



1 INTRODUÇÃO

2

3 Os ensaios de proficiência avaliam o desempenho dos laboratórios de ensaio e calibração
4 através de comparações interlaboratoriais. A utilização destas comparações, dentre
5 outros aspectos, permite atribuir valores a materiais de referência, avaliar o desempenho
6 de um método e fornecer confiabilidade aos seus clientes. Além disto, a participação nos
7 programas interlaboratoriais é um dos requisitos exigidos no processo de acreditação de
8 laboratórios pela Coordenação Geral de Acreditação (NIT Dicla 26) e devem ser
9 realizados antes, durante e após a concessão da acreditação de ensaios na norma NBR
10 ISO/IEC 17025. Esta norma estabelece requisitos para o reconhecimento da competência
11 técnica de laboratórios de ensaio e calibração. Ensaio interlaboratoriais são promovidos,
12 conduzidos e organizados por instituições nacionais e internacionais denominadas
13 provedores. O laboratório de Físico-Química/Minerais da Embrapa Agroindústria de
14 Alimentos realiza análises para prestação de serviço e para atender às demandas dos
15 projetos da unidade. Para garantir a credibilidade desta atividade, é imprescindível
16 assegurar a confiabilidade dos resultados. Por este motivo, vem participando
17 regularmente de diversos programas interlaboratoriais conduzidos por provedores
18 nacionais e internacionais tais como CIENTEC (Fundação de Ciência e Tecnologia),
19 INMETRO (Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial), FAPAS
20 (Food Analysis Performance Assessment Scheme), MUVA Kempten e DRRR (Deutsches
21 Referenzbüro für Lebensmittel-Ringversuche und Referenzmaterialien).

22 O objetivo deste trabalho foi apresentar os resultados do desempenho do laboratório no
23 Ensaio de Proficiência para Laboratórios de Nutrição Animal descritos no Relatório Anual
24 de 2010. Este programa é coordenado pela Embrapa Pecuária Sudeste (CPPSE). Foram
25 fornecidas quatro rodadas de amostras (identificadas como AC, AV). Foram realizados
26 ensaios de matéria seca (MS), proteína bruta (PB), fibra em detergente neutra (FDN),
27 fibra em detergente ácido (FDA), fibra bruta (FB), cinzas (CIN), extrato etéreo (EE) e
28 nitrogênio não protéico (NNP). O dados dos participantes são avaliados pelo

29

30 MATERIAL E MÉTODOS

31 O material recebido foi preparado, embalado e identificado pela Embrapa Pecuária
32 Sudeste. Os métodos utilizados foram baseados nos métodos AOAC (AOAC,2005,
33 revisão 2010), com exceção do nitrogênio não protéico (Lees R., 1982). Matéria seca e
34 cinzas foram determinadas gravimetricamente. A proteína bruta, pelo método Kjeldahl,



35 utilizando-se como catalisador pastilhas compostas de sulfato de potássio e selênio. No
36 ensaio de fibra bruta, foi realizada uma digestão ácida, seguida de digestão básica em
37 digestor (VELP – Raw Fiber Extractor) e o resíduo obtido foi seco e determinado
38 gravimetricamente. As fibras detergentes ácida e neutra foram digeridas (VELP – Raw
39 Fiber Extractor) com detergente ácido e detergente neutro respectivamente, e os resíduos
40 obtidos, que representam as frações destas fibras nas amostras, foram determinados
41 gravimetricamente. O resultado de extrato etéreo foi obtido por extração em soxhlet
42 utilizando-se éter de petróleo como solvente. Na determinação de nitrogênio não protéico,
43 as amostras foram tratadas com ácido tricloroacético 15% para precipitação de proteína e,
44 em seguida, foi realizada filtração e posterior determinação de nitrogênio total pelo
45 método Kjeldahl no filtrado.

46 A avaliação estatística foi realizada empregando o Índice z robusto (IZ), que é um dos
47 métodos recomendado pelas normas ABNT ISO/IEC GUIA 43-11 e pelo protocolo
48 Internacional harmonizado para Ensaio de Proficiência para Laboratórios Analíticos
49 (Thompson et al, 2006)

50

51 RESULTADOS E DISCUSSÃO

52 Os valores de índice z (IZ) obtidos pelo laboratório estão mostrados nas tabelas abaixo,
53 com os respectivos índice de desempenho. Foram considerados satisfatórios os valores
54 cujo $|z|$ score é ≤ 2 , questionáveis, $2 < |z| < 3$ e insatisfatórios, com $|z|$ score ≥ 3 . O índice
55 de desempenho do laboratório (ID) é baseado na quantidade de ensaios cujos resultados
56 foram considerados satisfatórios e indica a eficácia do laboratório na realização dos
57 mesmos.

58 Tabela 1 - Valores de IZ e ID para amostras denominadas AV

	MS	PB	FDA	FDN	FB	CIN	EE	NNP	ID %
rodada 1	0,9	0,0	1,4	3,0	-1,0	1,7	1,1	-0,6	87,5
rodada 2	-0,6	-0,2	-0,9	-0,1	-1,4	-0,2	1,1	-1,1	100,0
rodada 3	0,8	-3,4	-0,3	1,6	-2,1	0,0	0,9	-2,7	75,0
rodada 4	-0,7	-1,5	-0,7	0,0	-1,6	0,0	-0,1	*	100,0

59 * ensaio não realizado

60

61 Tabela 2 - Valores de IZ e ID para amostras denominadas AC

	MS	PB	FDA	FDN	FB	CIN	EE	NNP	ID %
rodada 1	0,8	-0,4	0,7	1,9	-0,5	0,5	0,2	-0,8	100,0



rodada 2	1,2	0,2	-0,9	0,7	-1,3	-0,2	0,3	-1,8	100,0
rodada 3	-0,6	-4,6	-1,1	-0,3	-0,5	-0,9	0,2	-0,7	87,5
rodada 4	-0,2	-2,3	0,0	-0,6	-2,7	-0,3	0,4	*	71,4

62 * Ensaio não realizado

63 Conforme indicado, para as amostras AV, o índice de desempenho do laboratório variou
64 de 75% a 100%. Na primeira rodada houve IZ insatisfatório no ensaio de FDN e na
65 terceira, IZ insatisfatório para PB e questionáveis para FB e NNP. Para as amostras AC, o
66 índice de desempenho do laboratório variou de 71,4% a 100%. Na terceira rodada houve
67 IZ insatisfatório no ensaio de proteína e na quarta, IZ questionáveis para PB e para FB.
68 Na rodada 1 o IZ da PB foi insatisfatório tanto na amostra AC quanto na amostra AV.
69 Neste lote também houve o maior número de IZ questionáveis e/ou insatisfatório
70 (proteína, fibra bruta e nitrogênio não protéico). Em cada rodada, para cada ensaio, é
71 realizada uma análise crítica. No caso de resultado insatisfatório ou questionável, foi
72 realizada uma análise do procedimento seguido e as falhas detectadas passaram por
73 ações corretivas. No ensaio de PB e NNP, verificou-se uma falha na resposta de um dos
74 equipamentos. A ação corretiva foi eficiente, pois na repetição do ensaio o resultado foi
75 satisfatório.

76

77 CONCLUSÃO

78 O laboratório de Análises físico-químicas da Embrapa teve desempenho satisfatório nos
79 ensaios interlaboratoriais apresentados neste trabalho. Segundo as normas do provedor,
80 os laboratórios que participaram de pelo menos três rodadas e obtiveram índice de
81 desempenho igual ou superior a 70% tiveram direito à aquisição dos selos de qualidade.
82 (figura 1).



83

84

85

figura 1 – certificado obtido pelo laboratório de Físico-Química

86 Para o laboratório, a participação nestes ensaios foi uma ferramenta bastante eficiente
87 para checar a confiança dos ensaios e uma oportunidade de melhoria.

88 A participação nestes programas mostrou ser uma ferramenta fundamental para detectar
89 falhas e implementar as devidas ações corretivas e preventivas para melhoria dos
90 procedimentos do laboratório.

91

92 REFERÊNCIAS

93 1 - INMETRO – Instituto nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial.In:
94 <http://www.inmetro.gov.br/> . Acessado em: 19/04/2011).

95 2 – RELATÓRIO ANUAL – Ensaio de Proficiência para Laboratórios de Nutrição Animal –
96 EPLNA - Ano 13 - 2010. In:
97 [https://eplna.cppse.embrapa.br/eplna/2010/RELATORIO%20EPLNA%20ANO13](https://eplna.cppse.embrapa.br/eplna/2010/RELATORIO%20EPLNA%20ANO132010_vf.pdf)
98 [2010_vf.pdf](https://eplna.cppse.embrapa.br/eplna/2010/RELATORIO%20EPLNA%20ANO132010_vf.pdf). Acesso em: 19/04/2011.

99 3 - HOROWITZ, W. (Ed.) Official methods of analysis of the Association Analytical
100 Chemists. 18.ed. Gaithersburg, Maryland: AOAC, 2005. 1 volume.

101 4 - LEES, R. Análisis de los Alimentos. Métodos analíticos y de control de calidad. Ed.
102 Acribia, España, 1982.

103 5 - ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. ABNT ISO / IEC 17025. Requisitos
104 Gerais para a Competência de Laboratórios de Ensaios e Calibração. Rio de Janeiro,
105 2005.

106 6 - THOMPSON, M.; ELLISON, S.L.R.; WOOD, R. The International Harmonized Protocol
107 for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories. Pure and Applied
108 Chemistry, v. 78, n. 1, p. 145 – 196, 2006.

109