

Ensaio de Proficiência para Laboratórios de Nutrição Animal - EPLNA -

Protocolo de funcionamento para 2011 (Ano 14)

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**¹ 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 Amostras de Referência que são certificadas pelos próprios membros do Programa. O uso dessas amostras rotineiramente faz parte da Gestão da Qualidade e auxilia na tomada de decisão após a identificação de problemas analíticos.

Taxa de administração

A taxa de administração para o ano 14 (2011) será de R\$ 290,00. A efetivação do pagamento confirma a participação do laboratório.

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 (ARV 11), uma amostra de referência de concentrado (ARC 6) e uma amostra de referência de mistura mineral (ARM 8)**. 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 nas seguintes unidades:

Análises	Unidade	Análises	Unidade
GRUPO A (análises bromatológicas)		GRUPO B (macro e micronutrientes)	
Matéria seca (MS)	%	Cálcio (Ca)	g/kg
Proteína bruta (PB)	%	Magnésio (Mg)	g/kg
Fibra em detergente neutro (FDN)	%	Fósforo (P)	g/kg
Fibra em detergente ácido (FDA)	%	Potássio (K)	g/kg
Fibra Bruta (FB)	%	Sódio (Na)	g/kg
Cinzas (CIN)	%	Cobre (Cu)	mg/kg
Extrato etéreo (EE)	%	Ferro (Fe)	mg/kg
		Manganês (Mn)	mg/kg
		Zinco (Zn)	mg/kg
GRUPO C- outras análises			
Lignina via ácido sulfúrico (Lignina)	%	Nitrogênio Insolúvel em Fibra Deterg. Neutro (NIDIN)	%
Digestibilidade "in vitro" da matéria seca (DIVMS)	%	Nitrogênio Insolúvel em Fibra Deterg. Ácido (NIDA)	%
Nitrogênio Não Protéico (NNP)	%	Nitrogênio Insolúvel em Tampão Borato-Fosfato (NITBF)	%

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 14/03, 14/09, 14/15 e 14/21) e as amostras referência de concentrado **ARC 6** (14/04, 14/10, 14/16 e 14/22), **APENAS** os laboratórios que utilizarem uréia e alfa-amilase na extração devem enviar resultados. O procedimento para o tratamento prévio da amostra para hidrólise do amido está disponível nas seguintes referências:

📄 Disponível na página do EPLNA: Van Soest et al, 1991²; Souza et al, 1999³.

Pecuária Sudeste

📖 Livros: Van Soest, 1994⁴; Silva & Queiroz, 2002⁵; Nogueira & Souza, 2005⁶.

Para as amostras de Mistura Mineral serão analisados apenas os seguintes elementos:

Análise	Unidade	Análise	Unidade
Cálcio (Ca)	g/kg	Magnésio (Mg)	g/kg
Fósforo (P)	g/kg	Potássio (K)	g/kg
Sódio (Na)	g/kg	Cobre (Cu)	mg/kg
Ferro (Fe)	mg/kg	Zinco (Zn)	mg/kg
Manganês (Mn)	mg/kg		

Os resultados dessas análises deverão 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
14/01 a 14/06	Abri e Maio	14/05/2011
14/07 a 14/12	Maio a Julho	15/07/2011
14/13 a 14/18	Julho a Setembro	15/09/2011
14/19 a 14/24	Setembro e Novembro	12/11/2011

Ressaltamos a importância de obedecer às datas de realização das análises e de envio de resultados. O acesso a digitação dos resultados estará liberado apenas sete dias que antecedem a data limite para envio de resultados e bloqueado na data limite.

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 participante é responsável por manter em sigilo seu código e sua senha e, responsabiliza-se, portanto, pela correta digitação de seus dados na página.

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, através do *Link* do Ensaio de Proficiência na página da Embrapa Pecuária Sudeste: <http://eplna.cppse.embrapa.br>. Para acessar a área restrita aos participantes deverá ser digitado: **usuário: eplna + o número do laboratório e senha de seis números fornecidos pela coordenação**, e para digitar os resultados cada participante deverá entrar com sua senha individual de acesso que foi informada em carta de encaminhamento junto com as amostras.
- via Internet, por **e.mail** para o endereço, eplna@cppse.embrapa.br, em arquivo anexo com formulário padrão disponível na página (pasta de 2009).

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**, em área restrita, com o acesso 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 43-1⁷ e pelo protocolo Internacional harmonizado para Ensaios de Proficiência para Laboratórios Analíticos⁸.

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

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

Pecuária Sudeste

mediana ($\bar{X}$), e o valor de dispersão (s) é calculado pelo valor da amplitude interquartílica normalizada (**IQN**)^{9,10} ou por meio da estimativa do desvio padrão obtido após a exclusão de "Outliers" pelo teste de Hampel.

- ♦ 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 padrão⁹.
- ♦ 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 os valores acima do qual estão presentes outros 25% dos resultados.
- ♦ Para as análises cuja dispersão determinada por meio do **IQN** apresentar-se muito elevada, será escolhido desvio padrão alvo, (s), após a exclusão de "outliers" pelo teste de Hampel. O teste de Hampel é considerado método robusto para detectar resultados considerados "outliers"¹¹.
- ♦ 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 (**)¹.
- ♦ O índice de desempenho do laboratório (**ID**) é baseado na quantidade de análises cujos resultados foram considerados satisfatórios, indicando assim a eficácia do laboratório na realização das análises. O ID será calculado empregando a Fórmula 2¹.

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

Fórmula 2. Fórmula utilizada para calcular o Índice de Desempenho (**ID**) de cada Laboratório participante: **N*** quantidade análises com resultados considerados questionáveis ou insatisfatórios; **NE**: quantidade total de análises enviadas.

- ♦ O Índice de Desempenho (**ID**) dos laboratórios para o ano 13 do EPLNA, será determinado por grupos de análise:
 - ✓ **Grupo A:** será composto pelas análises bromatológicas, que abrange as análises de MS, PB, FDN, FDA, FB, MM e EE;
 - ✓ **Grupo B:** será composto pelas análises dos macro e micronutrientes (Ca, Mg, P, K, Na, Cu, Fe, Mn e Zn);

Pecuária Sudeste

- ✓ **Grupo C:** demais análises (DIVMS, Lignina, NIDA, NIDN, NNP, NITBF) não serão consideradas no cálculo do desempenho, entretanto, serão contempladas no programa interlaboratorial.
- ♦ Apenas os laboratórios que participarem de pelo menos **três rodadas** e obtiverem Índice de Desempenho igual ou acima de 70% (**ID ≥ 70%**) terão direito na aquisição dos selos de qualidade. Sendo o desempenho determinado para cada grupo de análises.

Informações gerais

- ⇒ A cada lote informaremos uma avaliação das análises, indicando as que apresentaram 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.
- ⇒ O selo de qualidade apenas poderá ser adquirido se o laboratório participar de no mínimo três rodadas durante o ano.
- ⇒ 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. SOUZA, G. B.; NOGUEIRA, A. R. de A.; SANTO, V. R. D.; PICCHI, C. M. C.; GUIMARAES, E. da S.; JUNIOR, W. B. Proficiency testing of animal nutrition laboratories. Accreditation and Quality Assurance, v.14, N.8-9, p. 455-460, 2009
2. VAN SOEST, P.J., ROBERTSON, J.B., LEWIS, B.A. Symposium: Carbohydrate methodology, metabolism, and nutritional implications in dairy cattle. Methods for dietary fiber, neutral detergent fiber, and nonstarch polysaccharides in relation to animal nutrition. Journal Dairy Science, v.74, p.3583-97. 1991.
3. SOUZA, G.B., NOGUEIRA, A.R.A, SUMI, L.M., BATISTA, L.A.R., Método alternativo para a determinação de fibra em detergente neutro e detergente ácido. São Carlos: EMBRAPA-CPPSE, 1999. 21 p. EMBRAPA-CPPSE, Boletim de Pesquisa, 4.

Pecuária Sudeste

4. VAN SOEST, P.J. Nutritional ecology of the ruminant. 2a Ed. Ithaca, New York, Cornell University Press, 1994. 476p.
5. SILVA, D. J.; QUEIROZ, A. C. Análise de alimentos: métodos químicos e biológicos. 3 ed. Viçosa:UFV, 2002, 235p.
6. NOGUEIRA, A.R.A., SOUZA, G.B. Manual de Laboratório: Solo, água, nutrição vegetal, nutrição animal e alimentos. São Carlos: Embrapa Pecuária Sudeste, 2005. 313p.
7. ABNT ISO/IEC GUIA 43-1, 1999, **Ensaio de Proficiência por Comparações Interlaboratoriais** - Parte 1: Desenvolvimento e Operação de Programas de Ensaio de Proficiência.
8. 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.
9. 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
10. Analytical Methods Committee, Robust Statistics – How not to reject outliers Part 1. Basic Concepts, **Analyst**, 1989, 114, 1693-1697.
11. Linsinger, T.P.J., Kandler, W., Krska, R. Grasserbauer, M. The Influence of Different Evaluation Techniques on the Results of Interlaboratory Comparison. Accreditation and Quality Assurance, v.3, p.322-327, 1998.

Gilberto Batista de Souza

Coordenador do Ensaio de Proficiência para Laboratórios de Nutrição Animal