

Ensaio de Proficiência para Laboratórios de Nutrição Animal - EPLNA -

Normas de funcionamento – 2007 (Ano 10)

Um dos objetivos do Ensaio de Proficiência, desde sua criação, é a melhoria da precisão e eficiência dos laboratórios participantes de modo a garantir confiabilidade nos resultados emitidos para seus clientes. O programa permite também a comparação entre resultados de instituições semelhantes, favorecendo a redução do coeficiente de variação entre laboratórios para uma mesma análise química.

O Ensaio de Proficiência para Laboratórios de Nutrição Animal - **EPLNA** utiliza mecanismos de checagem de exatidão e precisão com a repetição aleatória de determinadas amostras, sem prévio conhecimento do participante. O desempenho do laboratório é demonstrado com a constante emissão de relatórios estatísticos, e ao final do ano um estudo completo ajuda a estabelecer um perfil e indica oportunidades de aprimoramento de métodos, procedimentos e rotinas laboratoriais. Esse desempenho também pode ser acompanhado com o uso de uma Amostragem de Referência que são certificadas pelos próprios membros do Programa. O uso dessas amostras rotineiramente auxilia na tomada de decisão após a identificação de problemas analíticos.

Taxa de administração

A taxa de administração para o ano de 2007 (10º ano) será de R\$ 100,00. A efetivação do pagamento, confirma a participação do laboratório (o valor deverá ser depositado em favor da Fundação Parque de Alta Tecnologia de São Carlos (CNPJ 52.380.169/0001-18) – CPPSE, no Banco do Brasil, agência 0295-X, conta corrente 6767-9. O comprovante de depósito deverá ser enviado via Fax n.º 16-3361 5754, aos cuidados de Gilberto Batista de Souza).

Amostras:

As amostras utilizadas durante o ano 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 será composto seis amostras, sendo: uma amostra de volumoso, uma amostra de concentrado, uma amostra de mistura mineral, ***uma amostra de referência de volumoso (ARV7), uma amostra de referência de concentrado (ARC2) e uma amostra de referência de mistura mineral (ARM4).***

Serão entregues 24 amostras para cada laboratório em uma única remessa.

Análises

Para as amostras de volumoso e concentrado deverão ser realizadas as seguintes determinações e apresentados os resultados na seguintes unidades:

Análise	Unidade	Análise	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

Não há obrigatoriedade de realizar todos os ensaios, contudo, o laboratório obriga-se a apresentar os resultados expressos EXCLUSIVAMENTE nas unidades citadas.

Todos os resultados devem, estar corrigidos na matéria seca a 105°C.

No ensaio de Fibra em Detergente Neutro das amostras de concentrado (amostras 10/03, 1/09, 10/15 e 10/21) e as amostras referência de concentrado **ARC2** (10/04, 10/10, 10/16 e 10/22), **APENAS** os laboratórios que utilizarem uréia e alfa-amilase na extração devem enviar resultados.

Para as amostras de Mistura Mineral serão analisados:

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		

Mais uma vez, não é obrigatória a realização de todas as análises, porém é obrigatória a apresentação dos resultados nas unidades indicadas. Esses resultados devem ser expressos no "**material como fornecido**", sem correção pela matéria seca.

Cronograma

A realização das análises e o envio de resultados devem obedecer à seguinte programação:

Amostras	Época de análises	Data limite para envio de resultados
10/01 a 10/06	Abril e Maio	18/05/2006
10/07 a 10/12	Junho e Julho	20/07/2006
10/13 a 10/18	Julho e Agosto	30/08/2006
10/19 a 10/24	Setembro e Outubro	15/10/2006

Ressaltamos a importância de obedecer às datas de realização das análises e de envio de resultados. O resultado que chegar à Coordenação após a data limite não será incluído na avaliação estatística e gerará prejuízo para o laboratório na checagem de seu desempenho (a frequência também será considerada na classificação final).

Identificação dos participantes

Cada laboratório participante do **EPLNA** é identificado por um **código** conhecido apenas por ele próprio e pela coordenação. Recebe também uma **SENHA** para acessar a página da Internet onde devem ser digitados os resultados. Cada membro é responsável por manter em sigilo seu código e sua senha e, responsabiliza-se, portanto, pela correta digitação de seus dados na página.

Neste ano o Programa conta com 38 participantes, listados a seguir:

- Embrapa Acre
- Embrapa Agroindústria de Alimentos
- Embrapa Clima Temperado
- Embrapa Cerrados
- Embrapa Gado de Corte
- Embrapa Gado de Leite
- Embrapa Pantanal
- Embrapa Pecuária Sudeste
- Embrapa Pecuária Sul
- Embrapa Roraima
- Embrapa Semi-Árido
- Embrapa Soja
- Embrapa Suínos e Aves
- Embrapa Tabuleiros Costeiros
- Centro Reg. Univ. Espírito Santo do Pinhal (CREUPI)
- Coordenadoria de Defesa da Agricultura de São Paulo - CDA/SAA-SP
- Empresa Baiana de Desenvolvimento Agrícola S.A. - EBDA
- EPAGRI Estação Experimental de Lages/SC
- Escola Superior de Agric “Luiz de Queiroz” - ESALQ - USP - Depto.Zootecnia
- Faculdade de Medicina Veterinária e Zootecnia, Departamento de melhoramento e nutrição animal – Universidade Estadual Paulista - UNESP
- Faculdade de Zootecnia, Veterinária e Agronomia –Laboratório de Bromatologia e Nutrição Animal, Campus Uruguaiana - PUCRS
- Faculdade de Medicina Veterinária e Zootecnia, USP/Pirassununga



Pecuária Sudeste

- Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos, Depto. de Zootecnia USP/Pirassununga
- Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos, Laboratório de Ciências Agrárias - USP/Pirassununga
- Instituto de Zootecnia de Nova Odessa - Laboratório de Bromatologia
- Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia – Lab. de Nutrição Animal - UESB/LNA
- Universidade do Estado de Santa Catarina, Centro de Ciências Agroveterinárias
- Nutron Alimentos Ltda, Laboratório de Itapira
- Fundação ABC, laboratório de Bromatologia
- Instituto de Pesquisa Energéticas e Nucleares - CNEN-SP, Laboratório de Análise por Ativação Neutrônica
- Rodes Análises Químicas Ltda
- Multimix Nutrição Animal Ltda
- Agrocere Nutrição Animal Ltda
- Companhia Nacional de Nutrição Animal - (Connan)
- Empresa de Pesquisa Agropecuária de Minas Gerais – EPAMIG
- Hidrocepe Serviços de Qualidade Ltda
- CBO – Assessoria e Análises
- Avipal S/A Avicultura e Agropecuária
- Tectron Imp. e Exp. de Produtos Veterinários
- Cooperativa Agroindustrial Lar

Resultados

O envio dos resultados analíticos para a Coordenação deverá obedecer ao cronograma do EPLNA para envio de resultados e poderá ser feito das seguintes formas:

- via Internet, por **e.mail** para o endereço, gilberto@cnpse.embrapa.br , em arquivo anexo. Sendo duas opções de arquivo: uma através do formulário padrão e outra através de um arquivo com extensão **.xml** gerado através de um programa (SEPROLAB.EXE) que encontram-se disponível para Download na página do EPLNA na Internet.
- via Internet, através do *Link* do Ensaio de Proficiência na página da Embrapa Pecuária Sudeste: <http://eplna.cnpse.embrapa.br>. Para isso, cada participante receberá sua senha individual de acesso.

- para aqueles laboratórios que não têm acesso à Internet será permitido o envio dos resultados via correio, desde que utilizem o formulário padrão e que os dados cheguem à Coordenação antes de encerrado o prazo limite.

Todos os resultados das amostras de volumosos e concentrados já devem estar **corrigidos na matéria seca a 105 °C**. Os resultados das amostras de mistura mineral deverão ser expressos **no material como fornecido**.

Avaliação estatística

Na página da internet da Embrapa Pecuária Sudeste [-http://eplna.cppse.embrapa.br](http://eplna.cppse.embrapa.br), no *link* do Programa, estará disponível após o encerramento de cada lote, um quadro estatístico com informações que os laboratórios podem consultar e utilizar. Este quadro estará disponível exclusivamente aos participantes do **EPLNA** e o acesso será através da senha.

A avaliação estatística será realizada empregando o **Índice z robusto** (Fórmula 1), que é um dos conceitos recomendado pelas normas ABNT ISO/IEC GUIA 43-1¹ e pelo protocolo Internacional harmonizado para Ensaio de Proficiência para Laboratórios Analíticos².

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

Fórmula 1. Equação utilizada para calcular o Índice z .

Onde, x_i é o resultado informado pelo laboratório participante, $\bar{X}$ é o valor designado (valor alvo) e s é o desvio padrão alvo.

- ♦ Para a definição dos valores de $\bar{X}$ e s , será utilizada estatística robusta, a qual possui a vantagem de não receber interferência de valores dispersos na estimativa da posição central e da dispersão dos resultados. Nesse método, o valor designado é dado pela **mediana** ($\bar{X}$), determinada após a exclusão de resultados discrepantes, *Outliers*, e o valor de dispersão (s) é calculado pelo valor da Amplitude Interquartílica Normalizada (**IQN**)^{3,4}.

- ♦ A exclusão dos resultados considerados *Outliers* será realizada empregando o teste de Grubbs⁵.
- ♦ O valor da amplitude interquartílica normalizada (**IQN**) será calculado pela relação: **IQN = IQ x 0,7413**, o qual torna a **IQN** comparável com o desvio padrão³.
- ♦ A amplitude interquartílica (**IQ**) é a diferença entre o maior quartil (Q3) e o menor quartil (Q1). Sendo Q1 o valor abaixo do qual estão presentes 25% dos resultados e Q3 o valor acima do qual estão presentes outros 25% dos resultados.
- ♦ Para definir os resultados que estão fora do intervalo de confiança será adotado o seguinte critério: o resultado que estiver dentro do intervalo $|z| \leq 2$ será considerado **satisfatório** e portanto não receberá asterisco; o resultado que estiver no intervalo $2 < |z| < 3$ será considerado resultado **questionável** e receberá um asterisco (*); e o resultado que estiver acima do intervalo $|z| \geq 3$ será considerado **insatisfatório** e receberá dois asteriscos (**).
- ♦ Classificação dos laboratórios: será considerado, peso dois (2) para os resultados com dois asteriscos (**), **A2**, e peso um (1) para os dados com um asterisco (*), **A1**, o índice de desempenho do laboratório (**ID**) será calculado empregando a fórmula 2.

$$(N^* = [(A1 \times 1) + (A2 \times 2)] / 3)$$

$$ID (\%) = 100 \left[\frac{N^* \times 100}{NE} \right]$$

Fórmula 2. Fórmula utilizada para calcular o Índice de Desempenho (**ID**) de cada Laboratório participante: **N*** quantidade de asteriscos recebidos; **NE**: quantidade de ensaios enviados.

- ♦ Em 2007, 10º ano do EPLNA, será implantado o selo de qualidade. Nesse primeiro ano, apenas aqueles laboratórios que obtiverem Índice de Desempenho acima de 70% terão direito na aquisição dos selos. O custo dos selos será informado futuramente. Possivelmente disponibilizaremos os selos na forma impressa, selo adesivo, e na forma eletrônica.

Informações gerais

- ⇒ A cada lote, também informaremos uma classificação dos ensaios, indicando os que obtiveram maior dispersão dos resultados, para isso será considerado como parâmetro o coeficiente de variação (**cv**).
- ⇒ Será excluído do Programa o laboratório que deixar de enviar resultados por duas vezes, sem apresentar justificativa. Salientamos, que na classificação final, será considerada a frequência do participante.
- ⇒ Não serão aceitos resultados de análises não contempladas pelo Programa.
- ⇒ Não serão aceitos resultados expressos em unidades diferentes daquelas indicadas nesta norma.
- ⇒ Não serão aceitos resultados de concentrados e volumosos sem a devida correção para 100% de MS.

Referências Bibliográficas

1. ABNT ISO/IEC GUIA 43-1, 1999, **Ensaio de Proficiência por Comparações Interlaboratoriais** - Parte 1: Desenvolvimento e Operação de Programas de Ensaio de Proficiência.
2. Thompson, M.; Ellison, S.L.R.; Wood, R.. The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories. **Pure and Applied Chemistry**, v. 78, n. 1, p. 145 – 196, 2006.
3. Chui, Q. S. H., Bispo, J. M. A., Iamashita, C. O., O papel dos Programas Interlaboratoriais para a Qualidade dos Resultados Analíticos. **Química Nova**, v.27, n. 6, p.993 - 1003, 2004
4. Analytical Methods Committee, Robust Statistics – How not to reject outliers Part 1. Basic Concepts, **Analyst**, 1989, 114, 1693-1697.
5. <http://www.graphpad.com/quickcalcs/Grubbs1.cfm>, acessada em janeiro de 2007.

Gilberto Batista de Souza

Coordenador do Ensaio de Proficiência para Laboratórios de Nutrição Animal