

## **AVALIAÇÃO DO SEGUNDO LOTE DE AMOSTRAS DO EPLNA – 2005 - ANO 8**

Considerando as amostras 11, 12 e 14, dos 36 laboratórios participantes, 25 enviaram resultados nesse primeiro lote. Isso significa 70% de participação (frequência) nesse segundo lote.

### **CRITÉRIOS UTILIZADOS PARA ANÁLISE ESTATÍSTICA**

Procede-se à média dos valores de cada determinação (**m**) a qual fornece uma estimativa do valor verdadeiro; calcula-se o desvio-padrão (**s**) para definir a dispersão dos dados experimentais e o coeficiente de variação (**cv**) conhecido como desvio padrão relativo (**RSD**) expresso em porcentagem e que está relacionado à precisão da análise em questão (Figura 1).

|                                                           |                                                              |                                                    |
|-----------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------|
| <b>A)</b><br>$\bar{x} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^{i=N} x_i$ | <b>B)</b><br>$s = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{N-1}}$ | <b>C)</b><br>$cv\% = \frac{s \times 100}{\bar{x}}$ |
|-----------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------|

Figura 1. Equações empregadas para as análises estatísticas: A) equação da média; B) equação para o desvio padrão e C) equação do coeficiente de variação. ( $\bar{x}$  = média; N = nº de laboratórios que forneceram os resultados;  $x_i$  = resultados informado pelo laboratório i).

Estabelece-se uma faixa de aceitação “intervalo de confiança”, que inclui os resultados dentro do limite de confiança, ou seja, **m ± 1s**. Os resultados que estiverem fora desse limite (**m1 ± 1s**) são separados e são identificados com dois asteriscos (\*\*). Efetua-se nova média (**m2**) com os dados que ficaram dentro do limite **m1 ± 1s**, calcula-se novo **s**, **cv** e novo intervalo de confiança. De acordo com esse segundo intervalo, distribuem-se um asterisco (\*) para aqueles que estão fora da faixa de aceitação e se estabelece um segundo intervalo de confiança, **m2 ± 1s**. Assim, o relatório apresenta a avaliação estatística contendo dois intervalos de



aceitação de resultados, observando-se no segundo intervalo redução significativa do **cv**, o qual aponta uma melhor precisão das análises, evidenciando a redução da discordância interlaboratorial.

No quadro de resultados (**arquivo: lote1-estatistica.xls**) , são apresentados todos os dados fornecidos pelos participantes incluindo a avaliação estatística, juntamente com os **Índices de Acertos, IA e IA Final** de cada participante, os quais foram obtidos empregando-se as Fórmula 1 e 2 respectivamente, para cada laboratório.

$$\% \text{ IA} = 100 - \left[ \frac{\text{N}^* \times 100}{\text{NE}} \right]$$

**Fórmula 1.** Fórmula utilizada para calcular o Índice de Acerto (**IA**) de cada Laboratório participante. **N\***: quantidade de asteriscos recebidos; **NE**: quantidade de ensaios enviados.

Considerando, peso dois (2) como penalidade para os resultados com dois asteriscos (\*\*), **A2**, e peso um (1) para os dados com um asterisco (\*), **A1**, o **IA final** utilizado para classificar os laboratórios foi calculado empregando a equação apresentada na figura 2.

$$\% \text{ IA final} = \% \text{ IA} - \text{MP}$$

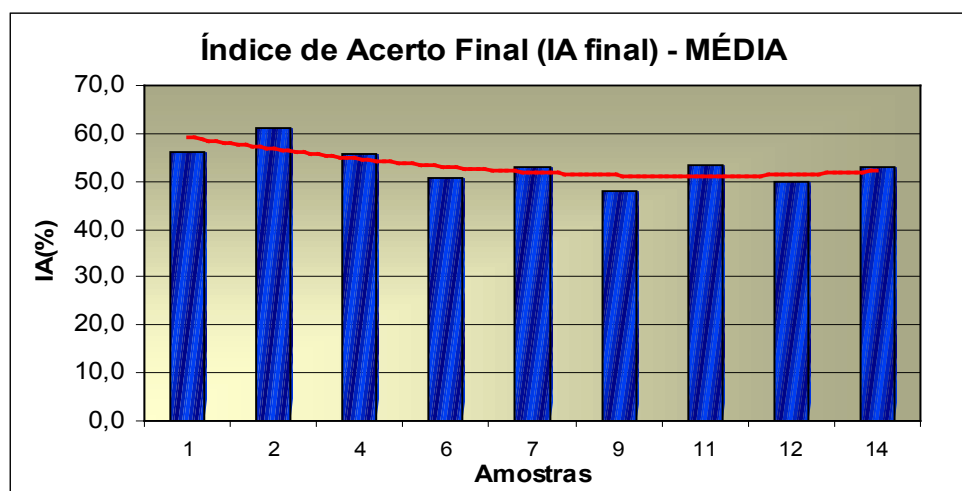
**Fórmula 2.** Fórmula utilizada para calcular o Índice de Acerto Final (**IA final**) de cada Laboratório. **% IA final**: porcentagem de acerto considerando apenas a quantidade de asteriscos; **MP**: média ponderada considerando peso um para **A1** e peso dois para **A2**, (**MP** =  $[(\text{A1} \times 1) + (\text{A2} \times 2)] / 3$ ).

O **IA final** indica quanto o laboratório foi preciso e serve de guia para orientá-lo quanto ao seu desempenho em relação aos outros participantes. Para o cálculo empregou-se as Fórmulas 1 e 2, onde são considerados o número de ensaios enviados, a quantidade de ensaios que receberam um asterisco e a quantidade de ensaios que receberam dois asteriscos.

## **COMENTÁRIOS SOBRE O TERCEIRO LOTE**

O ensaio de proficiência é uma ferramenta utilizada por laboratórios para a verificação da confiabilidade dos dados por ele produzidos, permitindo uma avaliação do desempenho do laboratório por monitoração contínua.

- ✓ Considerando o Índice de Acertos final (**IA final**), observamos que houve diminuição na porcentagem média deste índice nas amostras do segundo lote (6, 7 e 9) em relação ao as amostras primeiro lote (1, 2 e 4), no entanto, para as amostras do terceiro lote, o **IA final** apresentou um pequeno incremento em relação ao segundo lote (Figura 1).



**Figura 1.** Média do Índice de Acertos (**IA final**) das amostras do primeiro, segundo e terceiro lotes.

Um dos principais objetivos do ensaio de proficiência é a identificação de problemas relacionados com a sistemática dos ensaios, sendo o coeficiente de variação (**cv**) um excelente indicador da variabilidade interlaboratorial.

- ✓ Na Tabela 1, apresentamos a média dos coeficientes de variação dos ensaios realizados nos lotes 1, 2 e 3. Observamos que as amostras de volumosos (am. 01, 06 e 11) e concentrados (am. 02, 07 e 12) apresentaram para as análises bromatológicas **cv2** ≤ 13,04% e para as análises de minerais **cv2** ≤ 34,42%. Para as amostras de mistura mineral, apesar do aumento significativo na média do coeficiente de variação dos macronutrientes da amostra 9 (lote 2), as amostras 04 e 14 mantiveram no mesmo nível de variabilidade, tanto para os macronutrientes como para os micronutrientes, ou seja **cv2** ≤ 14,09% .

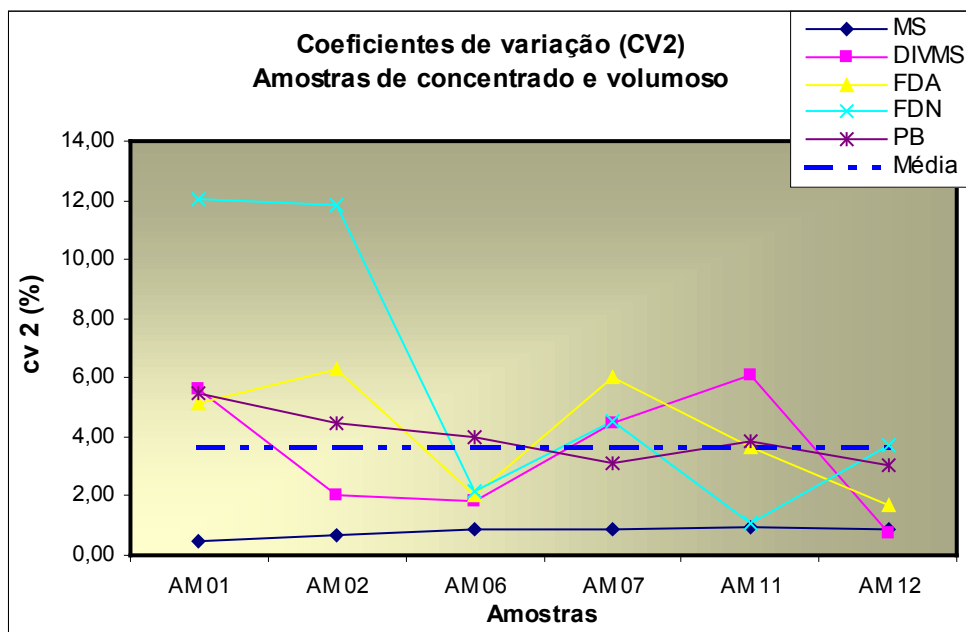
- Para a amostra onze (11), considerando-se o **cv2**, o menor **cv** foi o da MS (0,94%) entre as análises bromatológicas e o Cu (6,07%) entre as análises de minerais.
- Para a amostra dose (12), considerando o **cv2**, o menor **cv** foi o da DIVMS (0,73%) entre as análises bromatológicas e o K (7,49%) entre as análises de minerais.
- Para a amostra quatorze (14), considerando o **cv2**, o menor **cv** foi o da Na (7,82%) entre as análises de macro nutrientes e o Zn (10,32%) entre as análises de micro nutrientes.

Tabela 1. Média dos coeficientes de variação (cv) das amostras do primeiro e segundo lotes.

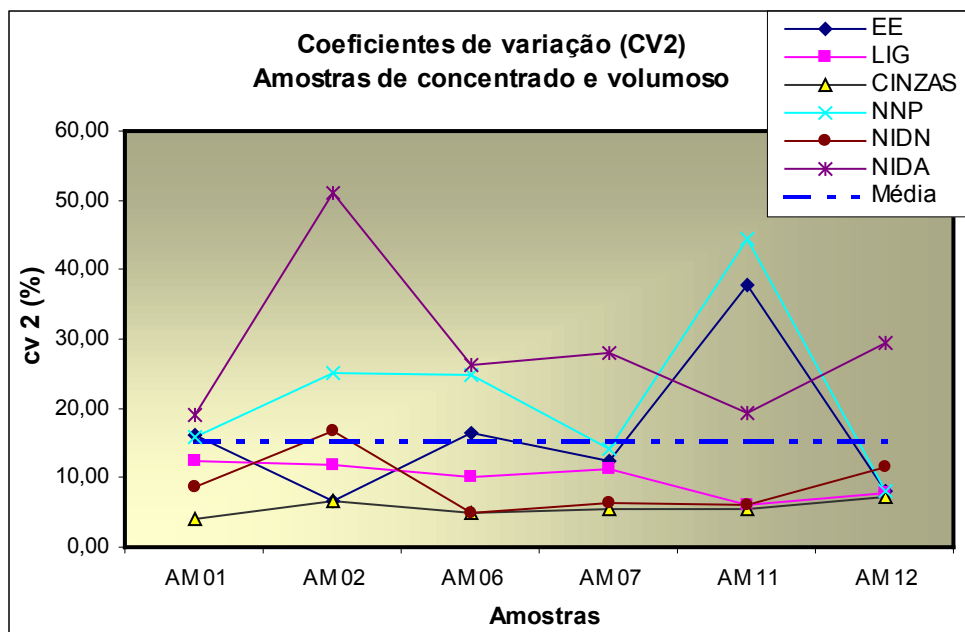
| <b>Amostra</b> | <b>Bromatológica</b>    |             | <b>Minerais</b>         |             |
|----------------|-------------------------|-------------|-------------------------|-------------|
| <b>s</b>       | <b>cv 1</b>             | <b>cv 2</b> | <b>cv 1</b>             | <b>cv 2</b> |
| <b>1</b>       | 21,78                   | 9,54        | 74,94                   | 23,60       |
| <b>2</b>       | 23,06                   | 13,04       | 71,11                   | 25,96       |
| <b>6</b>       | 17,90                   | 8,93        | 64,44                   | 22,86       |
| <b>7</b>       | 20,60                   | 8,84        | 85,19                   | 34,42       |
| <b>11</b>      | 22,71                   | 12,24       | 77,30                   | 27,72       |
| <b>12</b>      | 15,85                   | 7,45        | 73,17                   | 31,94       |
| <b>Amostra</b> | <b>Macro nutrientes</b> |             | <b>Micro nutrientes</b> |             |
| <b>s</b>       | <b>cv 1</b>             | <b>cv 2</b> | <b>cv 1</b>             | <b>cv 2</b> |
| <b>4</b>       | 29,02                   | 12,49       | 36,11                   | 13,60       |
| <b>9</b>       | 75,80                   | 49,58       | 46,35                   | 13,45       |
| <b>14</b>      | 36,68                   | 14,09       | 40,84                   | 13,12       |

- ✓ Apresentamos também a média do **cv2** como indicador da dispersão interlaboratorial para cada ensaio nos três primeiros lotes. Na figura 2, observamos que os ensaios de MS, DIVMS, FDA, FDN e PB apresentaram o valor médio do **cv2** igual a 3,66%. Outra observação importante é que o **cv2** encontrou-se estável entre os três lotes para os ensaios citados, o que indica um certo controle da dispersão interlaboratorial e sugere uma boa precisão nos resultados dos laboratórios. Na figura 3, os ensaios de Lignina, Cinzas e NIDN, também tiveram o **cv2** estável entre os três lotes, e média de 15,30% . No

entanto, o coeficiente de variação (**cv2**) ficou instável para os ensaios de NNP, NIDA e EE, esta inconstância nos coeficientes de variação sugere menor precisão analítica para estes ensaios.



**Figura 2.** Coeficiente de variação dos ensaios MS, DIVMS, FDA, FDN e PB para as amostras de concentrado e volumoso até o terceiro lote de 2005.



**Figura 3.** Coeficiente de variação dos ensaios EE, Lignina, Cinzas, NNP, NIDN e NIDA para as amostras de concentrado e volumoso até o terceiro lote de 2005.



- ✓ Para as amostras de forrageiras e concentrados e para as amostras de mistura mineral, as informações referentes a avaliação dos coeficientes de variação dos ensaios de macro e micronutrientes, serão discutidas no relatório final, após incluirmos os dados do quarto lote.

Gilberto Batista de Souza

Cristina M.C. Picchi

Coordenadoria do Programa Colaborativo Interlaboratorial