



ENSAIO DE PROFICIÊNCIA PARA LABORATÓRIOS DE NUTRIÇÃO ANIMAL

EPLNA 2013

ENSAIO DE PRODICIÊNCIA PARA LABORATÓRIOS DE NUTRIÇÃO ANIMAL

RELATÓRIO FINAL 2013

- Organização e coordenação

Embrapa Pecuária Sudeste

Rodovia Washington Luiz, km 234 - CEP 13560-970 - São Carlos - SP

Telefone (16)3411-5600 - Fax (16)3361-5754 3411-5691 - Caixa Postal 339

- Comissão do programa de ensaio de proficiência

Ana Rita de Araújo Nogueira

Carlos Henrique Garcia

Gilberto Batista de Souza

Victor Rogério Del Santo

Mariana Dias

Maio de 2014

INDICE

1 - Introdução	4
2 - Objetivos	5
3 - Participantes	5
4 - Preparo e envio dos itens de ensaio	7
4.1 – Escolha das amostras	7
4.2 – Preparo das amostras	7
4.3 – Homogeneidade dos itens de ensaio	8
4.4 – Envio dos itens de ensaio	10
4.5 – Métodos analíticos	10
4.6 – Cronograma	11
4.7 – Identificação dos participantes e envio dos resultados	11
5 – Análises dos resultados	11
5.1– Delineamento estatístico dos resultados	12
5.2 – Avaliação dos resultados das amostras repetidas nas rodadas	12
5.3 – Coeficiente de variação	16
5.4 – Avaliação do desempenho dos participantes	19
6 - Referências Bibliográficas	26

1. INTRODUÇÃO

A participação em ensaio de proficiência (EP) é um dos requisitos da norma ISO/IEC 17025 (2005) para acreditação ou habilitação de um determinado ensaio junto aos órgãos reguladores nacionais e internacionais na área de metrologia^{1,2}. Esses programas têm por finalidade demonstrar o desempenho e a competência do laboratório na realização dos ensaios para os quais se pretende ser acreditado. A participação em EP é uma atividade essencial para a garantia da qualidade em laboratórios de análises de rotina e fornece informações para que o laboratório possa detectar resultados com desempenhos insatisfatórios e aplicar ações corretivas ou preventivas, alcançando um percentual mínimo de acertos para atingir níveis de desempenho satisfatórios.

A estrutura organizacional de Ensaio de Proficiência em Laboratórios Analíticos emprega procedimentos operacionais baseados nas normas ISO/IEC 17043:2010³ e no Protocolo Internacional Harmonizado para Ensaio de Proficiência em Laboratórios Analíticos (Químicos)⁴. Assim, para qualquer tipo de ensaio ou espécie de amostra, a organização segue a seguinte disposição: um coordenador organiza a preparação, ensaio de homogeneidade e validação do material de ensaio; as amostras são distribuídas de acordo com um cronograma; os laboratórios participantes analisam e enviam os resultados para a coordenação; os resultados do participante são submetidos à avaliação estatística e o desempenho é informado; um relatório deve ser elaborado a cada rodada, contendo informações e análises críticas do desempenho do programa^{3,5}. Fundamentado nestes critérios e com o propósito de conferir confiança e credibilidade dos resultados fornecidos por laboratórios que executam análise de alimentos utilizados em Nutrição Animal (forrageiras, ingredientes de origem vegetal (concentrados) e suplementos minerais), foi implementado o “Ensaio de Proficiência para Laboratórios de Nutrição Animal da Embrapa (EPLNA)”.

O EPLNA prevê a avaliação dos principais ensaios executados por laboratórios de Nutrição Animal, tais como: matéria seca (MS), digestibilidade “in vitro” da matéria seca (DIV-MS), fibra em detergente ácido (FDA), fibra em detergente neutro (FDN), proteína bruta (PB), fibra bruta (FB), extrato etéreo (EE), lignina, cinzas, nitrogênio não protéico (NNP), nitrogênio insolúvel em detergente neutro (NIDN), nitrogênio insolúvel em detergente ácido (NIDA), nitrogênio insolúvel em tampão borato-fosfato (NITBF) e os macro e micro nutrientes (Ca, P, Mg, K, S, Cu, Fe, Mn, Zn e Na).

2. OBJETIVOS

Entre os objetivos do EPLNA estão:

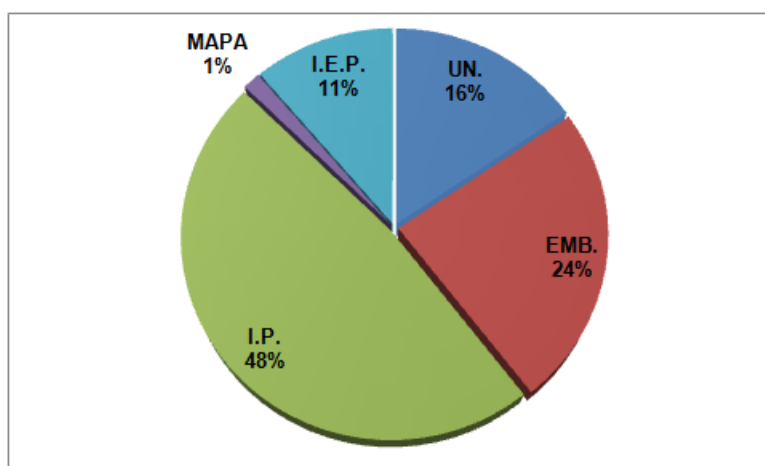
- Avaliação e monitoramento contínuo do desempenho dos laboratórios participantes para ensaios previstos;
- Provimento de confiança adicional aos clientes do laboratório;
- Comparar o desempenho de diferentes métodos analíticos utilizados e identificação de problemas em laboratórios e início de ações de melhoria;
- Fornecer regularmente uma avaliação de desempenho enfocando a exatidão e dispersão dos resultados analíticos apresentados pelo grupo participantes do ensaio de proficiência (identificação de diferenças interlaboratoriais);
- Provimento de confiança adicional aos clientes do laboratório;
- Colaborar na caracterização de materiais candidatos a materiais de referência.

3. PARTICIPANTES

No décimo sexto ano do EPLNA, foram inscritos 106 participantes, sendo que participaram efetivamente 77 laboratórios. O perfil dos participantes ficou: unidades da Embrapa (EMB; 24%), instituições de ensino superior (UN; 16%), instituições de pesquisa estaduais (I.E.P.; 11%), empresas de iniciativa privadas (I.P.; 48%) e Lanagros (MAPA; 1%) (Figura 01): Embrapa Acre; Embrapa Agroenergia; Embrapa Amapá; Embrapa Amazônia Oriental; Embrapa Agropecuária Oeste; Embrapa Tabuleiros Costeiros; Embrapa Suínos e Aves; Embrapa Semi-Árido; Embrapa Pecuária Sudeste; Embrapa Gado de Corte; Embrapa Pantanal; Embrapa Gado de Leite; Embrapa Soja; Embrapa Pecuária Sul; Embrapa Clima Temperado; Embrapa Agroindústria de Alimentos; Embrapa Cerrados; Embrapa Caprinos; Embrapa Milho e Sorgo; Faculdade de Medicina Veterinária e Zootecnia – FMVZ-USP; Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos – FZEA-USP; Universidade do Estado de Santa Catarina; Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia – UESB; Universidade Federal do Piauí; Universidade Federal de Santa Maria; Universidade Estadual Paulista - UNESP campus de São José do Rio Preto; Faculdades Associadas de Uberaba – FAZU; Universidade Estadual Paulista - UNESP/FMVZ, departamento de melhoramento e nutrição animal/campus de Botucatu; Universidade Federal do Pará; Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN-CNEN; Estação Experimental de Lages, EPAGRI; Instituto de Zootecnia/SAA; Empresa de Pesquisa

Agropecuária de Minas Gerais – EPAMIG; Fundação CETABOL/Bolívia; Instituto Agrônomo do Paraná – IAPAR; Agência Paulista de Tecnologia dos Agronegócios/Polo Regional Alta Mogiana; Instituto de Investigaciones Agropecuaria (INIA)- Remehue – Chile; Nutron Alimentos Ltda; Fundação ABC; Rodes Análises Químicas Ltda.; CBO – Assessoria e Análises; Hidrocepe Serviços de Qualidade Ltda; Companhia Nacional de Nutrição Animal - (Connan); Agrocere Multimix Nutrição Animal Ltda; Cooperativa Agroindustrial Lar; Tectron Importação e Exportação de Produtos Veterinários; Nutreco Brasil Nutrição Animal; InVivo Nutrição e Saúde Animal; Laboratório Exata; Laboratório de Alta Tecnologia – Mogiana Alimentos Ltda; Souza Neto & Souza Ltda /Agroanálise; Selecta Pet Care Ind. E Comércio Ltda; Ribersolo - Laboratório de análise do solo e foliar Ltda; FIDENE/ UNIJUÍ; Mina Mercantil Industrial e Agrícola Ltda; Bioagri Análise de Alimentos Ltda; Ad'oro S/A; Nutrifarma - Nutrição e Saúde Animal AS; COMIGO - Cooperativa Agroindustrial dos Produtores Rurais do Sudoeste Goiano; Moinho Primor S/A; CAMDA - Cooperativa Agrícola Mista de Adamantina; Centralmyx Ind. Com. e Rep. Ltda; Matsuda Minas Com. e Ind. Ltda; Laboratório Plante Certo Ltda; Nuvital Nutrientes S.A; Com.Ind.Matsuda Imp.Exp.Ltda; Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento (Lanagro-SP e Lanagro-GO); Gasparim Nutrição Animal Ltda; ZLab Laboratórios; Poli-Nutri Alimentos S.A; Vendruscolo e Berticeli; A3Q Laboratórios Ltda; BRNova Sistemas Nutricionais S/A; JBS Aves Brasil Ltda.

Figura 1. Perfil dos participantes no EPLNA em 2013.



4. Preparo e envio dos itens de ensaio

“Item de ensaio: amostra a ser utilizada no ensaio de proficiência”

Todas as amostras foram preparadas no laboratório de Nutrição Animal da Embrapa Pecuária Sudeste. Os procedimentos de amostragem e definição, definição dos itens de ensaio para cada rodada, o acondicionamento e rotulados foram realizados pela comissão organizadora do EPLNA.

4.1. Escolha das amostras

A definição das amostras em cada rodada foi realizada por meio de sorteio, sendo as amostras codificadas de forma aleatória. Para cada rodada foi definido de três tipos de matrizes, de acordo com os tipos de materiais mais avaliados pelos laboratórios de nutrição animal, sendo: uma forrageira, uma amostra de concentrado (ingrediente de origem vegetal para ração animal) e uma amostra de suplemento mineral,

4.2. Preparo das amostras

As amostras de forrageiras e as amostras de ingredientes de origem vegetal foram desidratadas em estufa com circulação de ar a temperatura de 60 °C por 72h, Após, 6 kg de cada amostra foi moído em moinho de facas em aço inoxidável (moinho tipo Wiley), com peneiras de 1 mm (1000µm) de abertura. As amostras de ingredientes de origem vegetal, foram moídas em moinho tipo ultra centrífugo, com peneira de 0,5 mm (500 µm) de abertura.

As amostras de suplementos minerais foram moídas em moinho almofariz com pistilo e cápsula de ágata até compor 3 kg de amostras com tamanho de partícula inferior a 0,25 mm.

Na Tabela 1, é apresentada a composição das quatro rodadas, com informações sobre a identificação para cada amostra. Algumas amostras foram repetidas em duas rodadas, sendo que a amostra de forrageira, *capim Tanzania* (16/04 e 16/07), repetida na segunda e na terceira rodadas; a amostra de ingredientes de origem vegetal, farelo de soja (16/05 e 16/11), repetida na segunda e na quarta rodadas e a amostra de suplemento mineral, sal mineral (VF) (16/06 e 16/12), repetida na segunda e na quarta rodadas.

Tabela 1. Identificação dos itens de ensaio utilizados no EPLNA ano 16 de 2013.

RODADA	AMOSTRA	IDENTIFICAÇÃO DAS AMOSTRAS
1	16/01	<i>Setaria sphacelata</i> var. anceps
	16/02	Ração para bovinos de leite
	16/03	Sal mineral para ovinos
2	16/04	<i>Panicum maximum</i> Jacq. cv Tanzânia I
	16/05	Farelo de soja
	16/06	Sal mineral para bovinos (VF)
3	16/07	<i>Panicum maximum</i> Jacq. cv Tanzânia I
	16/08	Ração para equinos
	16/09	Sal mineral para gado de corte
4	16/10	<i>Glycine wightii</i> cv. Comum - (soja perene)
	16/11	Farelo de soja
	16/12	Sal mineral para bovinos (VF)

4.3. Homogeneidade dos Itens de Ensaio

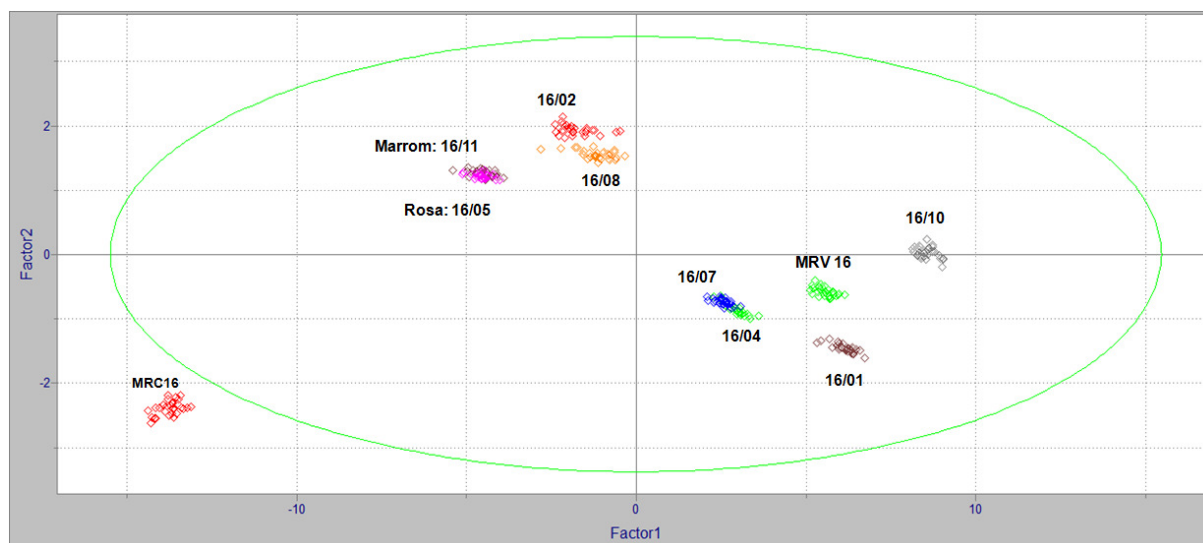
Dentre as etapas de preparo de um material de referência, a homogeneização é uma das mais críticas e pode-se dizer que a boa homogeneidade é pré-requisito para um material de referência. De acordo com o ISO GUIA 30 (ABNT ISO GUIDE 30, 1992), que define a homogeneidade de um material de referência como “material ou substância na qual uma ou mais de suas propriedades apresentam valores suficientemente homogêneos e bem estabelecidos de modo que podem ser utilizados na calibração de instrumentos e na avaliação da exatidão do método proposto”.

Para cada tipo de matriz foram reservados 10 frascos de cada lote escolhidos de forma aleatória, sendo que a obtenção dos espectros de infravermelho foi realizada com três repetições independentes em cada frasco.

Para a verificação da variabilidade da composição química bromatológica dos itens de ensaio e avaliação da homogeneidade foi utilizado espectrofotômetro de infravermelho próximo (NIRS) da marca BÜCHI modelo, NIR-Flex N-500 na faixa que abrange a região espectral de 4.500 a 10.000 cm^{-1} , com resolução de 4 cm^{-1} .

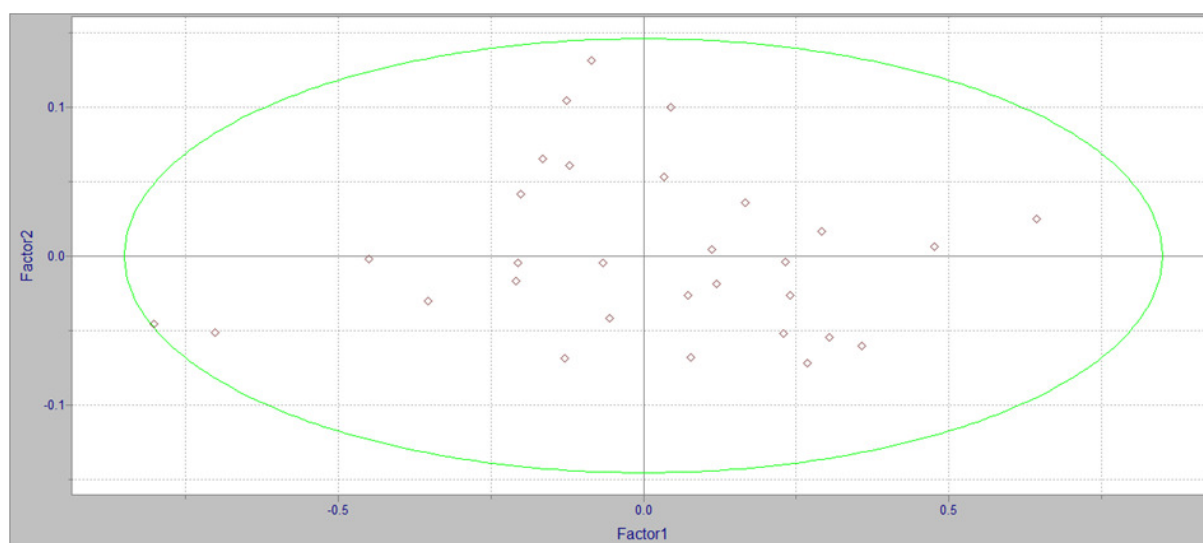
A partir dos valores de reflectância de todos os itens de ensaio foi realizada análise multivariada de componentes principais (PCA) e dessa forma foi possível observar a discriminação das amostras pelos tipos diferentes de matrizes (Figura 2). As amostras de forrageiras, 16/01, 16/04, 16/07, 16/10 e MRV16, distinguiram das amostras de ingredientes de origem vegetal, 16/02, 16/05, 16/08, 16/11 e MRC16. Para o mesmo tipo de material também se observa a separação entre as amostras, com exceção para das amostras que foram repetidas em duas rodadas (forrageira 16/04 e 16/07; ingredientes de origem vegetal 16/05 e 16/11).

Figura 2. Análise de componentes principais dos valores de reflectância de todos os itens de ensaio.



Por meio da PCA, considerando os resultados de reflectância para cada tipo de amostra (dez frasco e três repetições em cada frasco) e considerando o intervalo de 95% de confiança (o intervalo delineado pelo círculo no gráfico da PCA) e a distribuição nos quatro quadrantes, se observa homogeneidade suficiente para o ensaio de proficiência para todas as amostras. Na Figura 3 é apresentado o gráfico da PCA para a amostra 16/01 (*Setaria sphacelata* var. anceps) sendo que os gráficos das outras amostras estão expostos no Anexo 1.

Figura 3. Análise de componentes principais dos valores de reflectância da amostra 16/01.



4.4. Envio dos itens

Os itens de ensaio foram distribuídos aos participantes em frascos plásticos com tampa de pressão e lacre. Os frascos foram rotulados, contendo informações do código da amostra. Os participantes do EPLNA que estiveram presentes 4º Workshop do EPLNA retiraram as amostras durante o evento e os demais participantes receberam as amostras via correio.

4.5. Métodos analíticos

Os participantes adotaram procedimentos analíticos independentes, utilizando os de sua escolha e que estejam de acordo com os utilizados em rotina no laboratório. O desempenho dos laboratórios, para os ensaios das amostras de forrageiras e ingredientes de origem vegetal para rações, foi avaliado considerando três grupos: grupo A (GA), grupo B (GB) e grupo C (GC), conforme apresentado na Tabela 3. Os resultados foram expressos nas unidades citadas na Tabela 2 e corrigidos com base na matéria seca a 105º C. Para a Fibra em Detergente Neutro das amostras de ingredientes de origem vegetal (amostras 16/02, 16/02, 16/08 e 16/11), apenas os laboratórios que utilizarem uréia e alfa-amilase na extração devem enviar resultados. Para as amostras de suplementos minerais o desempenho dos laboratórios foi avaliado apenas pelas análises do GB.

Tabela 2. Ensaios, abreviações e unidades para expressar os resultados analíticos.

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)	%

4.6. Cronograma

A realização das análises e o envio de resultados seguiram a programação apresentada na Tabela 3.

Tabela 3. Cronograma do EPLNA ano 16 (2013).

Amostras	Época de análises	Data limite para envio de resultados
16/01, 16/02 e 16/03	Abri e Maio	30/05/2013
16/04, 16/05 e 16/06	Maio a Julho	30/07/2013
16/07, 16/08 e 16/09	Julho a Setembro	15/09/2013
16/10, 16/11 e 16/12	Setembro e Novembro	12/11/2013
MRV16, MRC16 e MRS16	Maio a Julho	30/07/2013

4.7. Identificação dos participantes e envio dos resultados

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 foram 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.

O envio dos resultados analíticos para a coordenação seguiu o cronograma do EPLNA para envio de resultados e foi 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 é preciso ser digitado: como usuário: eplna + o código 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.

Todos os resultados das amostras de forrageiras e ingredientes de origem vegetal foram corrigidos na matéria seca a 105 °C. Os resultados das amostras de suplementos minerais foram expressos no material como fornecido.

5. Análises dos resultados

Na página da internet da Embrapa Pecuária Sudeste <http://www.cppse.embrapa.br/>, no *Link* do EPLNA, estará disponível após o encerramento de cada rodada, uma planilha com os dados estatísticos, com informações que os laboratórios podem

consultar e utilizar para avaliara o seu desempenho. Este quadro estará disponível exclusivamente aos participantes do EPLNA, em área restrita.

5.1. Delineamento estatístico: atribuição dos valores designados e avaliação do desempenho dos laboratórios participantes.

A avaliação estatística foi realizada empregando o Índice z robusto (Fórmula 1), que é um dos métodos recomendado pelas normas ISO/IEC 17043:2010 e pelo protocolo Internacional harmonizado para Ensaio de Proficiência para Laboratórios Analíticos².

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

Fórmula 1. Equação empregada para calcular o Índice z

Onde, x_i é o resultado informado pelo laboratório participante, X é o valor designado (valor alvo) e σ é o desvio padrão alvo.

- Para a definição dos valores de X e σ , foi 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 foi dado pela mediana (X), e o valor de dispersão (σ) é calculado pelo valor da Amplitude Interquartílica Normalizada (IQN)^{3,4}.

- O valor da IQN foi calculado pela relação: $\text{IQN} = \text{IQ} \times 0,7413$, 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 os valores acima do qual estão presentes outros 25% dos resultados.

- Para algumas análises, cujo desvio padrão alvo calculado por meio do IQN era muito elevado, foi determinado o desvio padrão após a exclusão de "outliers" pelo teste de Hampel. O teste de Hampel é considerado método robusto para detectar resultados considerados "outliers". Inicialmente, foi calculado o residual individual (r_i) por meio da diferença do resultado do laboratório (x_i) em relação à mediana (X) de todos os resultados. Em seguida os valores obtidos dos r_i , foram ordenados em ordem crescente, sendo então encontrado o valor residual mediano (r_m). O valor foi considerado um "outlier" quando o r_i era maior do que $r_m \times 5,06$, considerando nível de significância de 95 %^{6,7}.

- Para definir os resultados que ficaram fora do intervalo de confiança foi adotado o seguinte critério: o resultado que ficou dentro do intervalo $|z| \leq 2$ foi considerado

satisfatório ou aceitável e, portanto não recebeu asterisco; o resultado que ficou no intervalo $2 < |z| < 3$ foi considerado resultado questionável e foi sinalizado com um asterisco (*); e o resultado que estiver acima do intervalo $|z| \geq 3$ foi considerado insatisfatório e recebeu dois asteriscos (**).

- 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 dos ensaios. O ID foi 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.

5.2. Avaliação dos resultados das amostras repetidas nas rodadas.

Neste tópico são demonstrados por meio de gráficos, informações relevantes para que os participantes do EPLNA possam comparar a reprodutibilidade dos resultados para as amostras que foram repetidas durante o ano: amostras 16/04 e 16/07; 16/05 e 16/11; 16/06 e 16/12.

- Amostra de forrageira – *Setaria sphacelata* var. anceps: 16/04 e 16/07:

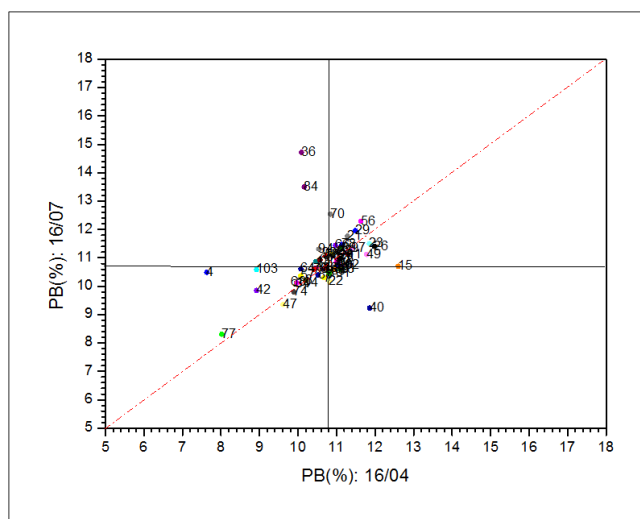
A amostra de *Setaria sphacelata* var. anceps foi repetida nas 2^a e 3^a rodadas. Por meio do diagrama de dispersão para a análise de PB (Figura 4) é possível identificar laboratórios dispersos e avaliar a precisão de algumas análises. O histograma da Figura 5A foi construído com todos os resultados informados pelos laboratórios e a Figura 5B foi construído com os resultados que obtiveram valores de $|Z| \leq 2$.

No diagrama de dispersão, os resultados da amostra 16/04 estão localizados nas abscissas (eixo x) e os resultados da amostra 16/07 estão indicados nas ordenadas (eixo y). A linha perpendicular ao eixo x é o valor da mediana para a amostra 16/04 e a linha perpendicular ao eixo y é o valor da mediana para a amostra 16/07. Os resultados que estão afastados do eixo central e do eixo maior (eixo transversal) indicam a presença de erro aleatório e os resultados que estiverem no eixo maior, mas distante do eixo central indicam a presença de erro sistemático. O erro aleatório prejudica a precisão das análises, sendo que quanto maior este tipo de erro menor a precisão dos resultados, ou seja, mais espalhados estarão os resultados em torno da mediana ou da média (ponto central).

O erro sistemático está relacionado com seu erro absoluto, isto é, com a proximidade do valor medido em relação ao valor verdadeiro e dessa forma afeta a exatidão dos resultados. Os erros sistemáticos geralmente são derivados de erros de métodos, erros operacionais, erros pessoais e erros devidos à instrumentação analítica. Apresentam comportamento unilateral resultando em um desvio constante nos resultados, tem causas assimiláveis, sendo geralmente caracterizados por conservarem o mesmo valor em medições sucessivas.

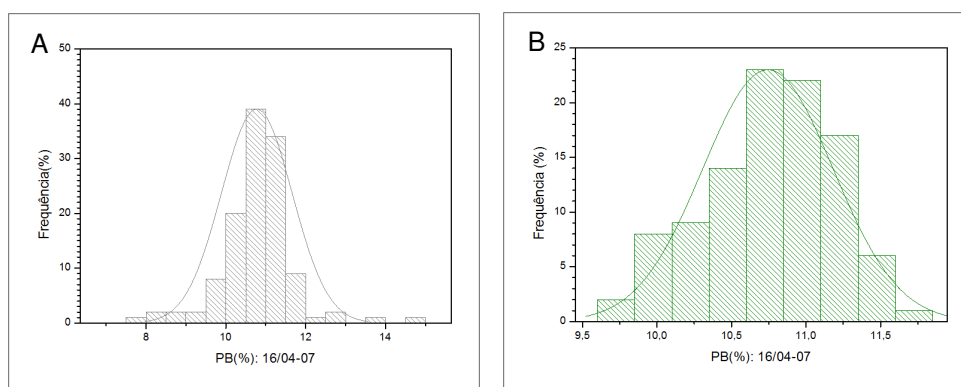
Na Figura 4, são exemplos de erro aleatório os laboratórios 04, 15, 36 e 84, que apresentaram resultados distantes do ponto central e do eixo maior. É exemplo de erro sistemático os resultados do laboratório 77.

Figura 4. Diagrama de dispersão para a análise de PB das amostras 16/04 e 16/07.



No histograma da Figura 5A, observa-se os dados muito dispersos, variando de 7,63% a 14,72% de PB. No histograma da Figura 5B a frequência é mais alta no centro e decresce gradualmente para as caudas de maneira simétrica. A média e a mediana são aproximadamente iguais e localizam-se no centro do histograma. Os dados estão menos dispersos (menor amplitude) com resultados variando de 9,8% a 11,63% de PB.

Figura 5. Histograma para a análise de PB das amostras 16/04 e 16/07.



- Amostra de ingrediente de origem vegetal – Farelo de soja: 16/05 e 16/11.

Essa amostra foi preparada na sala de preparo de amostras do laboratório de nutrição animal da Embrapa Pecuária Sudeste, sendo que o material obtido na fábrica de rações da Unidade. Aproximadamente 5 kg de desse material foi homogeneizados em homogeneizador em Y por 2h, após, 50 g de amostra foram transferidos para os frascos a serem ensaiado pelos participantes do EPLNA.

A amostra foi repetida nas rodadas 2 e 4 e os diagramas de dispersão para a análise de cinzas é apresentados respectivamente nas Figuras 6 e 7. Na Figura 6 observa-se baixa dispersão nos resultados dos laboratórios, a exceção dos laboratórios nº 82 e 103, os quais apresentaram resultados com pouca precisão quando comparados com os resultados dos demais laboratórios.

Na Figura 7, no gráfico de dispersão considerando os valores do índice z, é um outro formato para observar a dispersão dos dados dos laboratórios. Nesse gráfico é possível visualizar, com maior precisão, os laboratórios que obtiveram valores de índice z acima do valor aceitável ($|Z| > 2$), para uma ou para as duas amostras. Os laboratórios nº 82 e 103 apresentaram resultados com características de erro aleatório com baixa precisão.

Figura 6. Diagrama de dispersão para a análise de cinzas das amostras 16/05 e 16/11.

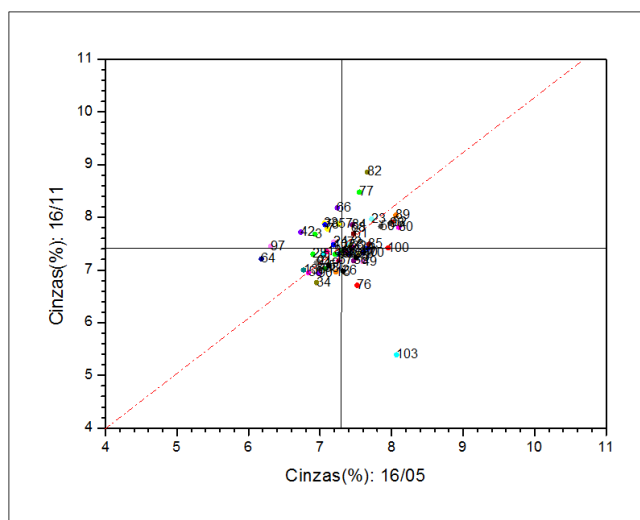
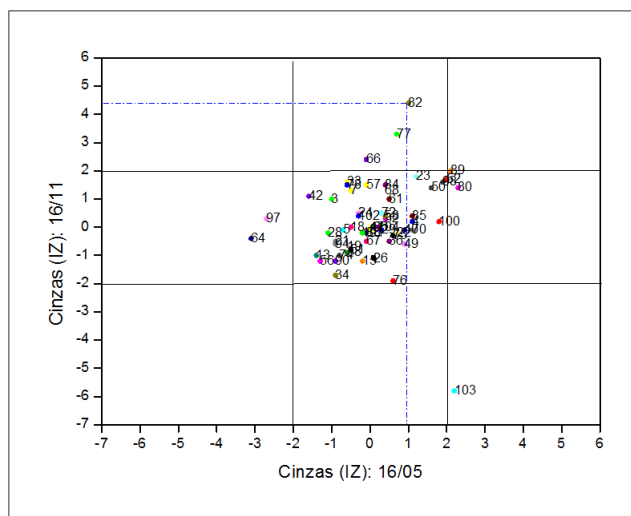


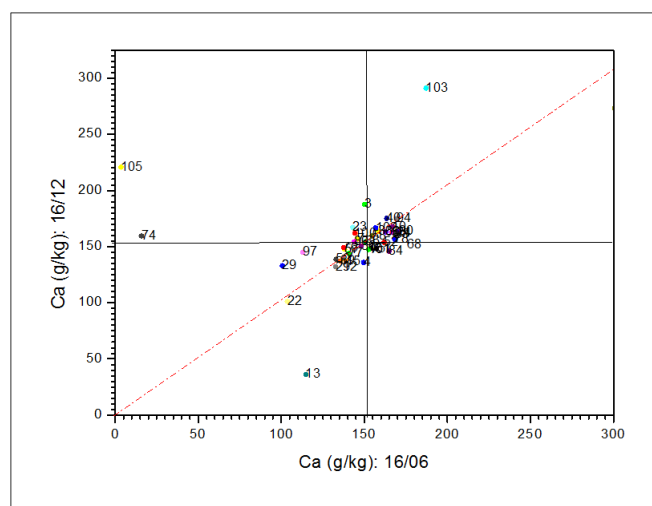
Figura 7. Diagrama de dispersão (índice z) para a análise de cinzas das amostras 16/05 e 16/11.



- Amostra de suplemento mineral – Sal mineral para bovinos (VF): 16/06 e 16/12.

A amostra sal mineral para gado de corte, foi repetida nas rodadas n.º 2 e 4. Por meio do diagrama de dispersão para a análise de Ca (Figura 8) observa-se que os laboratórios n.º 13, 74, 103 e 105 apresentaram erro aleatório e o laboratório n.º 22 apresentou erro sistemático.

Figura 8. Diagrama de dispersão para a análise de fósforo das amostras 16/06 e 16/12.



5.3. Coeficiente de variação (cv)

Para expressar a relação percentual do desvio padrão com a média utiliza-se o coeficiente de variação, também conhecido como desvio padrão relativo (DPR ou

RSD), o cv é expresso em porcentagem e está relacionado à dispersão dos resultados entre os laboratórios. A informação desse coeficiente proporciona uma visão geral sobre a precisão de um método analítico, independente da grandeza dos valores. Quanto maior for o cv menos uniforme é o conjunto de dados, ou seja, maior a variabilidade interlaboratorial.

O coeficiente de variação foi calculado após a exclusão de resultados considerados discrepantes (outliers) pelo teste de Hampel.

- Amostras de forrageiras e ingredientes de origem vegetal para rações animal:

Nas Figuras 09, 10 e 11 são informados os valores dos coeficientes de variação respectivamente para as análises do grupo “A”, grupo “B” e grupo “C”.

Análises do grupo A (Figura 09): Observa-se que a média dos coeficientes de variação para as análises do grupo A das amostras de forrageiras foi $cv_{\text{FORR-GA}} = 7,7\%$, E para as amostras de ingredientes de origem vegetal foi $cv_{\text{CON-GA}} = 11\%$. Dentre as amostras de forrageiras a análise com maior cv foi EE (cv = 26,3%) e a análise com menor cv foi MS (cv = 0,8%). Para as amostras de ingredientes de origem vegetal o menor cv foi para a análise de MS (cv = 0,6%) e o maior cv foi para a análise de FDN (cv = 20,1%).

Análises do grupo B (Figura 10): Observa-se que a média dos coeficientes de variação para as análises do grupo A das amostras de forrageiras foi $cv_{\text{FORR-GB}} = 18,7\%$, E para as amostras de ingredientes de origem vegetal s foi $cv_{\text{CON-GB}} = 19,2\%$. Dentre as amostras de forrageiras a análise com maior cv foi Na (cv = 44,9%) e a análise com menor cv foi K (cv = 11,9%). Para as amostras de ingredientes de origem vegetal o menor cv foi para a análise de P (cv = 9,5%) e o maior cv foi para a análise de Na (cv = 52,8%).

Análises do grupo C (Figura 11): Observa-se que a média dos coeficientes de variação para as análises do grupo A das amostras de forrageiras foi $cv_{\text{FORR-GC}} = 24,2\%$, E para as amostras de ingredientes de origem vegetal foi $cv_{\text{CON-GC}} = 37,6\%$. Dentre as amostras de forrageiras a análise com maior cv foi NIDA (cv = 44,2%) e a análise com menor cv foi DIVMS (cv = 7,1%). Para as amostras de ingredientes de origem vegetal o menor cv foi para a análise de DIVMS (cv = 5%) e o maior cv foi para a análise de NIDA (cv = 60,6%).

Figura 9. Valores dos coeficientes de variação para as análises do grupo “A” das amostras de forrageiras e ingredientes de origem vegetal.

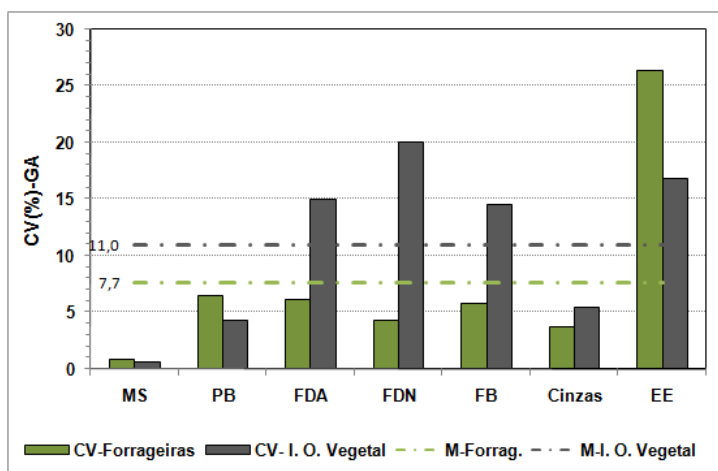


Figura 10. Valores dos coeficientes de variação para as análises do grupo “B” das amostras de forrageiras e ingredientes de origem vegetal.

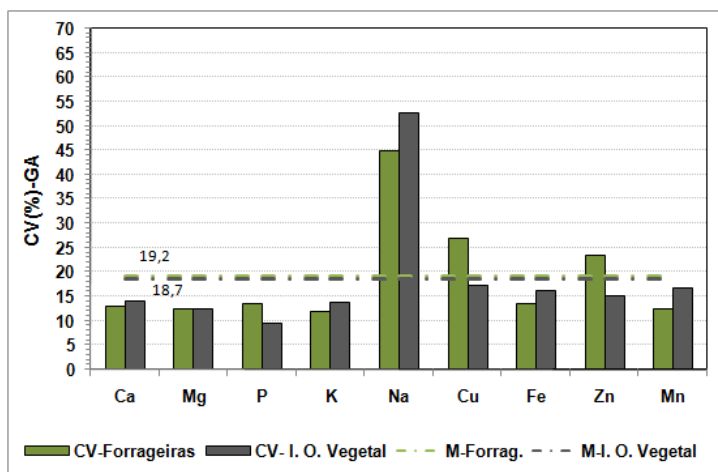
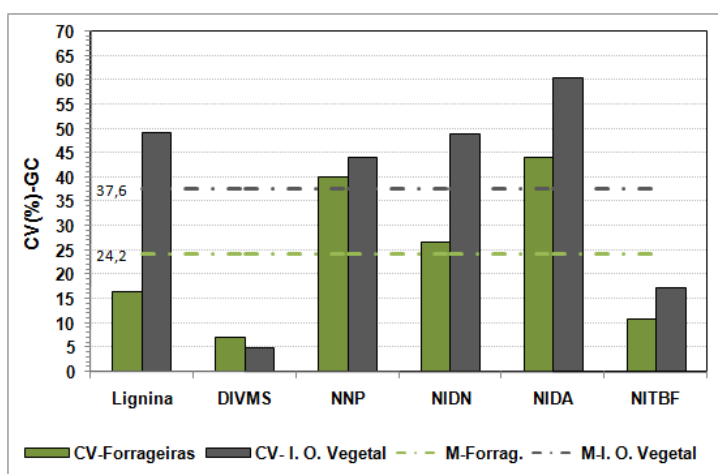


Figura 11. Valores dos coeficientes de variação para as análises do grupo “C” das amostras de forrageiras.

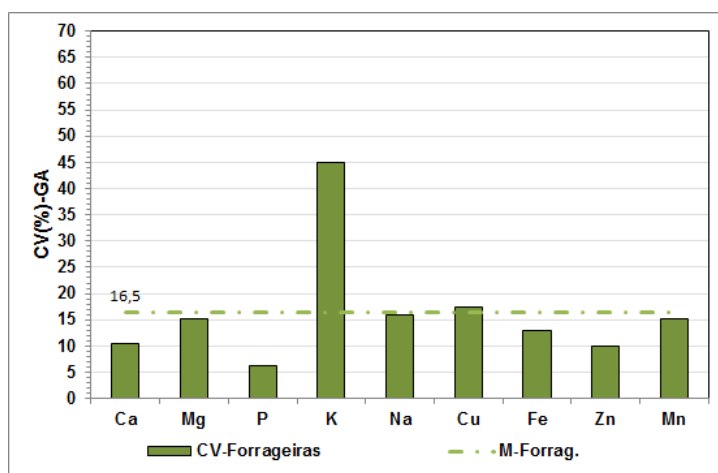


- Amostras de suplementos minerais

Na Figura 12 são informados os valores dos coeficientes de variação para as análises do grupo “B”. Observa-se que a média dos coeficientes de variação foi $CV_{SM-GB} = 18,8\%$.

A análise do GB que apresentou a menor variabilidade interlaboratorial, considerando todas as amostras, foi a fósforo com cv médio de 6,3%. A análise que apresentou o maior cv foi potássio (cv = 45%).

Figura 12. Valores dos coeficientes de variação para as análises do grupo “B” das amostras de suplemento mineral.



5.4. Avaliação de desempenho dos laboratórios participantes

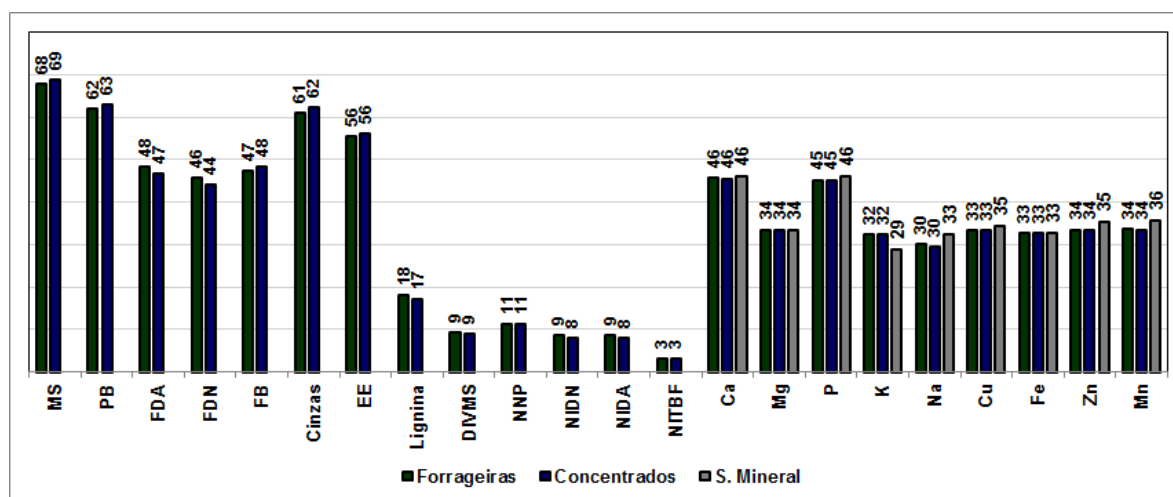
O desempenho dos laboratórios participantes foi realizado empregando a fórmula 1, a qual define o conceito para cada ensaio (satisfatório, questionável ou insatisfatório), e empregando a formula 2 que relaciona a quantidade de determinações com conceitos questionável e/ou insatisfatório com a quantidade de ensaios realizados (NE).

A partir da quantidade de resultados com desempenho satisfatório, para cada grupo de ensaios (GA, GB e GB) é calculado o índice de desempenho (ID), como porcentagem, para cada item de ensaio (amostra). Ao final de cada rodada é enviada aos participantes uma planilha em Excel® com informações sobre o conceito atribuído para cada ensaio e laboratório e o ID para cada grupo de ensaio e itens de ensaio. Ao final das quatro rodadas é apresentado, em forma de relatório, o desempenho global de todos os laboratórios participantes do EPLNA.

No EPLNA ano 16 (2013) foram ensaiadas 12 amostras, sendo realizado um total de 7423 ensaios (3066 ensaios para as amostras de forrageiras, 3057 ensaios para as amostras de ingredientes de origem vegetal e 1300 ensaios para as amostras de

suplementos minerais). Na Figura 13 é apresentada a quantidade média de determinações realizadas para cada tipo de ensaio e amostra. Os ensaios que mais dados foram reportados pelos laboratórios participantes do ensaio de proficiência foram MS, PB e cinzas. Ressalta-se que a média de resultados considerados outliers foi de 2,5 resultados por amostra. Esses resultados foram descartados no momento de definir os valores designados.

Figura 13. Quantidade média de determinações realizadas por tipo de ensaio e amostra.



Nas Tabelas 4, 5 e 6, são apresentados os índices de desempenho obtidos pelos laboratórios considerando as amostras de forrageiras, ingredientes de origem vegetal e suplementos minerais, respectivamente para os grupos A e B e C. Os índices estão informados para cada amostra e agrupados pelo tipo da matriz, assim os responsáveis pelos laboratórios poderão observar em qual amostras ou tipo de matriz obteve menor valor de desempenho, e dessa maneira avaliar o controle interno de qualidade para corrigir eventuais fontes de erros.

Observa-se que o valor médio dos índices de desempenho, considerando todas as análises realizadas nos itens de ensaio de forrageiras e ingredientes de origem vegetal: para os ensaios do GA foi $ID_{GA} = 87,2\%$; para os ensaios do GB foi $ID_{GB} = 81,7\%$ e para os ensaios do GC foi $ID_{GC} = 80,3\%$. Para os ensaios previstos nas amostras de suplementos minerais (Tabela 7), o valor médio dos índices de desempenho foi $ID_{SM-GB} = 81\%$.

Tabela 4. Valores dos índices de desempenho dos ensaios do grupo A.

ANÁLISES DO GRUPO A											
LAB.	FORRAGEIRAS					INGREDIENTES O. VEGETAL					ID _{GA}
	16/01	16/07	16/13	16/19	ID _{GA-F}	16/03	16/09	16/15	16/21	ID _{GA-IOV}	
	ÍNDICE DE DESEMPENHO (%)										
2	100,0	66,7			83,3	100,0	83,3			91,7	87,5
3	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	71,4	92,9	96,4
4	80,0	60,0	80,0	80,0	75,0	80,0	40,0	75,0	40,0	58,8	66,9
5	100,0	83,3		100,0	94,4	83,3	83,3		83,3	83,3	88,9
6	85,7	85,7			85,7	85,7	85,7			85,7	85,7
7	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	80,0	100,0	100,0	95,0	97,5
8	83,3	100,0	85,7		89,7	100,0	100,0	83,3		94,4	92,1
10	100,0	100,0	50,0	50,0	75,0	50,0	100,0	100,0	100,0	87,5	81,3
11	100,0	100,0	100,0		100,0	100,0	100,0	100,0		100,0	100,0
12	100,0	100,0			100,0	100,0	100,0			100,0	100,0
13	100,0	100,0	100,0	83,3	95,8	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	97,9
15	66,7	66,7	66,7	66,7	66,7	66,7	33,3	66,7	100,0	66,7	66,7
16	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
18	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	85,7	100,0	100,0	96,4	98,2
19	80,0	80,0		100,0	86,7	80,0	60,0		60,0	66,7	76,7
20	100,0	100,0	100,0		100,0	100,0	100,0	100,0		100,0	100,0
21	100,0	100,0	100,0	85,7	96,4	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	98,2
22	60,0	71,4	66,7	100,0	74,5	60,0	85,7	100,0	100,0	86,4	80,5
23	85,7	85,7	100,0	85,7	89,3	85,7	85,7	85,7	85,7	85,7	87,5
24	100,0	80,0		100,0	93,3	75,0	66,7		100,0	80,6	86,9
26	80,0	80,0	100,0	100,0	90,0	100,0	60,0	60,0	40,0	65,0	77,5
27	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
28	85,7	85,7	71,4	100,0	85,7	100,0	85,7	85,7	85,7	89,3	87,5
29	85,7	85,7	83,3	100,0	88,7	71,4	85,7	50,0	66,7	68,5	78,6
32	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	80,0	100,0	100,0	100,0	95,0	97,5
33	100,0	85,7		66,7	84,1	100,0	100,0		100,0	100,0	92,1
34	50,0	83,3	66,7	100,0	75,0	83,3	83,3	100,0	83,3	87,5	81,3
36	71,4	100,0	71,4	71,4	78,6	57,1	100,0	71,4	100,0	82,1	80,4
38						100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
40	100,0	60,0	60,0	80,0	75,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	87,5
42	83,3	66,7	100,0	83,3	83,3	66,7	33,3	66,7	50,0	54,2	68,8
47	66,7	83,3	83,3	83,3	79,2	66,7	83,3	66,7	83,3	75,0	77,1
49	57,1	71,4	85,7	85,7	75,0	71,4	57,1	100,0	100,0	82,1	78,6
50	85,7	100,0	100,0	100,0	96,4	100,0	100,0	100,0	71,4	92,9	94,6
51	100,0	100,0	85,7	71,4	89,3	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	94,6
52	71,4	85,7	85,7	85,7	82,1	85,7	85,7	100,0	100,0	92,9	87,5
56	85,7	85,7	57,1	85,7	78,6	57,1	85,7	71,4	85,7	75,0	76,8
57	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
58	100,0	100,0	100,0	80,0	95,0	100,0	80,0	100,0	80,0	90,0	92,5

ANÁLISES DO GRUPO A											
LAB.	FORRAGEIRAS					INGREDIENTES O. VEGETAL					ID _{GA}
	16/01	16/04	16/07	16/10	ID _{GA-F}	16/02	16/05	16/08	16/11	ID _{GA-IOV}	
	ÍNDICE DE DESEMPENHO (%)										
61	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	80,0	100,0	100,0	100,0	95,0	97,5
64	85,7	71,4	28,6	85,7	67,9	71,4	57,1	57,1	85,7	67,9	67,9
66	85,7	100,0	71,4	100,0	89,3	100,0	100,0	85,7	85,7	92,9	91,1
67	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
68	100,0	100,0	85,7	85,7	92,9	85,7	100,0	85,7	85,7	89,3	91,1
69	50,0	100,0	0,0	100,0	62,5	50,0	100,0	100,0	100,0	87,5	75,0
70	100,0	100,0	85,7	71,4	89,3	83,3	85,7	85,7	100,0	88,7	89,0
72	100,0	100,0	100,0	83,3	95,8	100,0	100,0	100,0	83,3	95,8	95,8
74	100,0	80,0	80,0	80,0	85,0	60,0	60,0	40,0	80,0	60,0	72,5
75	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	85,7	71,4	100,0	100,0	89,3	94,6
76	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	80,0	100,0	95,0	97,5
77	85,7	85,7	71,4	85,7	82,1	71,4	85,7	42,9	71,4	67,9	75,0
78	85,7	57,1	85,7	85,7	78,6	85,7	71,4	71,4	100,0	82,1	80,4
80	57,1	85,7	85,7	71,4	75,0	71,4	42,9	71,4	71,4	64,3	69,6
81	66,7	100,0	100,0	75,0	85,4	83,3	100,0	83,3	75,0	85,4	85,4
82	100,0	100,0	100,0	28,6	82,1	100,0	100,0	100,0	28,6	82,1	82,1
84	100,0	100,0	85,7	100,0	96,4	100,0	100,0	85,7	100,0	96,4	96,4
85	100,0	85,7	85,7	100,0	92,9	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	96,4
86	100,0	100,0	100,0	85,7	96,4	100,0	85,7	100,0	85,7	92,9	94,6
88	100,0	100,0	100,0	80,0	95,0	80,0	100,0	100,0	100,0	95,0	95,0
89	85,7	100,0	100,0	100,0	96,4	100,0	71,4	85,7	71,4	82,1	89,3
90	100,0	100,0	100,0	85,7	96,4	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	98,2
92	66,7	100,0	100,0	66,7	83,3	66,7	100,0	66,7	66,7	75,0	79,2
94	80,0	100,0	80,0	60,0	80,0	100,0	100,0	80,0	60,0	85,0	82,5
95	100,0				100,0	100,0				100,0	100,0
97	85,7	85,7	85,7	100,0	89,3	85,7	71,4	85,7	100,0	85,7	87,5
98	60,0	80,0	60,0	100,0	75,0	60,0	40,0	80,0	100,0	70,0	72,5
99	100,0	0,0	100,0	100,0	75,0	100,0	0,0	100,0	100,0	75,0	75,0
100	0,0	100,0	100,0	100,0	75,0	50,0	100,0	100,0	100,0	87,5	81,3
101	80,0	100,0	100,0	100,0	95,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	97,5
102	85,7	85,7	100,0	85,7	89,3	100,0	100,0	100,0	85,7	96,4	92,9
103	60,0	57,1	100,0	71,4	72,1	60,0	57,1	83,3	57,1	64,4	68,3
104	100,0	100,0	85,7	85,7	92,9	85,7	100,0	85,7	57,1	82,1	87,5
106			83,3	100,0	91,7			66,7	100,0	83,3	87,5
107				100,0	100,0				100,0	100,0	100,0
Média	87,11	88,96	86,88	88,16	87,8	86,42	84,92	87,78	87,13	86,5	87,2

Tabela 5. Valores dos índices de desempenho dos ensaios do grupo B.

ANÁLISES DO GRUPO B											
LAB.	FORRAGEIRAS					INGREDIENTES O. VEGETAL					ID _{GB}
	16/01	16/04	16/07	16/10	ID _{GB-F}	16/02	16/05	16/08	16/11	ID _{GB-IOV}	
	ÍNDICE DE DESEMPENHO (%)										
3	100,0	100,0	88,9	77,8	91,7	77,8	88,9	100,0	88,9	88,9	90,3
4	88,9	66,7	77,8	88,9	80,6	100,0	66,7	100,0	88,9	88,9	84,7
5		100,0		100,0	100,0		100,0		100,0	100,0	100,0
7	100,0	100,0	77,8	88,9	91,7	88,9	88,9	100,0	77,8	88,9	90,3
11	100,0	100,0	50,0		83,3	100,0	100,0	100,0		100,0	91,7
12	100,0	83,3			91,7	83,3	83,3			83,3	87,5
13	77,8	66,7	100,0	33,3	69,4	55,6	77,8	100,0	44,4	69,4	69,4
15	87,5	100,0	100,0	75,0	90,6	75,0	75,0	75,0	87,5	78,1	84,4
18	100,0	100,0	100,0	87,5	96,9	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	98,4
20	66,7	87,5	66,7		73,6	77,8	75,0	88,9		80,6	77,1
21	100,0		85,7		92,9	100,0		100,0		100,0	96,4
22	77,8	100,0	88,9	100,0	91,7	88,9	88,9	100,0	100,0	94,4	93,1
23	100,0	100,0	100,0	88,9	97,2	100,0	88,9	100,0	100,0	97,2	97,2
24	55,6	88,9		66,7	70,4	55,6	88,9		88,9	77,8	74,1
27	87,5	87,5	75,0	87,5	84,4	87,5	75,0	87,5	87,5	84,4	84,4
29	77,8	66,7	77,8	33,3	63,9	77,8	77,8	66,7	33,3	63,9	63,9
33	77,8	100,0		100,0	92,6	100,0	88,9		100,0	96,3	94,4
36	55,6	66,7	66,7	77,8	66,7	77,8	88,9	55,6	100,0	80,6	73,6
40	50,0	50,0	50,0	50,0	50,0	100,0	50,0	100,0	50,0	75,0	62,5
42	77,8	66,7	44,4	88,9	69,4	66,7	66,7	77,8	88,9	75,0	72,2
50	88,9	100,0	100,0	100,0	97,2	88,9	100,0	100,0	100,0	97,2	97,2
51	66,7	100,0	77,8	88,9	83,3	55,6	88,9	88,9	100,0	83,3	83,3
52	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	88,9	88,9	100,0	100,0	94,4	97,2
56	66,7	88,9	77,8	88,9	80,6	77,8	88,9	77,8	77,8	80,6	80,6
57	88,9	88,9	100,0	100,0	94,4	77,8	88,9	100,0	88,9	88,9	91,7
58	50,0	100,0	100,0	100,0	87,5	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	93,8
66	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
68	44,4	77,8	44,4	44,4	52,8	33,3	88,9	88,9	55,6	66,7	59,7
74	100,0	50,0	50,0	50,0	62,5	50,0	50,0	50,0	0,0	37,5	50,0
75	88,9	100,0	100,0	88,9	94,4	88,9	100,0	100,0	100,0	97,2	95,8
76	100,0	50,0	100,0	100,0	87,5	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	93,8
77	66,7	55,6	77,8	66,7	66,7	66,7	44,4	55,6	77,8	61,1	63,9
78	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
79	100,0	85,7	100,0		95,2	100,0	85,7	71,4		85,7	90,5
80	88,9	100,0	100,0	100,0	97,2	77,8	100,0	100,0	100,0	94,4	95,8
82	100,0	100,0	50,0	0,0	62,5	100,0	100,0	50,0	0,0	62,5	62,5
83	87,5	50,0			68,8	87,5	87,5			87,5	78,1
86	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	88,9	100,0	100,0	97,2	98,6
89	77,8	88,9	88,9	88,9	86,1	77,8	77,8	88,9	77,8	80,6	83,3
90	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	50,0	100,0	100,0	100,0	87,5	93,8
92	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	88,9	100,0	88,9	100,0	94,4	97,2
94	100,0	50,0	100,0	100,0	87,5	100,0	50,0	100,0	50,0	75,0	81,3
95	0,0				0,0	0,0				0,0	0,0
97	55,6	62,5	75,0	37,5	57,6	66,7	62,5	87,5	75,0	72,9	65,3

ANÁLISES DO GRUPO B											
LAB.	FORRAGEIRAS					INGREDIENTES O. VEGETAL					ID _{GB}
	16/01	16/04	16/07	16/10	ID _{GB-F}	16/02	16/05	16/08	16/11	ID _{GB-IOV}	
	ÍNDICE DE DESEMPENHO (%)										
98	22,2	88,9	55,6	66,7	58,3	33,3	33,3	44,4	55,6	41,7	50,0
99	100,0	75,0	100,0	100,0	93,8	100,0	100,0	71,4	71,4	85,7	89,7
100	44,4	77,8	88,9	88,9	75,0	44,4	77,8	100,0	88,9	77,8	76,4
101	50,0	50,0	50,0	50,0	50,0	50,0	50,0	100,0	100,0	75,0	62,5
102	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
103	66,7	22,2	100,0	44,4	58,3	55,6	37,5	100,0	33,3	56,6	57,5
105	55,6	44,4	66,7	55,6		11,1	44,4	66,7	44,4		48,6
107				100,0	100,0				100,0	100,0	100,0
Média	79.81	82.39	83.39	80.09	81.4	77.67	81.71	88.48	80.72	82.0	81.7

Tabela 6. Valores dos índices de desempenho dos ensaios do grupo C.

ANÁLISES DO GRUPO C											
LAB.	FORRAGEIRAS					INGREDIENTES O. VEGETAL					ID _{GC}
	16/01	16/04	16/07	16/10	ID _{GC-F}	16/02	16/05	16/08	16/11	ID _{GC-IOV}	
	ÍNDICE DE DESEMPENHO (%)										
2	100,0	0,0			50,0	100,0	100,0			100,0	75,0
5				100,0	100,0				100,0	100,0	100,0
8	100,0	100,0	100,0		100,0	100,0	66,7	100,0		88,9	94,4
11	100,0	100,0	100,0		100,0	100,0	66,7	100,0		88,9	94,4
13	100,0	100,0			100,0	0,0	100,0			50,0	75,0
18	50,0	100,0	100,0	100,0	87,5	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	93,8
20	0,0		100,0		50,0	100,0		100,0		100,0	75,0
21	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	75,0	100,0	93,8	96,9
22	100,0	83,3	83,3	83,3	87,5	83,3	66,7	83,3	83,3	79,2	83,3
23	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
24	100,0	100,0		0,0	66,7						66,7
28	100,0			100,0	100,0	0,0			100,0	50,0	75,0
29	80,0	83,3	66,7	100,0	82,5	40,0	100,0	100,0	83,3	80,8	81,7
32	100,0	100,0	50,0	100,0	87,5	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	93,8
33	100,0	100,0		50,0	83,3	100,0	50,0		0,0	50,0	66,7
34		33,3	100,0	100,0	77,8		100,0	100,0		100,0	86,7
36	80,0	60,0	80,0	100,0	80,0	100,0	100,0	60,0	100,0	90,0	85,0
42	100,0	0,0	100,0	100,0	75,0	100,0	100,0	0,0	100,0	75,0	75,0
47	50,0	50,0	50,0	50,0	50,0	100,0	100,0	50,0	100,0	87,5	68,8
52	50,0	33,3	50,0	100,0	58,3	0,0	100,0	50,0	100,0	62,5	60,4
67	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	0,0	75,0	87,5
68	100,0	100,0	100,0	0,0	75,0	100,0	0,0	0,0	100,0	50,0	62,5
70		100,0	100,0	100,0	100,0		100,0	0,0	100,0	66,7	83,3
72	0,0	100,0	100,0	100,0	75,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	87,5
81	80,0	83,3	100,0	100,0	90,8	80,0	80,0	80,0	100,0	85,0	87,9

ANÁLISES DO GRUPO C											
LAB.	FORRAGEIRAS					INGREDIENTES O. VEGETAL					ID _{GC}
	16/01	16/04	16/07	16/10	ID _{GC-F}	16/02	16/05	16/08	16/11	ID _{GC-IOV}	
	ÍNDICE DE DESEMPENHO (%)										
82	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
85	100,0	100,0	0,0	0,0	50,0	100,0	75,0	100,0	100,0	93,8	71,9
86	100,0	100,0	100,0	0,0	75,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	87,5
89	50,0	50,0	50,0	0,0	37,5	100,0	100,0	50,0	50,0	75,0	56,3
103			0,0	0,0	0,0			0,0	0,0	0,0	0,0
Média	82.31	79.87	80.42	71.33	78.5	84.13	88.20	72.85	83.33	82.2	80.3

Tabela 7. Valores dos índices de desempenho dos ensaios do grupo B das amostras de suplementos minerais.

ANÁLISES DO GRUPO B					
LAB.	SUPLEMENTOS MINERAIS				
	16/03	16/06	16/09	16/12	ID _{GB-SM}
	ÍNDICE DE DESEMPENHO (%)				
3	100,0	77,8	77,8	88,9	86,1
4	100,0	77,8	88,9	88,9	88,9
7	88,9	100,0	100,0	88,9	94,4
10	100,0	71,4	71,4	71,4	78,6
11	100,0	0,0	100,0		66,7
12	100,0	80,0			90,0
13	66,7	66,7	37,5	11,1	45,5
15	75,0	87,5	87,5	100,0	87,5
20	100,0	87,5	77,8		88,4
21	77,8	85,7	100,0	85,7	87,3
22	77,8	77,8	77,8	66,7	75,0
23	100,0	100,0	66,7	66,7	83,3
24	66,7	100,0		88,9	85,2
29	55,6	55,6	77,8	88,9	69,4
33	22,2	88,9		88,9	66,7
36	77,8	100,0	88,9	77,8	86,1
40	50,0	100,0	50,0	100,0	75,0
42	22,2	11,1	55,6	55,6	36,1
50	100,0	77,8	100,0	100,0	94,4
51	88,9	88,9	100,0	87,5	91,3
52	88,9	100,0	100,0	100,0	97,2
56	100,0	100,0	88,9	100,0	97,2
57	100,0	100,0	88,9	100,0	97,2
58	50,0	100,0	100,0	100,0	87,5
62	100,0	100,0	100,0	75,0	93,8
66	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
68	66,7	66,7	44,4	88,9	66,7

ANÁLISES DO GRUPO B					
LAB.	SUPLEMENTOS MINERAIS				
	16/03	16/06	16/09	16/12	ID _{GB-SM}
	ÍNDICE DE DESEMPENHO (%)				
74	100,0	0,0	100,0	100,0	75,0
75	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
76	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
77	88,9	66,7	66,7	77,8	75,0
78	100,0	100,0	50,0	100,0	87,5
79	100,0	100,0	85,7		95,2
80	77,8	88,9	77,8	100,0	86,1
82	50,0	50,0	100,0	0,0	50,0
83	87,5	75,0			81,3
84	100,0	62,5	71,4	100,0	83,5
86	100,0	88,9	88,9	100,0	94,4
89	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
90	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
92	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
94	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
95	100,0				100,0
97	44,4	50,0	87,5	62,5	61,1
98	11,1	44,4	55,6	33,3	36,1
99	80,0	80,0	62,5	87,5	77,5
100	33,3	77,8	88,9	100,0	75,0
101	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
102	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
103	44,4	37,5	25,0	22,2	32,3
105	33,3	0,0	11,1	33,3	19,4
107				100,0	100,0
Média	80,90	78,45	81,54	83,40	81,0

6. Referencias Bibliográficas

- 1.[ABNT] Associação Brasileira de Normas Técnicas. ABNT ISO / IEC 17025. Requisitos Gerais para a Competência de Laboratórios de Ensaios e Calibração. Rio de Janeiro, 2001.
2. Lawn, R.E.; Thompson, M.; Walker, R.F.; Proficiency Testing in Analytical Chemistry. The Royal Society of Chemistry, 1997, p110.

3. ISO/IEC 17043:2010, Conformity assessment: General requirements for proficiency testing.
4. Protocolo Internacional Harmonizado para Ensaio de Proficiência em Laboratórios Analíticos (Químicos).
5. Thompson, M.; Ellison, S.L.R.; Wood, R.; The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories. Pure Appl. Chem., v.78, n.1, p.145–196, 2006.
6. 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.
7. 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

Dr. Gilberto Batista de Souza
Coordenador do EPLNA

Anexo 1

