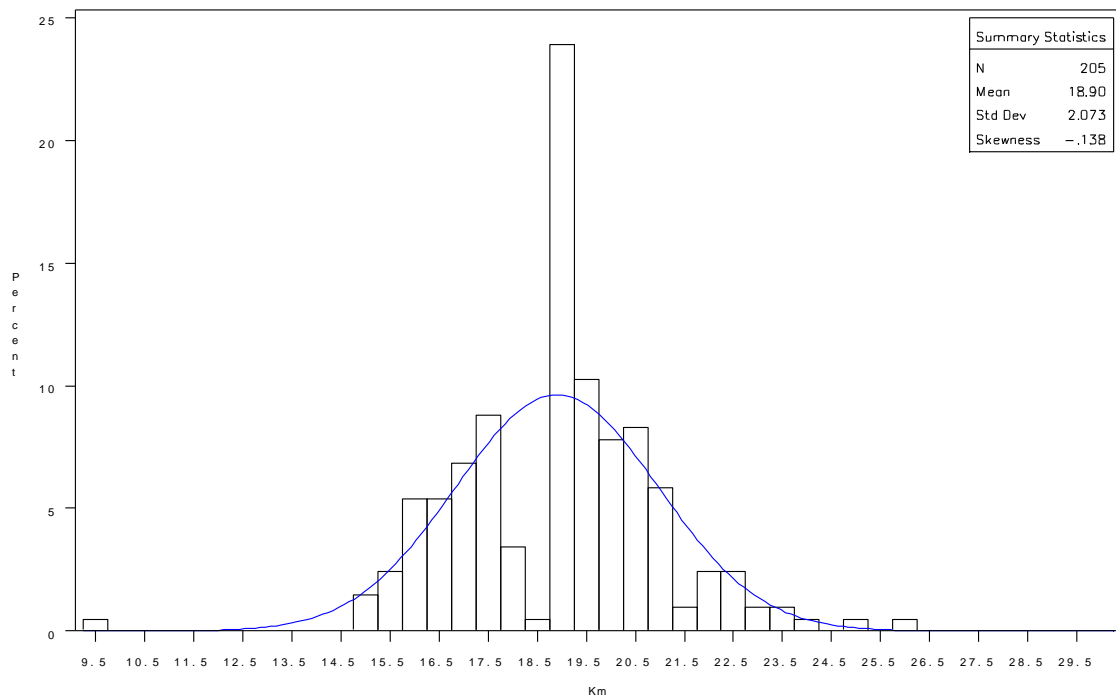


Figura 12D. Histograma da frequência de dados com linha de distribuição de probabilidade normal para a formulação 20-00-20, no laboratório 2, para o potássio.

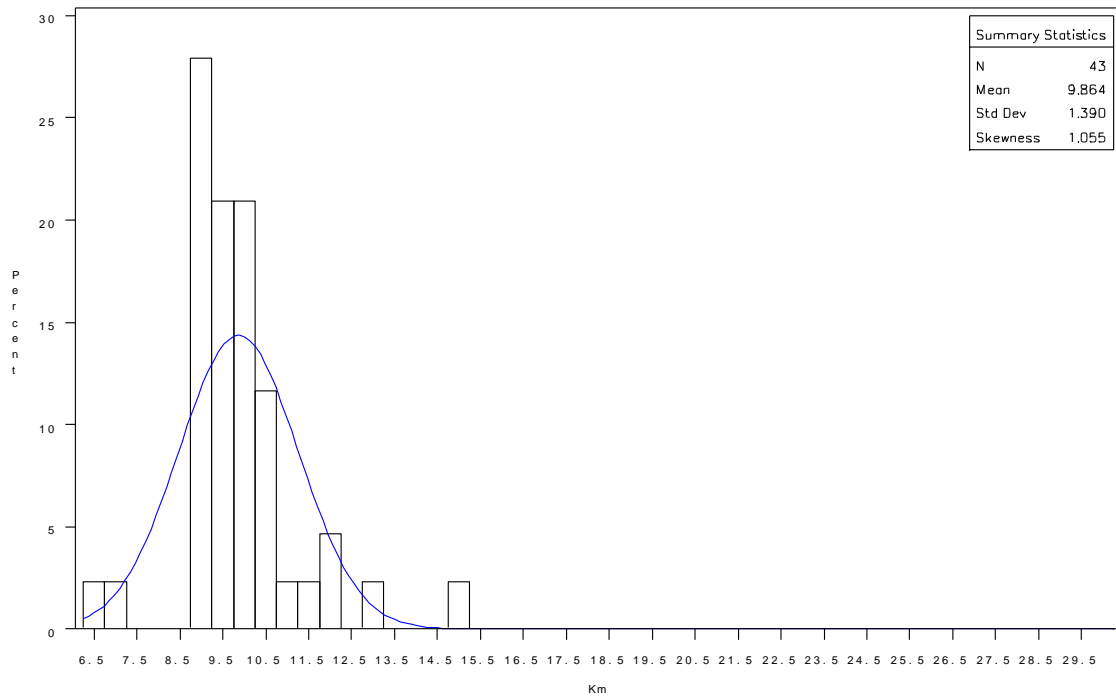


Figura 13D. Histograma da frequência de dados com linha de distribuição de probabilidade normal para a formulação 30-00-10, no laboratório 2, para o potássio.

**ANEXO E - RESULTADOS DOS TESTES DE DISTRIBUIÇÃO DE
PROBABILIDADE PARA O ESTABELECIMENTO 9.3, FORMULAÇÃO 20-00-
10, CONSIDERANDO APENAS O LABORATÓRIO 2.**

Goodness-of-Fit Tests for Normal Distribution

Test	-----Statistic----	-----p Value-----
Kolmogorov-Smirnov	D 0.06686482	Pr > D >0.150
Cramer-von Mises	W-Sq 0.03648672	Pr > W-Sq >0.250
Anderson-Darling	A-Sq 0.32167439	Pr > A-Sq >0.250

Goodness-of-Fit Tests for Lognormal Distribution

Test	-----Statistic----	-----p Value-----
Kolmogorov-Smirnov	D 0.06406961	Pr > D >0.150
Cramer-von Mises	W-Sq 0.03317144	Pr > W-Sq >0.500
Anderson-Darling	A-Sq 0.29047310	Pr > A-Sq >0.500

Goodness-of-Fit Tests for Weibull Distribution

Test	-----Statistic----	-----p Value-----
Cramer-von Mises	W-Sq 0.11353554	Pr > W-Sq 0.065
Anderson-Darling	A-Sq 0.91079654	Pr > A-Sq 0.019

Goodness-of-Fit Tests for Gamma Distribution

Test	-----Statistic----	-----p Value-----
Kolmogorov-Smirnov	D 0.06525649	Pr > D >0.500
Cramer-von Mises	W-Sq 0.03551266	Pr > W-Sq >0.500
Anderson-Darling	A-Sq 0.30963980	Pr > A-Sq >0.500