



35 resultados. Por este motivo, o laboratório vem participando regularmente de diversos
36 programas interlaboratoriais conduzidos por provedores nacionais e internacionais tais
37 como INMETRO (Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial)
38 através de sua divisão de metrologia química (DQUIM), FAPAS (*Food Analysis*
39 *Performance Assessment Scheme*) organizado pela *Food and Environment Research*
40 *Agency* do Reino Unido e o EPLNA (Ensaio de Proficiência para Laboratório de Nutrição
41 Animal) organizado pela Embrapa Pecuária Sudeste. Dos três programas citados, o último
42 é o único que contempla um grande número de análises diferentes para uma mesma
43 amostra (Na, K, P, Ca, Mg, Mn, Fe, Cu e Zn), tornando-se o mais importante para o
44 laboratório por permitir avaliar os resultados analíticos simultaneamente para macro e
45 micronutrientes de seu escopo de acreditação.

46 O objetivo deste trabalho foi apresentar os resultados do desempenho do laboratório no
47 EPLNA para o ano de 2010.

48

49 MATERIAL E MÉTODOS

50 O material recebido foi preparado, embalado e identificado pela Embrapa Pecuária
51 Sudeste. O programa interlaboratorial consistiu de quatro rodadas ao longo do ano, sendo
52 cada uma delas composta de três amostras identificadas individualmente e classificadas
53 como volumoso (AV), concentrado (AC) e mineral (AM). As amostras do tipo AV
54 consistem de silagem ou material foliar, as do tipo AC consistem de cereais e as do tipo
55 AM são suplementos minerais em forma salina. É de praxe a organização repetir uma das
56 amostras em alguma das rodadas do programa sem que o laboratório participante saiba,
57 caracterizando um ensaio cego.

58 Os métodos utilizados foram baseados nos métodos AOAC 999.11, 985.01 e 990.08 (2)
59 validados pelo laboratório. As três amostras que compõem cada rodadas tem todas as
60 etapas de análise executadas concomitantemente. As amostras são pesadas em
61 duplicata com precisão de 0,1mg e incineradas em mufla à 450°C. As cinzas assim
62 obtidas são dissolvidas em ácido nítrico e transferidas quantitativamente com água
63 ultrapura (grau reagente Tipo I) para balão volumétrico adequado ao teor estimado dos
64 elementos a serem quantificados. A determinação das concentrações dos elementos é
65 feita em equipamento de espectroscopia de emissão atômica por plasma (ICP-OES).

66 A avaliação estatística foi realizada empregando-se estatística robusta e o Índice z
67 robusto (IZ), que é um dos métodos recomendado pelas normas ABNT ISO/IEC GUIA 43-



68 11 e pelo protocolo Internacional harmonizado para Ensaios de Proficiência para
69 Laboratórios Analíticos (3).

70

71 RESULTADOS E DISCUSSÃO

72 Nas tabelas 1, 2 e 3 mostradas abaixo são apresentados os valores de índice z (IZ)
73 obtidos pelo laboratório para os três tipos de amostras ao longo das quatro rodadas. Por
74 definição são considerados satisfatórios os valores cujo $|IZ| \leq 2$, questionáveis, $2 < |IZ| <$
75 3 e insatisfatórios, com $|IZ| \geq 3$.

76 Tabela 1 – Valores de IZ para as amostras de volumoso (AV):

	Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
Rodada 01	0,4	0,8	-0,1	-0,9	0,8	1,3	-0,7	-0,5	0,3
Rodada 02	0,6	0,4	0,1	-0,4	0,0	0,0	-2,0	-0,7	0,6
Rodada 03	0,0	0,2	-0,3	0,0	-0,1	-2,2	-0,5	-2,5	0,4
Rodada 04	0,5	0,7	-0,3	0,3	*	0,3	-1,6	-1,8	0,7

77 * analito não detectado nas condições do ensaio

78

79 Tabela 2 – Valores de IZ para as amostras de concentrado (AC)

	Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
Rodada 01	-0,5	0,5	-0,5	0,0	-0,7	-1,0	-1,2	-0,3	-0,8
Rodada 02	-0,1	0,8	-0,1	0,3	-0,9	-0,8	-0,5	0,1	1,1
Rodada 03	-1,0	-0,3	-0,4	-0,1	-1,1	-0,5	-0,7	-1,2	-0,7
Rodada 04	0,0	0,9	0,3	0,9	*	1,8	0,2	-0,3	0,2

80 * analito não detectado nas condições do ensaio

81

82 Tabela 3 – Valores de IZ para as amostras minerais (AM)

	Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
Rodada 01	0,8	0,5	0,5	0,5	0,1	0,7	-0,6	0,9	0,4
Rodada 02	0,7	0,2	0,2	2,1	0,2	0,2	0,2	0,2	0,5
Rodada 03	1,2	0,5	0,4	0,8	0,0	0,4	0,0	0,5	1,0
Rodada 04	0,4	0,7	0,2	1,2	0,7	-0,3	-1,2	-0,1	0,0

83

84 Conforme mostrado nas tabelas acima, o laboratório não apresentou nenhum resultado
85 considerado insatisfatório e apenas três que foram considerados questionáveis, sendo
86 dois destes para a mesma amostra (Tabela 1, rodada 03). Na análise crítica que é feita
87 logo após o recebimento do relatório de desempenho de cada rodada, a avaliação destas
88 não-conformidades encontradas demonstrou que a concentração de cobre e zinco nesta
89 amostra foi muito baixa, podendo ter havido perda de sensibilidade para os analitos na



90 determinação por ICP-OES, que ficaram muito próximos dos limites de quantificação do
91 método. O mesmo problema foi diagnosticado na amostra mineral da segunda rodada,
92 onde a concentração de potássio encontrada foi muito baixa (da ordem de mg/kg) e
93 devendo ser reportada ao provedor do ensaio interlaboratorial em g/kg. Isto ocasiona um
94 erro de arredondamento que mostrou-se crítico.

95 Na Tabela 4 é mostrado através do índice de desempenho (ID) o percentual de resultados
96 satisfatórios obtidos pelo laboratório para todas as rodadas de ensaio.

97 Tabela 4 – ID para os nove elementos determinados em cada rodada:

	Volumoso	Concentrado	Mineral	ID Global
Rodada 01	100,0	100,0	100,0	
Rodada 02	100,0	100,0	88,9	
Rodada 03	77,8	100,0	100,0	97,2
Rodada 04	100,0	100,0	100,0	
ID médio	94,5	100,0	97,2	

98

99 CONCLUSÃO

100 A participação de ensaios de proficiência é exigência para laboratórios com ensaios
101 acreditados pela ISO/IEC 17025, mas independente disto é uma ferramenta muito
102 eficiente para checar a confiança dos ensaios e oportunidades de melhoria a partir de não
103 conformidades detectadas.

104 Para o Laboratório de Minerais da Embrapa Agroindústria de Alimentos os resultados do
105 Índice de Aproveitamento Global mostram que mais de 97% de seus resultados emitidos
106 podem ser considerados satisfatórios.

107

108 REFERÊNCIAS

- 109 1. ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. ABNT ISO / IEC 17025. Requisitos
110 Gerais para a Competência de Laboratórios de Ensaio e Calibração. Rio de Janeiro,
111 2005.
- 112 2. HORWITZ, W. (Ed.) Official methods of analysis of the Association Analytical Chemists.
113 18.ed. Gaithersburg, Maryland: AOAC, 2005. 1 volume.
- 114 3. RELATÓRIO ANUAL – Ensaio de Proficiência para Laboratórios de Nutrição Animal –
115 EPLNA - Ano 13 - 2010. In:
116 <https://eplna.cppse.embrapa.br/eplna/2010/RELATORIO%20EPLNA%20ANO13>
117 [2010_vf.pdf](#). Acesso em: 19/04/2011.