

ENSAIO DE PROFICIÊNCIA PARA LABORATÓRIOS DE NUTRIÇÃO ANIMAL

Souza, Gilberto Batista^{1*}; Del Santo, Victor Rogério²; Barioni Junior, Waldomiro³; Nogueira, Ana Rita de Araújo³; Picchi, Cristina Maria Cirino²; Vinholis, Marcela de Mello Brandão³

¹Analista, Embrapa Pecuária Sudeste, gilberto@cnpq.br

²Assistente, Embrapa Pecuária Sudeste.

³Pesquisador, Embrapa Pecuária Sudeste.

Subtema: 2 – Modelos de Organização e Gestão das Instituições de Pesquisa Tecnológicas

Resumo

Ensaio de Proficiência para Laboratórios de Nutrição Animal (EPLNA) foi empregado com o objetivo de avaliar a variabilidade dos resultados analíticos e o desempenho de laboratórios de nutrição animal. A estrutura e a normatização foram planejadas em conformidade com protocolos internacionais para laboratórios analíticos. São reportados e discutidos os resultados referentes ao ano de 2007 do EPLNA. Participaram do ensaio 44 laboratórios provenientes de instituições de pesquisas estaduais, universidades federais e estaduais e empresas privadas. Foram avaliados os resultados referentes aos ensaios de matéria seca, digestibilidade “in vitro” da matéria seca, fibra em detergente ácido, fibra em detergente neutro, proteína bruta, extrato etéreo, lignina, cinzas, nitrogênio não protéico, nitrogênio insolúvel em detergente neutro, nitrogênio insolúvel em detergente ácido e os macro e micro nutrientes (Ca, P, Mg, K, S, Cu, Fe, Mn, Zn e Na). Foram realizadas quatro rodadas, sendo que cada lote era constituído de uma amostra de forrageira, uma amostra de alimento concentrado e de uma amostra de mistura mineral. O projeto estatístico empregado para a avaliação do desempenho dos laboratórios, seguiu os conceitos recomendados pelas normas ABNT ISO/IEC GUIA 43-1, sendo adotada a técnica estatística do índice z. Para o estudo dos valores designados foram considerados os valores de consenso dos laboratórios participantes, sendo utilizada a média e o desvio padrão. Foi observado o valor 78,8% como índice de desempenho médio dos laboratórios com conceito satisfatório. Para avaliação da variabilidade interlaboratorial, foi empregado o coeficiente de variação (cv), sendo observado valores médio do cv igual a 33,4%; 37,2% e 37,5%; respectivamente para as análises das amostras de volumosos, concentrados e de mistura mineral.

Termos de indexação: Nutrição animal, ensaio de proficiência, controle da qualidade, acreditação.

Introdução

A participação em atividades de ensaio de proficiência (EP) fornece informações para que o laboratório possa detectar resultados com desempenhos insatisfatórios e aplicar ações corretivas ou preventivas, alcançando um percentual mínimo de acertos para atingir níveis de desempenho satisfatórios. A participação em EP é um dos requisitos da norma ISO/IEC 17025 (2001) para acreditação ou habilitação de um determinado ensaio junto aos órgãos reguladores nacionais e internacionais na área de metrologia^{1,2}. Esses programas têm por finalidade demonstrar o desempenho e a competência do laboratório na realização dos ensaios para os quais se pretende ser acreditado.

A estrutura organizacional de Ensaio de Proficiência em Laboratórios Analíticos emprega procedimentos operacionais baseados nas normas ABNT ISO/IEC GUIA 43³ e no Protocolo Internacional Harmonizado para Ensaio de Proficiência em Laboratórios Analíticos (Químicos)⁴. Assim, para qualquer analito ou espécie de amostra, a organização segue a seguinte disposição: um coordenador organiza a preparação, ensaio de homogeneidade e validação do material de ensaio; as amostras são distribuídas de acordo com um cronograma; os laboratórios participantes analisam e enviam os resultados para a coordenação; os resultados do participante são submetidos à avaliação estatística e o desempenho é informado eles; um relatório deve ser elaborado a cada rodada, contendo informações e análises críticas do desempenho do programa^{3,5}.

Baseado nestes critérios, e com o propósito de conferir confiança e credibilidade dos resultados fornecidos por laboratórios que executam análise de alimentos utilizados em Nutrição Animal (forrageiras, concentrados e misturas minerais), foi implementado o “Ensaio de Proficiência para Laboratórios de Nutrição Animal (EPLNA)”. O EPLNA prevê a avaliação dos principais ensaios executados por laboratórios de nutrição animal, tais como: matéria seca (MS), digestibilidade “in vitro” da matéria seca (DIV-MS), fibra em detergente ácido (FDA), fibra em detergente neutro (FDN), proteína bruta (PB), fibra bruta (FB), extrato etéreo (EE), lignina, cinzas, nitrogênio não protéico (NNP), nitrogênio insolúvel em detergente neutro (NIDN), nitrogênio insolúvel em detergente ácido (NIDA), nitrogênio insolúvel em tampão borato-fosfato (NITBF) e os macro e micro nutrientes (Ca, P, Mg, K, S, Cu, Fe, Mn, Zn e Na). Atualmente participam 44 laboratório, sendo 14 unidades da Embrapa, 10 instituições de ensino superior, 06 instituições de pesquisa estaduais e 14 empresas privadas.

Entre os objetivos do EPLNA, está fornecer regularmente uma avaliação de desempenho dos laboratórios participantes, enfocando a exatidão e precisão dos resultados analíticos.

Material e Método

Relação dos participantes do EPLNA: inscreveram 46 laboratórios sendo que participaram de forma efetiva 41 laboratórios, sendo 13 unidades da Embrapa, 09 instituições de ensino superior, 06 instituições de pesquisa estaduais e 13 empresas privadas (Figura 01): Laboratório de Bromatologia - Embrapa Acre; Laboratório de Nutrição Animal - Embrapa Tabuleiros Costeiros; Laboratório de Nutrição Animal - Embrapa Suínos e Aves; Laboratório de Nutrição Animal - Embrapa Semi-Árido; Laboratório de Nutrição Animal - Embrapa Pecuária Sudeste; Laboratório de Nutrição Animal - Embrapa Gado de Corte; Laboratório de Nutrição Animal - Embrapa Pantanal; Laboratório de Análises de Alimentos - Embrapa Gado de Leite; Laboratório de Tecido Vegetal - Embrapa Soja; Laboratório Nutrição Animal - Embrapa Pecuária Sul; Laboratório Bromatologia - Embrapa Clima Temperado; Laboratório de físico-química e minerais - Embrapa Agroindústria de Alimentos; Laboratório de Nutrição Animal - Centro Regional Universidade Espírito Santo do Pinhal – CREUPI; Laboratório de Nutrição Animal - Departamento de Nutrição e Produção Animal da Faculdade de Medicina Veterinária e Zootecnia – FMVZ-USP; Laboratório de Bromatologia - Departamento de Zootecnia da Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz” - ESALQ – USP; Laboratório de Nutrição Animal e Bromatologia - Centro de Ciências Agro veterinárias, Universidade do Estado de Santa Catarina; Laboratório Bromatologia e Nutrição Animal – Campus de Uruguaiana, Faculdade de Zootecnia, Veterinária e Agronomia - PUC-RS; Laboratório Nutrição Animal - Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia – UESB; Laboratório Nutrição Animal - Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos da Universidade de São Paulo - FZEA/ZAZ-USP; Laboratório de Nutrição Animal - Departamento de melhoramento e nutrição animal - FMVZ – UNESP; Laboratório de Análise por Ativação - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN-CNEN; Laboratório Nutrição Animal - Estação Experimental de Lages, EPAGRI; Laboratório de Nutrição Animal - Empresa Baiana de Desenvolvimento. Agrícola S.A– EBDA; Laboratório Bromatologia - Instituto de Zootecnia/SAA; Laboratório Nutrição Animal - Coordenadoria de Defesa da Agricultura - CDA/SAA-SP; Laboratório de Bromatologia - Empresa de Pesquisa Agropecuária de Minas Gerais – EPAMIG; Laboratório de Nutrição Animal de Itapira - Nutron Alimentos Ltda; Laboratório de Bromatologia - Fundação ABC; Laboratório de Nutrição Animal - Rodes Análises Químicas Ltda.; Laboratório de Nutrição Animal - CBO – Assessoria e Análises; Laboratório de Bromatologia - Hidrocepe Serviços de Qualidade Ltda; Laboratório de Controle de Qualidade e Pesquisa - Companhia Nacional de Nutrição Animal - (Connan); Laboratório de Bromatologia - Agrocere Nutrição Animal Ltda; Laboratório de Nutrição Animal - Multimix Nutrição Animal Ltda; Laboratório Central - Cooperativa Agroindustrial Lar; Laboratório de Nutrição Animal - Avipal S/A Avicultura e Agropecuária; ; Laboratório de Nutrição Animal - Tectron Importação e Exportação de Produtos Veterinários; Laboratório Ciências Agrárias - Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos – USP; Laboratório de Nutrição Animal - Embrapa Cerrados; Laboratório de

Nutrição Animal - IMCOPA – Importação, Exportação e Indústria de Óleos Ltda.; Laboratório de Nutrição Animal - Incoex Ind. Com. E Exportação Ltda.; Laboratório de Nutrição Animal - Coop. Agrária Mista Entre Rios Ltda. (Coopersul); Laboratório de Nutrição Animal - Universidade Estadual de Santa Cruz.

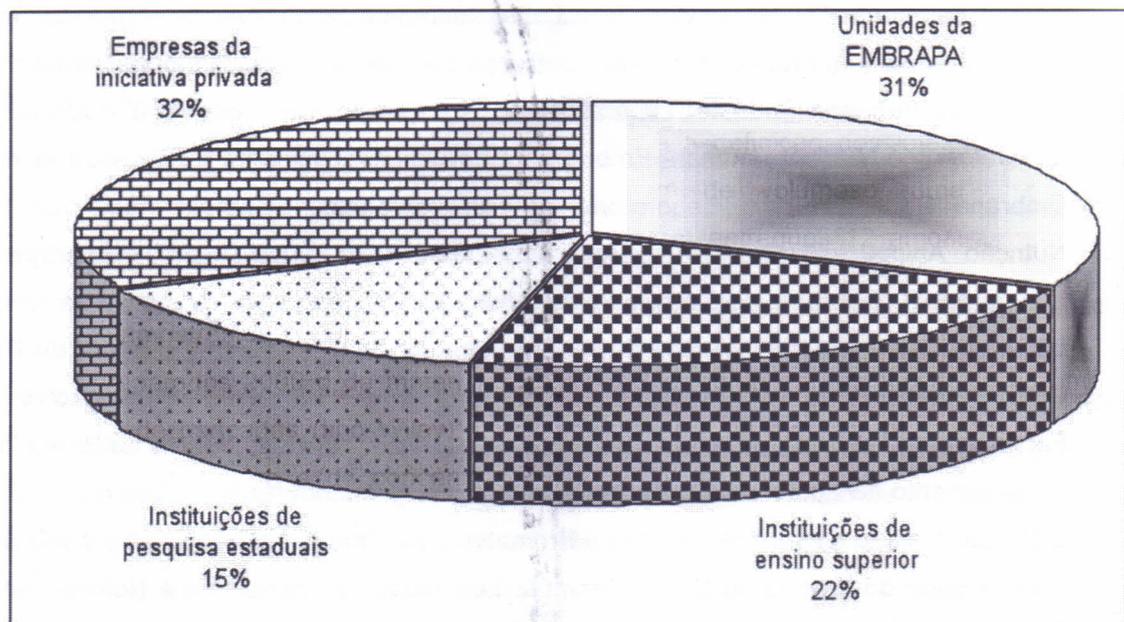


Figura 01. Perfil dos participantes do EPLNA no ano de 2007.

Materiais de ensaio (amostras): as amostras utilizadas foram preparadas no laboratório de Nutrição Animal da Embrapa Pecuária Sudeste, estando, porém, a cargo da Coordenação a separação, embalagem e rotulação das amostras e a definição dos lotes. Cada lote foi composto de três amostras, sendo: uma amostra de volumoso, uma amostra de concentrado, uma amostra de mistura mineral. Foram entregues 12 amostras para cada laboratório em uma única remessa. A definição dos lotes foi realizada por meio de sorteio sendo as amostras escolhidas de forma aleatória.

Foram preparados 2000 g de material seco a 65°C e moído em moinho de facas em aço inoxidável de bancadas (tipo Wiley), com peneiras de 1,00 mm (20-40 mesh), para cada amostra de volumoso e de concentrado, e 2000 g de amostra para a mistura mineral triturada em almofariz de porcelana.

Na Tabela 1, é apresentada a composição dos quatro lotes, com informações sobre a identificação para cada amostra (espécie, variedade, etc.). E também como se observa algumas amostras foram repetidas, sendo que a amostra do volumoso, sorgo planta inteira (10/07 e 10/19), foi repetida na segunda e na quarta rodada, a amostra de concentrado, ração para bezerros (10/09 e 10/21), foi repetida na segunda e na quarta rodada e a amostra de mistura mineral, sal mineral para gado de corte (10/05 e 10/23), foi repetida na primeira e na quarta rodada.

Tabela 1. Composição dos lotes com identificação dos materiais de ensaio utilizados no EPLNA no ano de 2007.

Nº Rodada	Nº Amostra	Identificação
1 ^a	10/01	Volumoso: <i>Medicago sativa</i> cv. crioula
	10/03	Concentrado: ração para gado de leite
	10/05	Mistura mineral: sal para gado de corte
2 ^a	10/07	Volumoso: sorgo planta inteira
	10/09	Concentrado: ração para bezerros
	10/11	Mistura mineral: sal para vacas seca
	10/13	Volumoso: <i>Panicum maximum</i> cv. Mombaça
3 ^a	10/15	Concentrado: farelo de trigo
	10/17	Mistura mineral: sal para carneiros
	10/19	Volumoso: sorgo planta inteira
4 ^a	10/21	Concentrado: ração para bezerros
	10/23	Mistura mineral: sal para gado de corte

Determinação da homogeneidade dos materiais de ensaio: Após a formação dos lotes, a homogeneidade das amostras foi avaliada de acordo com o procedimento estatístico recomendado pelas normas ABNT ISO/IEC GUIA 43-1:1999 e com o protocolo internacional harmonizado para ensaio de proficiência em laboratórios analíticos (Químicos). Para cada tipo de material foram realizadas determinações analíticas com dez repetições (N=10), sendo as alíquotas retiradas das amostras aleatoriamente e analisadas em duplicas. Foi quantificado o teor de proteína bruta (PB) para as amostras de volumoso, concentrado e para as amostras de mistura mineral foi determinado os teores de cálcio (Ca).

Métodos analíticos: Os participantes adotam procedimentos analíticos independentes, utilizando os de sua escolha e que estejam de acordo com os aplicados no seu trabalho analítico de rotina. Para as amostras de volumosos e concentrados foram realizados os ensaios apresentados na Tabela 3 e os resultados, expressos nas unidades citadas e corrigidos com base na matéria seca a 105 °C. Na análise de Fibra em Detergente Neutro das amostras de concentrado (amostras 10/03, 10/09, 10/15 e 10/21) apenas os laboratórios que utilizarem uréia e alfa-amilase na extração enviaram resultados. Não houve obrigatoriedade de realizar todos os ensaios, contudo, os laboratórios apresentaram os resultados expressos exclusivamente nas unidades citadas.

Na Tabela 4 estão citados os ensaios previstos para as amostras de mistura mineral, sendo os resultados expressos no "material como fornecido", sem correção pela matéria seca.

Tabela 3. Ensaios, abreviações e unidades de concentração previsto no EPLNA para as amostras de volumoso e concentrado.

Análise	Unidade	A	Unidade
Matéria seca	%	Fibra Bruta	%

Fibra em detergente ácido	%	Extrato etéreo	%
Proteína bruta	%	Cinzas	%
Lignina via ácido sulfúrico	%	Nitrogênio Não Protéico (NNP)	%
Digestibilidade "in vitro" da matéria seca	%	Nitrogênio Insolúvel em Fibra Deterg. Neutro (NIDIN)	%
Fibra em detergente neutro	%	Nitrogênio Insolúvel em Fibra Deterg. Ácido (NIDA)	%
Cálcio	g/kg	Nitrogênio Insolúvel em Tampão Borato-Fosfato	%
Fósforo	g/kg	Magnésio	g/kg
Sódio	g/kg	Potássio	g/kg
Cobre	mg/kg	Ferro	mg/kg
Zinco	mg/kg	Manganês	mg/kg

Tabela 4. Ensaio, abreviações e unidades de concentração previstos no EPLNA para as amostras de mistura mineral.

Análise	Unidade	Análise	Unidade
Cálcio	g/kg	Magnésio	g/kg
Fósforo	g/kg	Potássio	g/kg
Sódio	g/kg	Cobre	mg/kg
Ferro	mg/kg	Zinco	mg/kg
Manganês	mg/kg		

Cronograma: Na Tabela 5, estão apresentados o cronograma do EPLNA. Neste constam a época a serem realizadas as análises e as datas para envio dos resultados para a coordenação.

Tabela 5. Cronograma para envio de resultados analíticos para a coordenação do EPLNA.

Rodada	Época de análises	Data limite para envio de resultados
1 ^a	Abril e Maio	18/05/2007
2 ^a	Junho e Julho	20/07/2007
3 ^a	Julho e Agosto	30/08/2007
4 ^a	Setembro e Outubro	15/10/2007

Identificação dos participantes e envio de resultados: os laboratórios participantes foram identificados por um número-código obtido por meio de sorteio realizado pela coordenação do EPLNA, conhecido apenas por ele próprio e pela coordenação. O envio dos resultados analíticos para a Coordenação foi realizado via Internet (<http://eplna.cppse.embrapa.br>), em área restrita apenas aos participantes do programa e com acesso por meio de uma senha individual, obedecendo ao cronograma do EPLNA para envio de resultados (Tabela 5). Nesta mesma área restrita, após cada rodada, foi disponibilizado os resultados com as avaliações estatísticas e relatórios.

Avaliação estatística: O projeto estatístico empregado seguiu os conceitos recomendados pelas normas ABNT ISO/IEC GUIA 43-1³ e pelo protocolo internacional harmonizado para ensaio de proficiência em laboratórios analíticos (Químicos)⁴. O EPLNA adotou a técnica do “índice z ” (Fórmula 1), onde x_i é o resultado informado pelo laboratório participante; \bar{X} é o valor designado (é uma estimativa do valor verdadeiro), e “ σ_p ” é o valor alvo para o desvio padrão.

$$z = \frac{(x_i - \bar{X})}{\sigma_p}$$

Fórmula 1. Equação empregada para calcular o índice z .

Para determinar o valor designado (\bar{X}) para cada análise, foi utilizada a mediana dos resultados (estatística robusta). E desvio padrão robusto (σ_p) foi calculado utilizando as diferença d_i entre o resultado informado pelo laboratório e o valor da mediana do conjunto de resultados ($x_i - \bar{X}$), sendo em seguida os valores de d_i em ordem de grandeza, sem considerar o sinal. O valor da diferença mediana (\bar{d}) multiplicado pelo fator de 1,5 fornece o desvio padrão robusto⁶.

Avaliação de desempenho dos laboratórios: o desempenho dos laboratórios foi avaliado para cada ensaio considerando o valor do “índice z ”. Para definir os resultados que estão fora do intervalo de confiança foi adotado o seguinte critério: o resultado que estivesse dentro do intervalo $|z| \leq 2$ foi considerado satisfatório e, portanto não recebeu asterisco; o resultado que estivesse no intervalo $2 < |z| < 3$ foi considerado resultado questionável e recebeu um asterisco (*); e o resultado que estivesse acima do intervalo $|z| \geq 3$ foi considerado insatisfatório e recebeu dois asteriscos (**).

Para o cálculo do índice de desempenho global dos laboratórios (ID), foi considerada a quantidade de ensaios com desempenho satisfatório e o número de ensaios com asteriscos. Foi designado peso dois (2) para os resultados com dois asteriscos ($A2$) e peso um (1) para os dados com um asterisco ($A1$) e realizada média ponderada (MP) (Fórmula 2).

$$MP = \frac{[(A1 \times 1) + (A2 \times 2)]}{3}$$

Fórmula 2. Equações empregadas para calcular o índice desempenho global dos laboratórios participantes do EPLNA.

Resultados e discussão

Resultados do teste de homogeneidade das amostras utilizadas no ensaio de proficiência: na Tabela 6, são apresentados os resultados médios (M) obtidos para cada

material de ensaio, acompanhados do desvio padrão alvo (σ), estimado pela equação de Horwitz⁵, da soma dos quadrados entre amostras ($\sum Q_{AM}$), da soma dos quadrados

analítica ($\sum Q_{AN}$), do desvio padrão entre as amostras ($s_{am} = \sqrt{\frac{\left(\frac{\sum Q_{AM}}{N-1} - \frac{\sum Q_{AN}}{N}\right)}{2}}$), e do

desvio padrão analítico ($s_{an} = \sqrt{\frac{\sum SQ_{AN}}{N}}$). A homogeneidade das amostras pode ser

avaliada por meio do teste de Fisher (teste F) ou da razão entre o s_{am} e o valor de σ (s_{am}/σ). Considerando-se 3,02 como o valor crítico de $F_{9,10}$ para $p=0,05$, observa-se que não houve diferença significativa para as amostras empregadas no EPLNA (Tabela 6), indicando homogeneidade suficiente desses materiais para atingir os objetivos estabelecidos pelo Ensaio de Proficiência. O mesmo pode ser considerado para todas as amostras avaliadas quando considerada a razão s_{am}/σ como critério de avaliação de homogeneidade. Nesse caso, o recomendado pela ABNT ISO/IEC 43-1 deve ser inferior a 0,30 para que a amostra tenha homogeneidade aceitável para Ensaio de Proficiência³.

Tabela 6. Resultados dos ensaios proteína bruta (PB) e cálcio (Ca), obtidos no teste de homogeneidade dos materiais que foram utilizados no Ensaio de Proficiência.

Nº. da amostra	Ensaio	M	σ^*	$\sum Q_{AM}$	$\sum Q_{AN}$	s_{AM}	Teste $F_{9,10}$	s_{AM}/σ
Amostras de volumoso								
10/01	PB (%)	19,47	0,50	1,849	2,525	0,153	1,23	0,31
10/07 e 10/19	PB (%)	12,15	0,33	0,874	0,821	0,087	1,18	0,26
9/13	PB (%)	13,07	0,36	0,534	0,402	0,100	1,50	0,28
Amostras de concentrado								
10/03	PB (%)	21,99	0,47	4,634	5,467	0,126	1,06	0,27
10/09 e 10/21	PB (%)	14,58	0,38	0,974	0,755	0,128	1,43	0,34
10/13	PB (%)	14,93	0,39	0,542	0,229	0,137	2,63	0,35
Amostras de mistura mineral								
10/05 e 10/23	Ca (g/kg)	171,31	3,16	277,410	315,684	0,610	1,02	0,19
10/11	Ca (g/kg)	180,30	3,30	185,371	229,338	1,081	1,11	0,33
10/17	Ca (g/kg)	135,78	2,59	56,269	51,419	0,745	1,22	0,29

a) para concentrações entre $\geq 120 \mu\text{g/kg}$ e $\leq 13,8\%$, $\sigma = 0,02c^{0,8495}/mr$; b) para concentrações $> 13,8\%$, $\sigma = 0,01c^{0,5}/mr$. σ = desvio padrão alvo; c = concentração média; mr = razão adimensional da massa ($\% = 10^{-2}$).

Avaliação da variabilidade interlaboratorial através do coeficiente de variação (cv):

para expressar a relação percentual do desvio padrão com a média utilizou-se o coeficiente de variação (cv), também conhecido como desvio padrão relativo (DPR ou RSD). O cv é expresso em porcentagem e está relacionado à precisão da análise em questão. A informação desse coeficiente proporciona uma visão da precisão de um método analítico, independente da grandeza dos valores. Quanto maior for o cv menos uniforme é o conjunto de dados, ou seja, maior a dispersão interlaboratorial. Os valores dos coeficientes de

variação para as análises bromatológicas (MS, DIVMS, FDA, FDN, PB, EE, Lignina, Cinzas) das amostras de volumosos e concentrados, são apresentados nas Figuras 02 e 03 respectivamente. Os cv apresentados foram calculados considerando todos os resultados enviados pelos participantes, sem exclusão de valores discrepantes.

Observa-se que a média geral dos coeficientes de variação entre as análises bromatológicas das amostras de volumosos e amostras de concentrados foi respectivamente: $cv = 20,6\%$ e $cv = 30,6\%$. Sendo que, as análises que apresentaram maior variabilidade interlaboratorial, foram: a análise de Lignina (cv médio igual a $68,8\%$ para as amostras de volumosos; e cv médio igual a $59,0\%$ para as amostras de concentrados) seguida da análise de Extrato Etéreo, cujos valores médios de cv foram $40,3\%$ e $31,5\%$ respectivamente para as amostras de volumosos e concentrados.

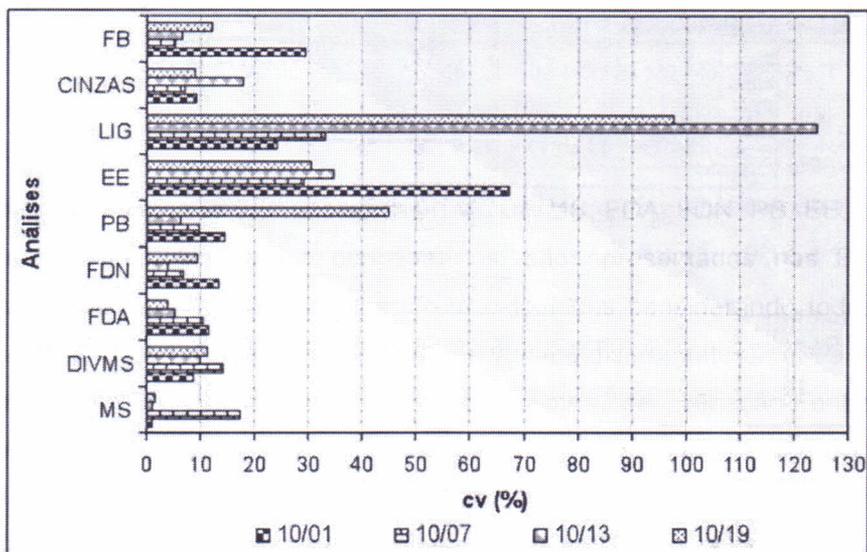


Figura 02. Resultados dos coeficientes de variação (cv) das análises bromatológicas para as amostras de volumosos (10/01, 10/07, 10/13 e 10/19).

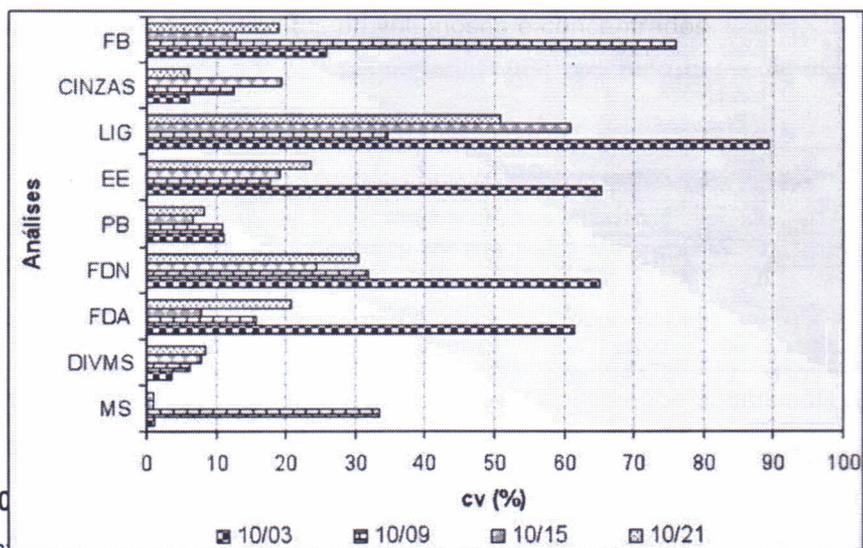


Figura 03. Resultados dos coeficientes de variação (cv) das análises bromatológicas para as amostras de concentrados (10/03, 10/09, 10/15 e 10/21).

Na Figura 04 e 05 é informado os valores dos coeficientes de variação para as análises de macronutrientes e micronutrientes realizadas nas amostras de volumosos e concentrados. Observa-se que a média geral dos coeficientes de variação das análises nestas amostras foi respectivamente de 39,7% e 39,1%, sendo que o Na foi o analito cuja média das amostras foi a mais elevada (cv igual a 158,3% para a amostras de volumosos e cv igual a 108,1% para as amostras de concentrados).

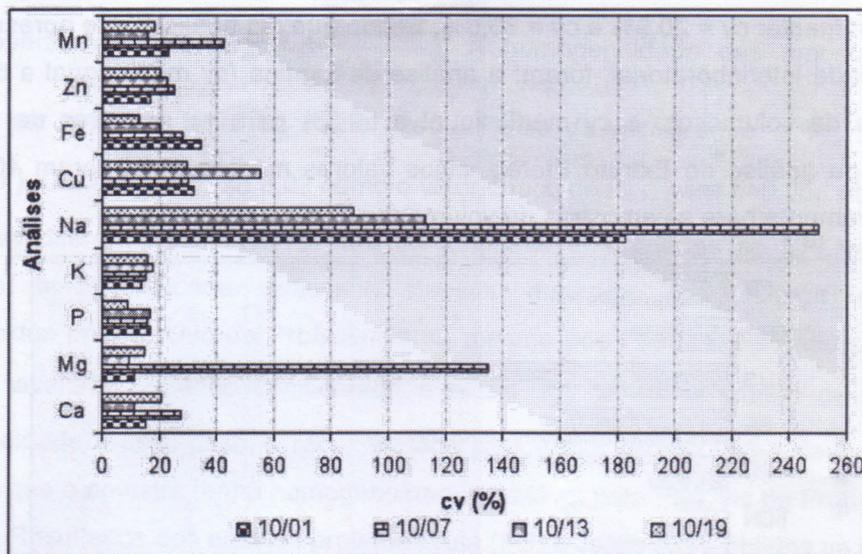


Figura 04. Resultados dos coeficientes de variação (cv) das análises de macronutrientes e micronutrientes para as amostras de volumosos (10/01, 10/07, 10/13 e 10/19).

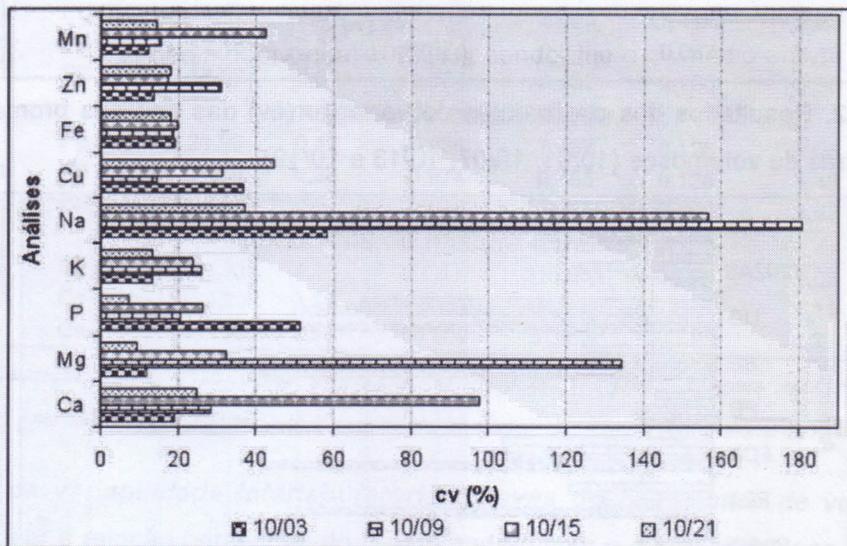


Figura 05. Resultados dos coeficientes de variação (cv) das análises de macronutrientes e micronutrientes para as amostras de concentrados (10/03, 10/09, 10/15 e 10/21).

Para as amostras de mistura mineral, a maior variabilidade observada foi para a análise de potássio (média do cv igual 102,3%), sendo que o cv médio entre as análises que

12		100	100	85		85	85	100		100	100	100	95,0
13		100	100	100		85	100	71					92,7
14	43	42	53	23	50	58	76	37	76	76	14	74	51,8
15	100	100	80	80	71	90	71	90	75	100	100	74	85,9
16	100	100	71	82	100	87	88	100			65	22	81,5
18	93	52	80	94	80	80	86	81					80,8
19	100		100		100		85						96,3
20	83	92	68	74	84	75	74	80	65	74	100	100	80,8
21	80	73	80	86	86	80	73	73	40	85	56	71	73,6
22	84	83	78	78	89	100	84	83	100	65	76	100	85,0
23	53	29	36	64	54	51	47	78	100	76	88	65	61,8
24	75	100	77	71	68	81	100	74	100	75	100	64	82,1
25	74	74	61	49	70	70	85	56					67,4
26	65	83			83	83							78,5
27	66	100	100	66	32	100	100	100					83,0
28	60	75	71	49	100	70	49	85					69,9
29	85	87	69	85	74	86	54	68	88	76	100	88	80,0
30	64		75	80	100		92	80					81,8
32	88	100	85	100	100	100	100	100	100				97,0
33	100	71	62	70	100	71	100	56		74	48	65	74,3
34	85	69	77	88	56	90	88	76					78,6
35	80	55	74	87	81	87	100	100	88	88	100	88	85,7
36	95	84	95	67	84	83	84	78	88	88	88	100	86,2
37													
38					100	80	80	75					83,8
39	74				100				24				66,0
40													
41	79				37				53				56,3
42	59	71	50	78	79	68	64	19	77	88	88	76	68,1
43					100	79	100	100					94,8
44					100	100	100	60					90,0
45													
46					100	79	19	80					69,6
MÉDIA (M)	78,8	79,1	75,3	75,1	80,7	81,4	78,2	77,5	80,3	83,0	81,2	80,9	
M/Tipo de amostra			77,1				79,4				81,4		
M geral													78,8

Na Figura 7 é apresentada uma classificação dos participantes, e observa-se que dos 41 participantes, 25 obtiveram desempenho acima da média, sendo que o laboratório n°. 32 foi o que alcançou o melhor índice (97,0%), e o laboratório n°. 14 com o menor desempenho, ficando com ID de 51,8%. Conforme previsto nas normas de funcionamento do EPLNA, os laboratórios que obtiverem ID maior do que 70% poderão adquirir o selo de qualidade do EPLNA (Figura 8) e fixa-lo nos laudos de análises emitidos aos clientes dos laboratórios participantes do ensaio de proficiência.

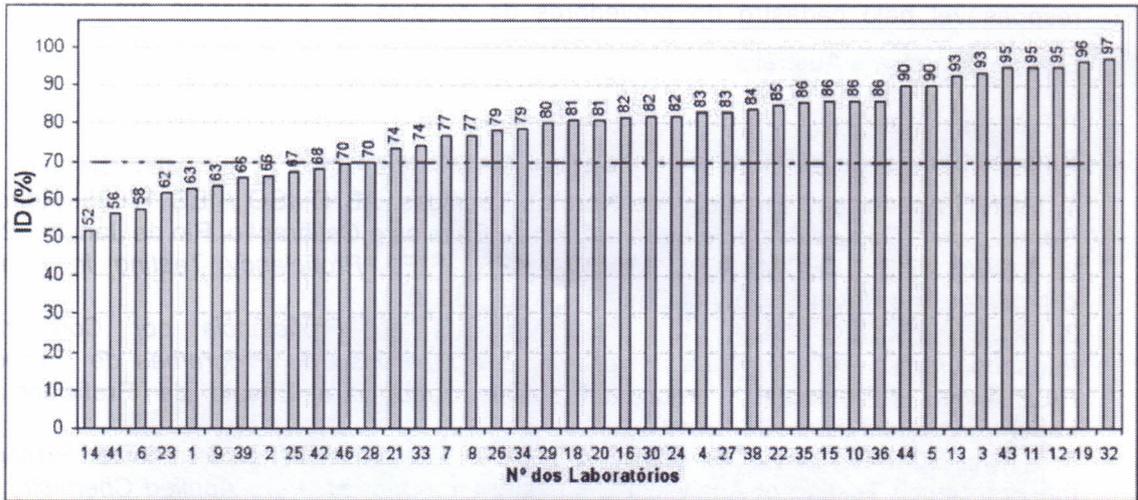


Figura 7. Índice de acertos médios (ID) dos laboratórios para os ensaios das amostras de volumosos, concentrados e mistura mineral.

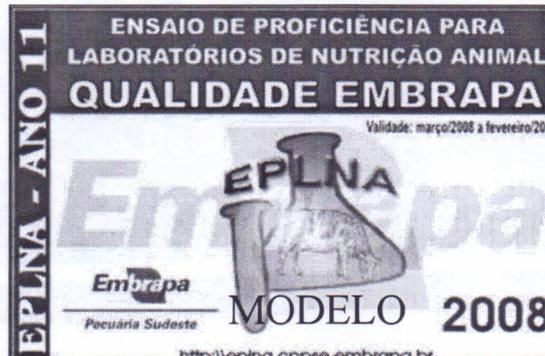


Figura 8. Modelo do selo de qualidade fornecido aos participantes do EPLNA..

Conclusões

O Ensaio de Proficiência para Laboratório de Nutrição Animal (EPLNA), possibilitou esboçar um perfil dos laboratórios de instituições e empresas que realizam análises químicas de alimentos fornecidos para animais. Um dos objetivos do programa é identificar problemas analíticos relacionados às metodologias. Dessa forma, por meio dos coeficientes de variação, concluiu-se que os ensaios que mostraram maior dispersão interlaboratorial foram EE, Lignina e Na para as amostras de volumosos e de concentrado, e o K para as amostras de mistura mineral. O projeto estatístico empregado foi eficaz e de fácil aplicação, sendo possível por meio do Índice z, detectar diferenças significativas no desempenho entre os laboratórios. O EPLNA possibilitou avaliar o desempenho histórico dos laboratórios participantes, durante as quatro rodadas, tornando-se uma ferramenta de controle da qualidade por monitoramento externo, além da possibilidade de verificar continuamente a existência de erros sistemáticos (tendências) em suas atividade de rotina. Para atingir maior abrangência do EPLNA, o programa foi cadastrado no banco de dados do European Information System on Proficiency Testing Schemes (EPTIS), organismo Europeu

responsável pelo cadastro do provedores de ensaios de proficiência em operação na Europa, América e Austrália⁷.

Referências Bibliográficas

1. [ABNT] Associação Brasileira de Normas Técnicas. ABNT ISO / IEC 17025. *Requisitos Gerais para a Competência de Laboratórios de Ensaios e Calibração*. Rio de Janeiro, 2001.
2. LAWN, R.E., THOMPSON, M., WALKER, R.F., *Proficiency Testing in Analytical Chemistry*. The Royal Society of Chemistry, 1997, p110.
3. ABNT ISO/IEC GUIA 43, 1999, *Ensaio de Proficiência por Comparações Interlaboratoriais - Parte 1: Desenvolvimento e Operação de Programas de Ensaio de Proficiência*.
4. Protocolo Internacional Harmonizado para Ensaio de Proficiência em Laboratórios Analíticos (Químicos).
5. THOMPSON, M.; ELLISON, S.L.R.; WOOD, R.; The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories. *Pure Applied Chemistry*, v.78, n.1, p.145–196, 2006.
6. ANALYTICAL METHODS COMMITTEE. *Robust statistics: a method of coping with outliers*. Technical Brief N. 6, 2001. Disponível em: <http://www.rsc.org/pdf/amc/brief6.pdf>.
7. <http://www.eptis.bam.de/index.html>, acessada em Fevereiro de 2008.