

Ensaio de Proficiência para Laboratórios de Nutrição Animal - EPLNA

ANO 17 - 2014

Gilberto Batista de Souza
EMBRAPA Pecuária Sudeste
gilberto.souza@embrapa.br



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

Aparecida L. Silvestre

Edilson da Silva Guimarães

Gilberto Batista de Souza

Cristina M. C. Picchi



ABNT ISO/IEC GUIA 17043:2010

ENSAIO DE PROFICIÊNCIA EM LABORATÓRIOS ANALÍTICOS



**MÉTODOS PARA VERIFICAR O DESEMPENHO DE LABORATÓRIOS NA REALIZAÇÃO
DE ENSAIOS, POR MEIO DE COMPARAÇÕES INTERLABORATORIAIS**

ABNT ISO/IEC GUIA 17043:2010

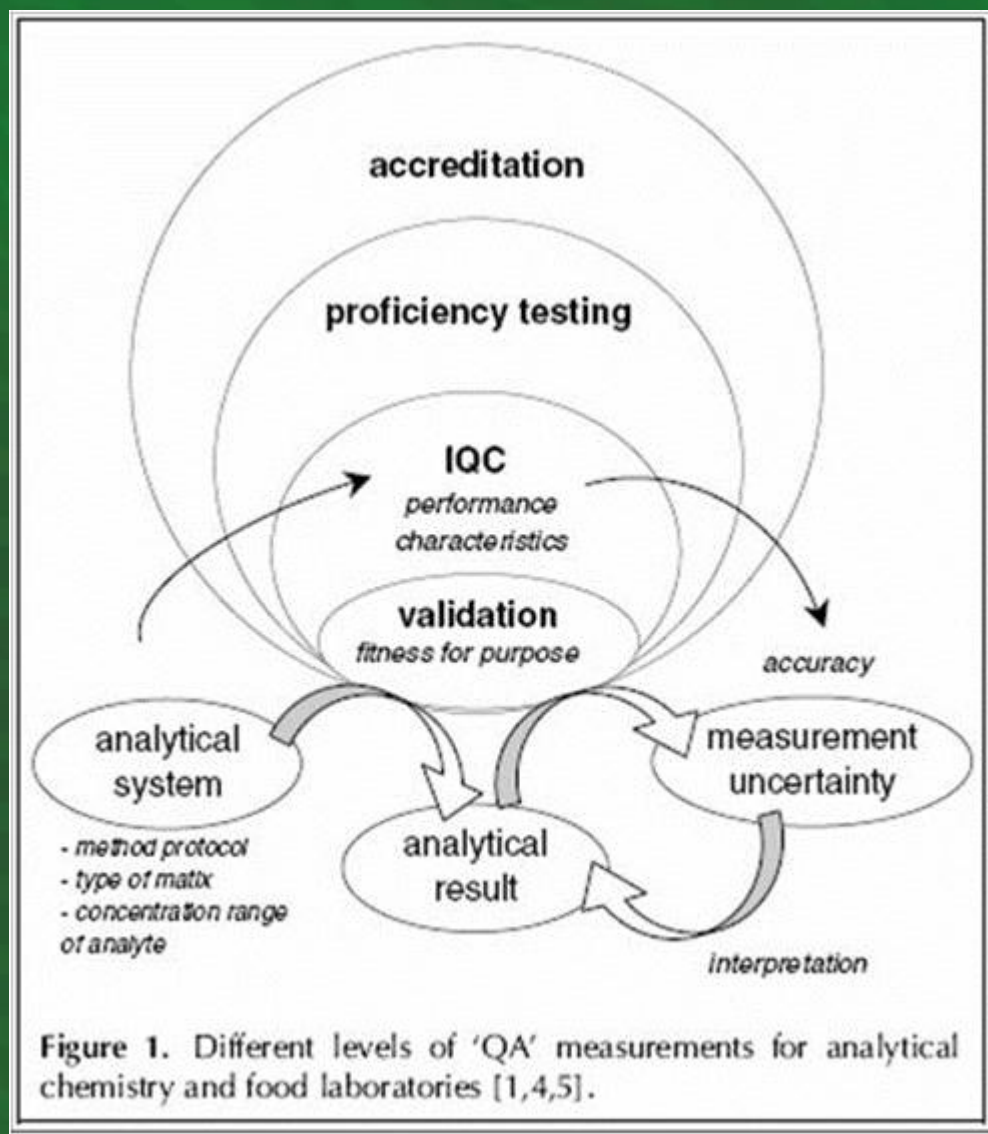
Ensaio de Proficiência (EP)

Ensaio de comparações interlaboratoriais são conduzidos não somente para avaliar o desempenho de laboratórios, mas também para validar métodos de análises e colaborar na caracterização materiais candidatos a materiais de referência.

Objetivo geral do EP

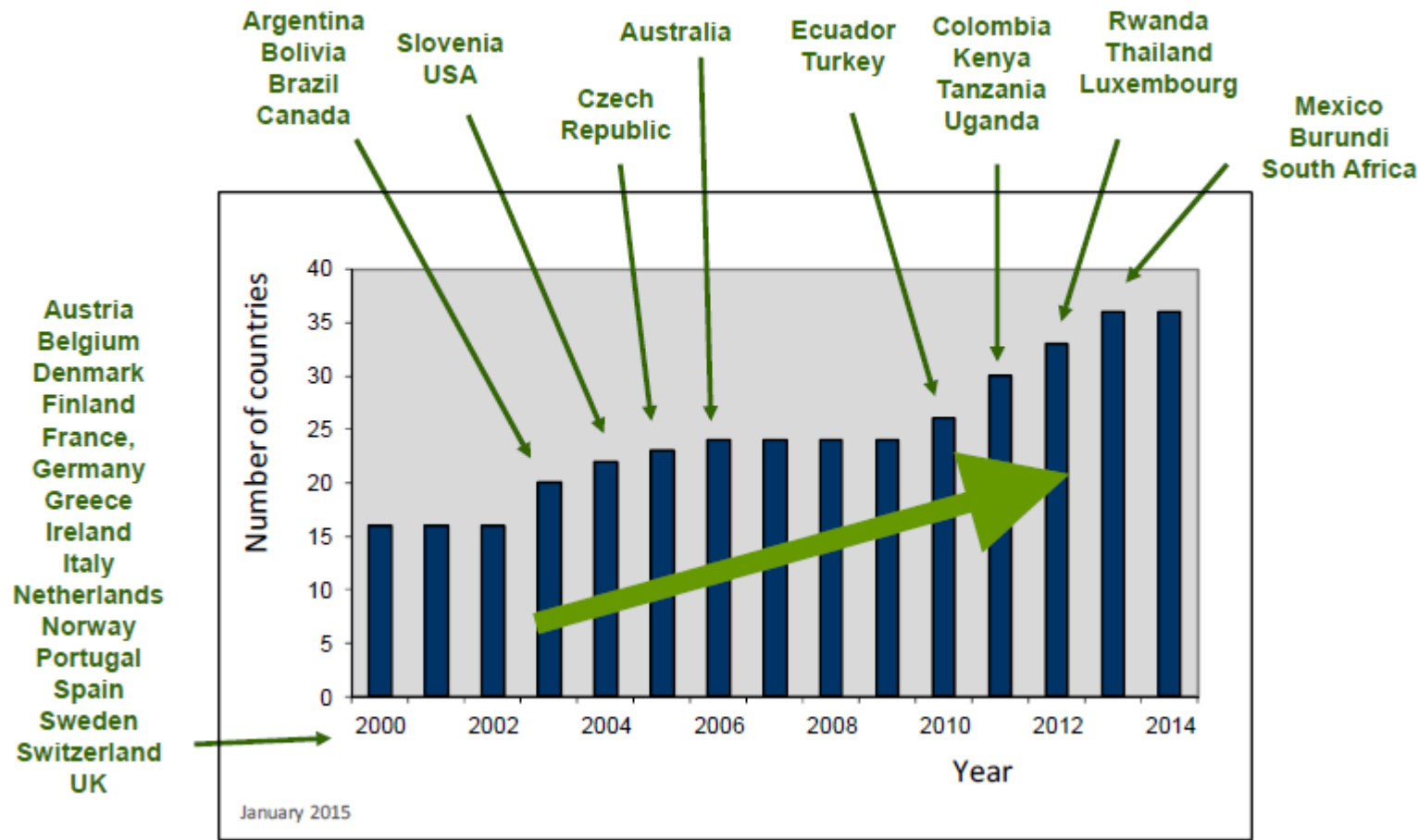
É o estímulo ao bom desempenho dos participantes, proporcionando a disponibilidade de meios objetivos para que o responsável pelo laboratório possa avaliar e demonstrar a confiabilidade dos dados que produz

Por que participar de Ensaio de Proficiência?



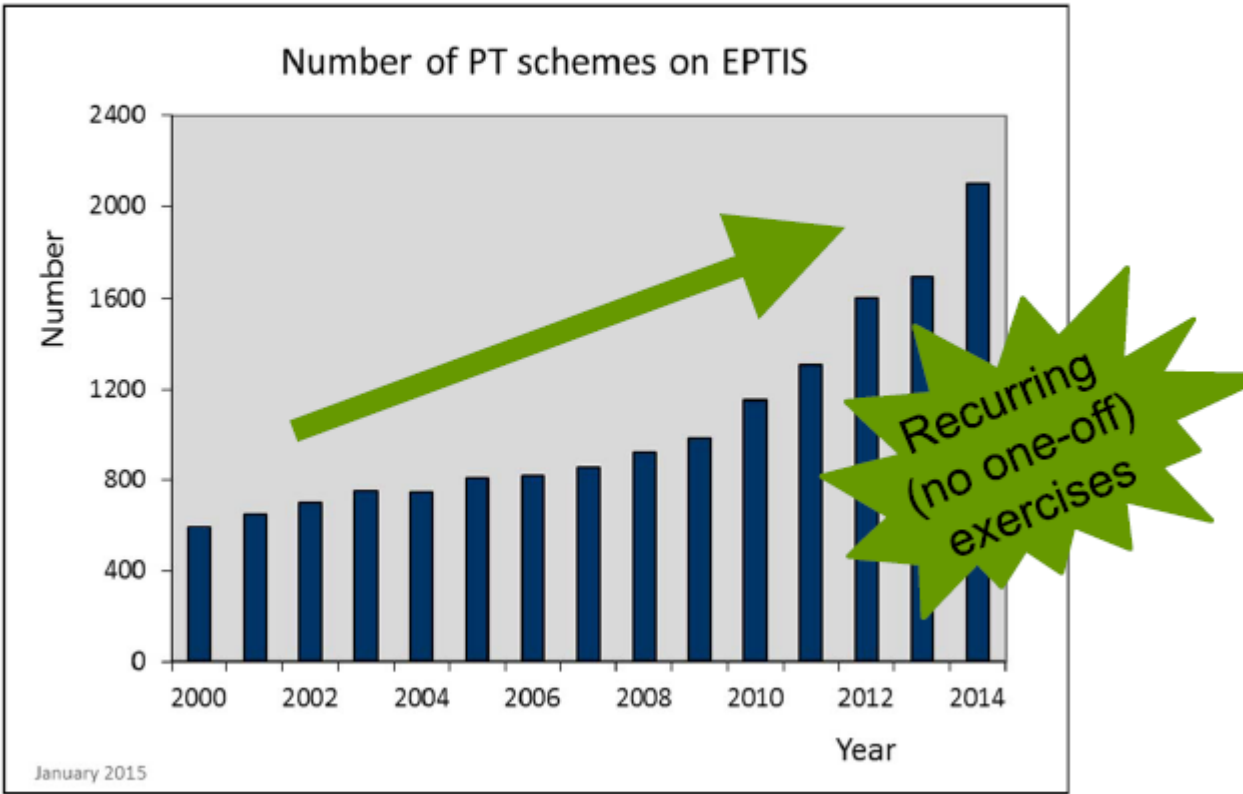
EPTIS – Base de dados Europeia sobre provedores de Ensaios de Proficiência

Growth: participating countries



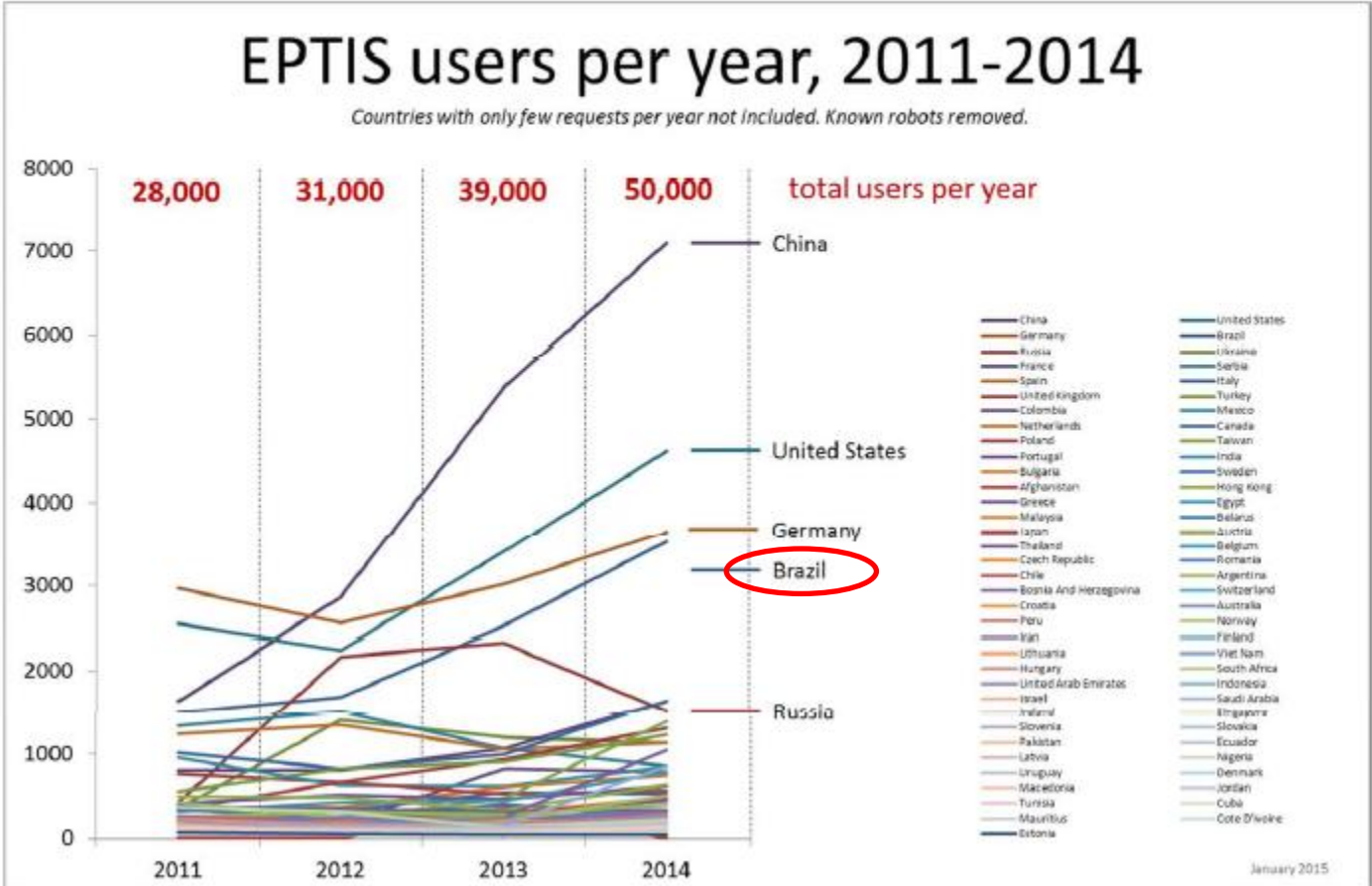
EPTIS – Base de dados Europeia sobre provedores de Ensaios de Proficiência

Growth: number of schemes on EPTIS



EPTIS – Base de dados Europeia sobre provedores de Ensaios de Proficiência

Growth: our users



A PARTICIPAÇÃO EM ENSAIO DE PROFICIÊNCIA TRAZ COMO BENEFÍCIOS

- ✓ avaliação do desempenho e monitoração contínua;
- ✓ evidencia de obtenção de resultados confiáveis;
- ✓ identificação de problemas relacionados com a sistemática de ensaios;
- ✓ possibilidade de tomada de ações corretivas e/ou preventivas;
- ✓ avaliação da eficiência de controles internos de qualidade;
- ✓ determinação das características de desempenho e validação de métodos e tecnologias;
- ✓ padronização das atividades frente ao mercado,
- ✓ reconhecimento de resultados de ensaios, em nível nacional e internacional,
- ✓ é um dos requisitos da norma ISO/IEC 17025:2005: **acreditação** ou **habilitação**

This EPTIS database entry

was entered/updated 12 December 2011
on

Contact details of the PT provider

Table of contact details

Provider	Contact person
EMBRAPA Pecuária Sudeste Rodovia Washington Luiz, km 234 São Carlos 13560-970 Brazil <i>Tel.:</i> +55-16-3411-5600 <i>Fax:</i> +55-16-3361-5754 <i>Web:</i> http://www.cppse.embrapa.br	Gilberto Batista de Souza <i>Tel.:</i> +55-16-3411-5671 <i>Fax:</i> +55-16-3361-5754 <i>Email:</i> gilberto@cppse.embrapa.br

Product groups and testing fields

<i>Product groups</i>	Agriculture Food and drink Plants
<i>Testing fields</i>	Analytical chemistry

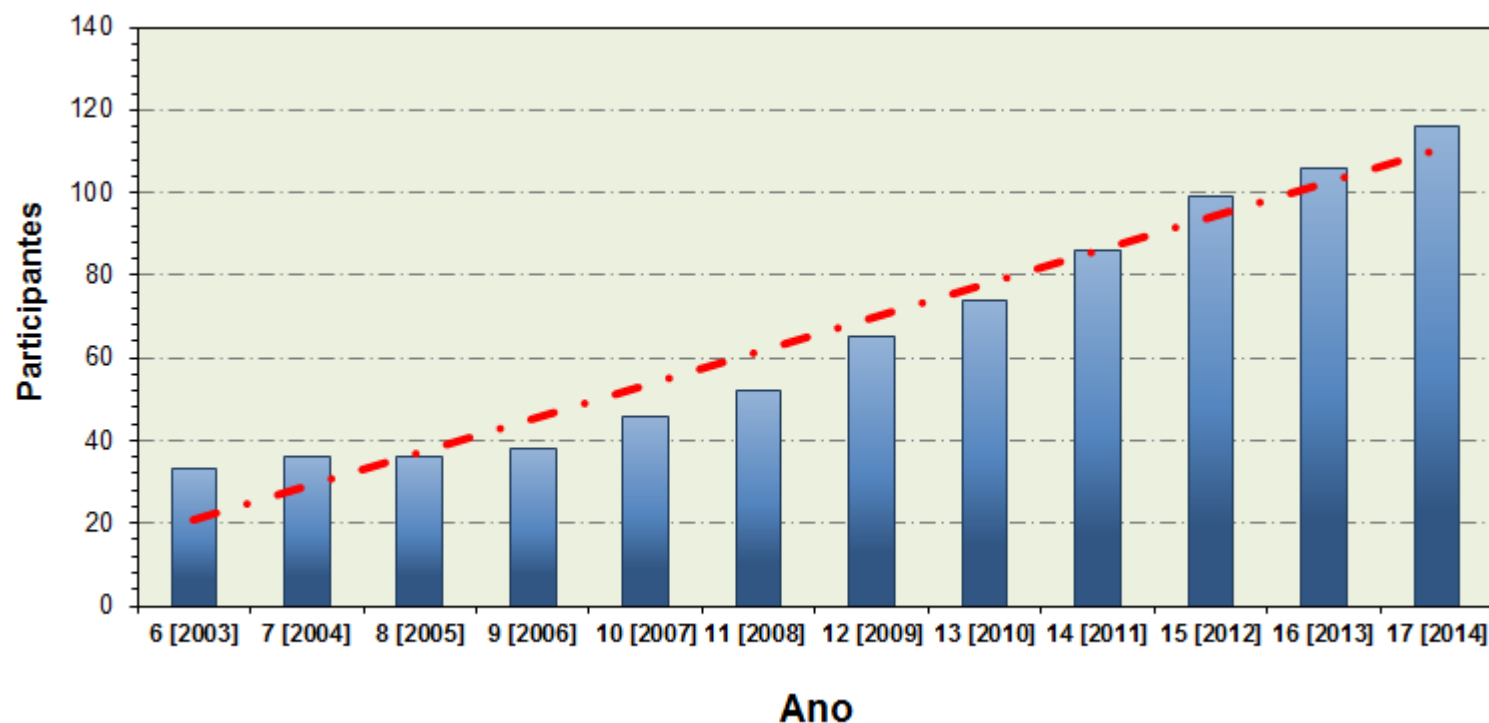
Test items, tested properties and testing methods*Table of test items, tested properties and testing methods*

Test item	Tested property	Testing method
Animal feeds	Dry matter	Gravimetry
Animal feeds	Crude fibre	Digestion, acid / basic
Animal feeds	Crude protein	Kjeldahl
Animal feeds	Nutrients, micro	Routine methods of participants
Animal feeds	Lignin (acid detergent lignin)	Van Soest system
Animal feeds	Dry matter in vitro digestibility	Digestion, pepsine
Animal feeds	Protein fractions	Licitra et al, 1996
Animal feeds	Nutrients, macro	Routine methods of participants
Animal feeds	Crude ash	Gravimetry
Animal feeds	Ether extract	Extraction with ether
Animal feeds	Neutral Detergent Fibre (NDF)	Van Soest system
Animal feeds	Acid Detergent Fibre (ADF)	Van Soest system
Mineral supplement	Nutrients, micro	Routine methods of participants
Mineral supplement	Nutrients, macro	Routine methods of participants

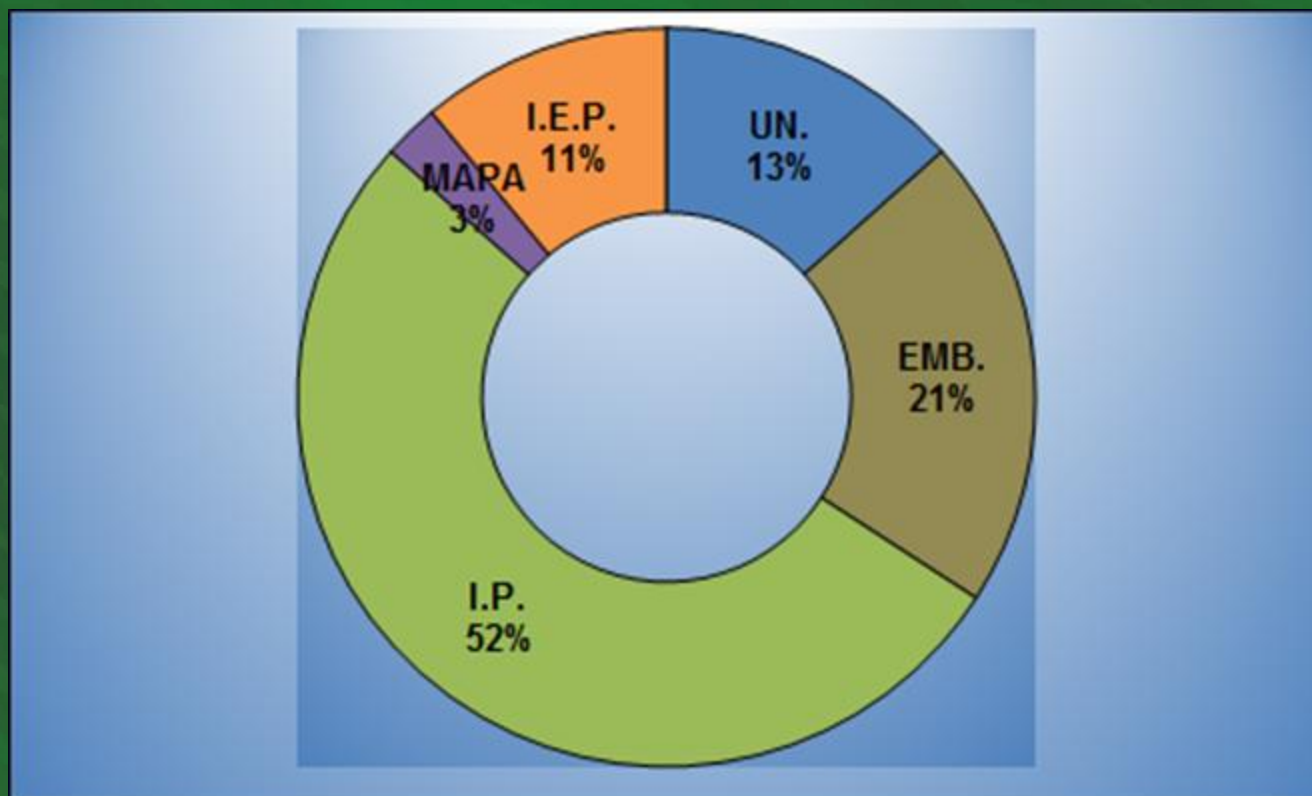
Ensaio de Proficiência para Laboratórios de Nutrição Animal

EPLNA

<http://eplna.cppse.embrapa.br>



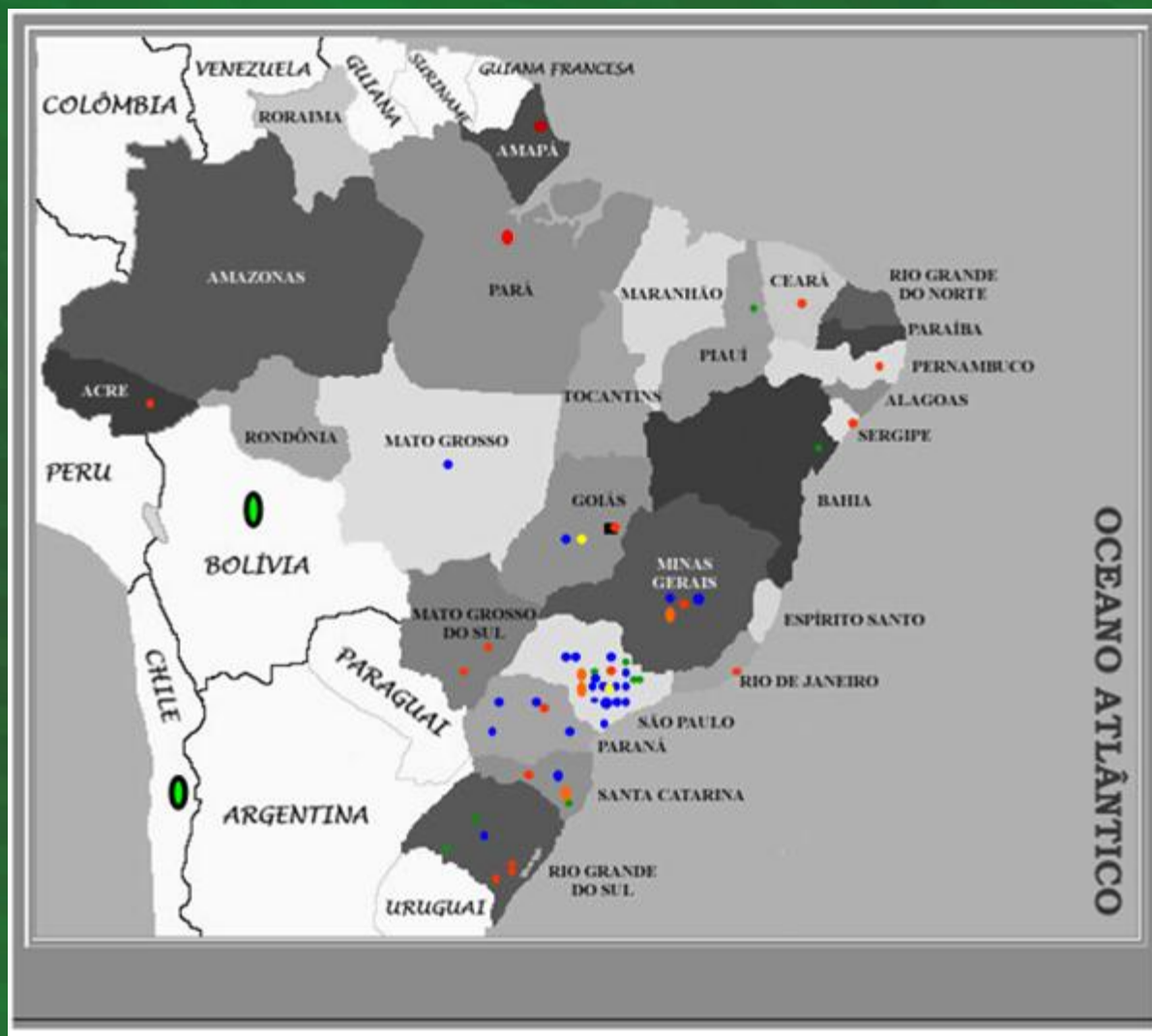
PERFIL DOS PARTICIPANTES DO EPLNA – ANO 17 - 2014



16 ANO = 2013



Participantes: 107 laboratórios



PARTICIPANTES DO EPLNA – ANO 17 - 2014

A3Q Laboratórios Ltda
Ad'oro S/A
Agroceres Multimix Nutrição Animal Ltda
Arasolo Análises Ltda
Boviplan Consultoria Agropecuária Ltda.
BRNova Sistemas Nutricionais S/A
CAMDA (Cooperativa Agrícola Mista de Adamantina
CBO – Assessoria e Análises
CCQA/ ITAL
Centralmyx Ind. Com. e Rep. LTDA
Centro Nacional de Pesquisa de Agroenergia – CNPAE
Com.Ind.Matsuda Imp.Exp.LDTA
COMIGO - Coop. Agroind. Dos Prod. Rurais. Do Sudoeste Goiano /
Laboratório Industrial
Companhia Nacional de Nutrição Animal - (Connan)
Cooperativa Agroindustrial Lar
Dalcin Serviços Agropecuários Ltda
Embrapa Acre

PARTICIPANTES DO EPLNA – ANO 17 - 2014

EMBRAPA – Centro Nacional de Pesquisa de Milho e Sorgo

Embrapa Agroindústria de Alimentos

Embrapa Agropecuária Oeste -CPAO

Embrapa Amapá / Laboratório de Nutrição Animal

Embrapa Amazônia Oriental

Embrapa Caprinos

Embrapa Cerrados

Embrapa Clima Temperado / Estação Terras Baixas

Embrapa Clima Temperado

Lab. Ciência e Tecnologia de Alimentos

Embrapa Gado de Leite

Embrapa Meio-Norte

Embrapa Pantanal

Embrapa Pecuária Sudeste

Embrapa Pecuária Sul

Embrapa Semi-Árido

Embrapa Soja

Embrapa Suínos e Aves

Embrapa Tabuleiros Costeiros

PARTICIPANTES DO EPLNA – ANO 17 - 2014

EMPARN – Empresa de Pesquisa Agropecuária do Rio Grande do Norte S/A

Empresa de Pesquisa Agropecuária de Minas Gerais - EPAMIG

EPAGRI - Estação Exp. Lages

Faculdade de Med.Veter.Zootecnia - USP

Faculdade de Zootecnia e Eng. de Alimentos da Univers. de São Paulo

FAZU – Faculdades Associadas de Uberaba

FIDENE/ UNIJUÍ

FMVZ – UNESP, Departamento de melhoramento e nutrição animal

FORNAZARI & FORNASARI LTDA - ME

FORNAZARI & FORNASARI LTDA - Mehenriquer

Fundação ABC

Fundación CETABOL

Gasparim Nutrição Animal Ltda

Hidrocepe Serviços de Qualidade Ltda

IAPAR/Londrina

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares-CNEN-SP

INSTITUTO DE ZOOTECNIA

INVIVO NUTRIÇÃO E SAÚDE ANIMAL LTDA

JBS Aves Brasil Ltda

Laboratorio de Nutrición Animal y Medio Ambiente/ Instituto de Investigaciones Agropecuaria (INIA)- Remehue

Laboratório Exata

Laboratório nacional Agropecuário em Goiás - MAPA / Lanagro/ GO

LABORATÓRIO PLANTE CERTO LTDA

LABTEC Laboratório de Análises Químicas Ltda

Matsuda Minas Com. e Ind. Ltda.

Mercolab Laboratórios Ltda

Mina Mercantil Industrial e Agrícola Ltda

Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento - MAPA - LANAGRO-SP

Moinho Primor S/A - Labprimor

Nutreco Brasil Nutrição Animal Ltda

Nutreco Brasil Nutrição Animal Ltda

Nutrifarma - Nutrição e Saúde Animal AS

Cargill Alimentos Ltda

PARTICIPANTES DO EPLNA – ANO 17 - 2014

Poli-Nutri Alimentos S.A.

Polo Regional Alta Mogiana/Ag. Paulista de Tecnologia dos Agronegócios
Quimtia S/A

RIBERSOLO- Laboratório de análise do solo e foliar Ltda

Rodes Análises Químicas Ltda

Selecta Pet Care Ind. E Comércio Ltda

Souza Neto & Souza Ltda /Agroanálise

Tectron Imp. e Exp. de Produtos Veterinários

Ubersolo Tecnologia Agrícola Ltda

Universidade do Estado de Santa Catarina -UDESC

Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia

Universidade Estadual Paulista - UNESP campus de São José do Rio Preto

Universidade Federal de Santa Maria (UFSM)

Universidade Federal do Piauí

Vaccinar Industria e Comércio Ltda

PREPARO DOS MATERIAIS DE ENSAIO

Estufa com circulação de ar
temp. de 60°C



30% MS

± 5 kg de material seco



**FORRAGEM
FRESCA: ± 20 kg**

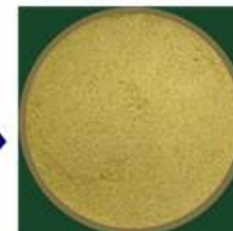


Estufa com circulação de ar
temp. de 60°C



MOINHO ULTRA CENTRÍFUGO

tamanho de partícula inferior
a 0,5 mm.



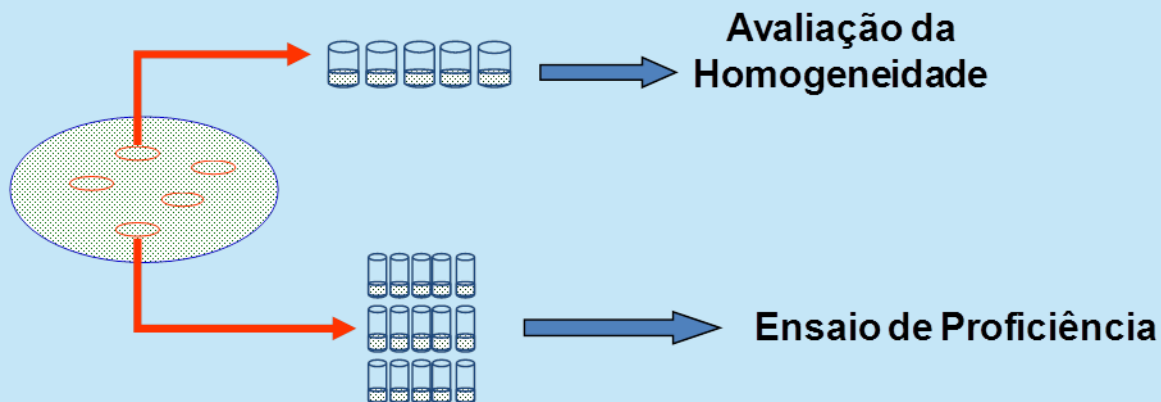
500 µm



AMOSTRAS DE SUPLEMENTOS MINERAIS: Misturas minerais

MOINHO ALMOFARIZ

tamanho de partícula inferior a 0,20 mm.



COMPOSIÇÃO DOS LOTES - EPLNA - ANO 17 / 2014

RODADAS	AMOSTRAS	IDENTIFICAÇÃO
1ª	17/01	Forrageira: <i>Panicum maximum</i> cv. Tanzânia-1
	17/02	Concentrado: Farelo de soja
	17/03	Suplemento Mineral: <i>sal gado de corte</i>
2ª	17/04	Forrageira: <i>Panicum maximum</i> cv. Mombaça
	17/05	Concentrado: Farelo de trigo
	17/06	Suplemento Mineral: <i>sal vaca seca</i>
3ª	17/07	Forrageira: <i>Paspallum Regnelli</i>
	17/08	Concentrado: Polpa cítrica
	17/09	Suplemento Mineral: <i>sal mistura anionica</i>
3ª	MRV 17	Forrageira: <i>Panicum maximum</i> cv. Tobiatã
	MRC 17	Concentrado: Farelo de glúten de milho
	MRSM 17	Suplemento Mineral: <i>Sal gado de leite</i>

TIPOS DE ENSAIOS: Forrageiras e Concentrados

Análises	UN.	Análises	UN.
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)	%

1. Não há obrigatoriedade de realizar todos os ensaios, contudo, o laboratório obriga-se a apresentar os resultados expressos **EXCLUSIVAMENTE** nas unidades citadas.
2. Todos os resultados devem estar corrigidos na matéria seca a 105°C.
3. No ensaio de Fibra em Detergente Neutro das amostras de concentrados (17/02, 17/05, 17/08 e MRC17), **APENAS** os laboratórios que utilizarem ureia e alfa-amilase na extração devem enviar resultados.

TIPOS DE ENSAIOS: Suplementos Minerais

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		

RECOMENDAÇÕES

Os resultados dessas análises deverão ser expressos no "**material como fornecido**", sem corrigir pela matéria seca.

CRONOGRAMA – EPLNA – ANO 17 - 2014

Amostras	Época de análises	Envio de resultados
17/01, 17/02 e 17/03	Maio e Junho	30/06/2014
17/04, 17/05 e 17/06	Julho e Agosto	29/08/2014
17/07, 17/08 e 17/09	Setembro e Outubro	31/10/2014
MRV17, MRC17 e MRSM17	Setembro e Outubro	31/10/2014

Envio dos resultados

<http://eplna.cppse.embrapa.br>

The screenshot shows a web browser window with the address bar displaying `eplna.cppse.embrapa.br/eplna`. The page features a banner image of laboratory equipment and the Embrapa logo with the text "Pecuária Sudeste". The user is logged in as "eplna22".

Navegação

- Página Inicial
- EPLNA**
- Digitar resultados
- Dados do Participante
- 2013
- 2012
- 2011
- 2010
- 2009
- 2008
- 2007
- 2006
- 2005

Busca neste site

Buscar por:

Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária

sexta, 04 de outubro de 2013.

A Embrapa | Página Inicial | Mapa do Site

Você está aqui: Página Inicial — EPLNA

EPLNA

^ Um nível acima

- Digitar resultados** por admin — Última modificação 09/09/2013 10:29
- Dados do Participante** por admin — Última modificação 29/03/2008 16:57
- 2013** por admin — Última modificação 23/04/2013 08:27
- 2012** por admin — Última modificação 23/04/2012 09:18
- 2011** por admin — Última modificação 05/04/2011 16:53
- 2010** por admin — Última modificação 29/03/2010 08:49
- 2009** por admin — Última modificação 11/03/2009 09:39

Envio dos resultados

<http://eplna.cppse.embrapa.br>

← → ↻ eplna.cppse.embrapa.br/eplna/eplna_digitar_resultados

GILBERTO BATISTA DE SOUZA
LOTE 3

RESULTADOS DE ANÁLISES - VOLUMOSOS E CONCENTRADOS

Amostra	GRUPO A							GRUPO C					
	MS	PB	FDA	FDN	FB	Cinzas	EE	LIG	DIVMS	NNP	NIDN	NIDA	NITBF
	% (m/m)												
7													
8													

Obs.: Utilizar ponto(.) como separador decimal.

Amostra	GRUPO B								
	Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
	g/kg (m/m)					mg/kg (m/m)			
7									
8									

Obs.: Utilizar ponto(.) como separador decimal.

RESULTADOS DE MISTURA MINERAL

Amostra	Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
	g/kg (m/m)					mg/kg (m/m)			
9									

Obs.: Utilizar ponto(.) como separador decimal.

Enviar

MS - Matéria seca a 105°C	Ca - Cálcio	g/kg
DIVMS - Digestibilidade "in vitro" da matéria seca	Mg - Magnésio	
FDA - Fibras em detergente ácido	P - Fósforo	mg/kg
FDN - Fibras em detergente neutro	K - Potássio	
PB - Proteína bruta	Na - Sódio	mg/kg
EE - Extrato etéreo	Cu - Cobre	
LIG - Lignina via ácido sulfúrico	Fe - Ferro	mg/kg
Cinzas - Cinzas	Zn - Zinco	
FB - Fibras Brutas	Mn - Manganês	
NNP - Nitrogênio Não Proteico		
NITBF - Nitrogênio Insol. em Tampão Borato-Fosfato		
NIDN - Nitrogênio Insolúvel em Detergente Neutro		
NIDA - Nitrogênio Insolúvel em Detergente Ácido		

Obs.: Os resultados das análises das amostras de Volumosos e Concentrados devem ser corrigidos pela matéria seca a 105°C.

AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO

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

x_i → RESULTADO INFORMADO PELO LABORATÓRIO PARTICIPANTE

$\bar{X}$ → MEDIANA

σ_P → DESVIO PADRÃO ROBUSTO

Intervalo Interquartílico
Normalizado

$$\text{IQN} = (Q3 - Q1) \times 0,7413$$

Teste de Hampel

$$r_i = |x_i - \bar{X}| \Rightarrow r_i \geq r_m \times 5,06$$

AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO

$|Z| \leq 2 = \text{SATISFATÓRIO (ACEITÁVEL)}$

$2 < |Z| < 3 = \text{QUESTIONÁVEL}$



$|Z| \geq 3 = \text{INSATISFATÓRIO}$



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

RESULTADOS

17/01 Forrageira: *Panicum maximum* cv. Tanzânia-1

GRUPO A															Desempenho GA			
LAB.	MS	IZ (MS)	PB	IZ (PB)	FDA	IZ (FDA)	FDN	IZ (FDN)	FB	IZ (FB)	Cinzas	IZ (Cin)	EE	IZ (EE)	LAB.	NE	N*	ID (%)
2	95,65	0,5	6,68	-0,8	46,72	1,0	78,61	1,4			10,28	0,8	1,22	-0,7	2	6	0	100,0
3	95,57	0,4	6,94	-0,4	44,99	0,3	72,67	-0,5	39,80	1,4	*10,76	2,2	1,39	-0,2	3	7	1	85,7
4	95,88	0,9	**11,58	6,8					32,30	-1,9	9,85	-0,5	1,56	0,3	4	5	1	80,0
6	96,29	1,5	*8,55	2,1	38,97	-2,0	79,40	1,6	*31,41	-2,3	*9,21	-2,4	2,17	2,0	6	7	3	57,1
7	*93,49	-2,9	7,85	1,0					35,92	-0,3	9,79	-0,7	2,13	1,9	7	5	1	80,0
8	94,50	-1,3	7,60	0,6	44,10	0,0	71,50	-0,8	33,20	-1,5	10,00	0,0	1,60	0,4	8	7	0	100,0
10	94,63	-1,1	7,87	1,0											10	2	0	100,0
11	94,89	-0,7	7,22	0,0	47,79	1,4	74,05	-0,1	37,26	0,3	10,07	0,2	1,19	-0,8	11	7	0	100,0
13	96,42	1,7	7,22	0,0	45,20	0,4	75,83	0,5	33,86	-1,2			1,62	0,4	13	6	0	100,0
15	95,80	0,8	7,94	1,1							9,65	-1,1			15	3	0	100,0
16	94,07	-2,0													16	1	0	100,0
18	94,73	-0,9	7,22	0,0	44,24	0,1	74,00	-0,1	35,99	-0,3	10,08	0,2	1,54	0,2	18	7	0	100,0
19	94,31	-1,6	7,62	0,6	46,91	1,1	73,49	-0,2			10,30	0,9			19	5	0	100,0
20	95,81	0,8	8,31	1,7	44,96	0,3					10,39	1,1			20	4	0	100,0
21	95,04	-0,4	7,65	0,7	47,06	1,1	75,49	0,4	37,62	0,4	9,77	-0,7	1,16	-0,8	21	7	0	100,0
22	96,60	2,0	6,02	-1,9	43,75	-0,1	69,86	-1,3			10,17	0,5	1,65	0,5	22	6	0	100,0
23	95,49	0,3	6,39	-1,3	40,70	-1,3	70,28	-1,2	37,96	0,6	10,44	1,3	1,70	0,7	23	7	0	100,0
74	94,64	-1,1	**10,28	4,8					32,97	-1,6	9,78	-0,7	0,74	-2,0	74	5	1	80,0
75	95,40	0,1	7,84	1,0	43,84	-0,1	76,57	0,7	35,10	-0,7	10,05	0,1	2,02	1,6	75	7	0	100,0
76	94,76	-0,9	7,40	0,3					35,50	-0,5	10,06	0,2	1,24	-0,6	76	5	0	100,0
78	95,00	-0,5	8,11	1,4	43,53	-0,2	74,88	0,2	34,97	-0,7	9,79	-0,7	1,22	-0,7	78	7	0	100,0
79			6,94	-0,4					35,96	-0,3	9,52	-1,4	2,05	1,6	79	4	0	100,0
80	94,90	-0,7	*8,90	2,6	45,14	0,4	78,44	1,3	34,66	-0,9	*10,79	2,3	2,18	2,0	80	7	2	71,4
81	95,89	0,9	7,69	0,7	40,94	-1,2	74,35	0,1			10,11	0,3	**2,56	3,1	81	6	1	83,3
82	94,22	-1,7	6,93	-0,5	47,60	1,3	76,96	0,9	37,26	0,3	9,99	-0,1	1,64	0,5	82	7	0	100,0
Valores designados															Total	390	33	
AM 17/01	MS		PB		FDA		FDN		FB		Cinzas		EE		Média			92,68
X	95,32		7,22		44,10		74,20		36,65		10,01		1,46					
σ	0,64		0,64		2,62		3,24		2,30		0,34		0,36					

RESULTADOS

17/01 Forrageira: *Panicum maximum* cv. Tanzânia-1

Parâmetros estatísticos considerando todos os resultados

	MS	PB	FDA	FDN	FB	Cinzas	EE
M	95,40	7,37	43,43	72,65	36,71	9,84	1,49
s	0,89	1,21	6,59	9,82	3,26	1,16	0,42
cv (%)	0,9	16,4	15,2	13,5	8,9	11,8	28,4
Q25	94,89	6,92	42,15	71,00	34,97	9,77	1,22
Q75	95,80	7,78	46,15	76,57	38,07	10,23	1,70
IQ	0,91	0,86	4,00	5,57	3,10	0,46	0,48
IQN	0,67	0,64	2,97	4,13	2,30	0,34	0,36
Med	95,32	7,22	44,10	74,20	36,65	10,01	1,46
N	67	64	49	46	48	58	58

Parâmetros estatísticos após a exclusão de "outliers" (Teste de Hampel)

	MS	PB	FDA	FDN	FB	Cinzas	EE
M	95,32	7,26	44,03	74,39	36,64	9,98	1,47
s	0,64	0,66	2,62	3,24	2,30	0,38	0,40
cv (%)	0,7	9,1	6,0	4,4	6,3	3,8	27,2
Q25	94,89	6,92	42,75	71,50	34,97	9,77	1,22
Q75	95,78	7,69	46,15	76,57	38,07	10,23	1,65
IQ	0,89	0,77	3,40	5,07	3,10	0,46	0,43
Med	95,32	7,22	44,10	74,62	36,65	10,02	1,45
N	66	60	47	44	46	57	57
n. outliers	1	4	2	2	2	1	1

Valores designados

AM 17/01	MS	PB	FDA	FDN	FB	Cinzas	EE
$\bar{X}$	95,32	7,22	44,10	74,20	36,65	10,01	1,46
σ	0,64	0,64	2,62	3,24	2,30	0,34	0,36

LEGENDA

M = média aritmética dos resultados

s = desvio padrão

cv % = coeficiente de variação

Q25 = primeiro quartil

Q75 = terceiro quartil

IQ = intervalo interquartílico

IQN = intervalo interquartílico normalizado

Med = mediana

N = número de determinações realizadas

nº outliers = quantidade de resultados considerados discrepantes

X = valor designado (mediana)

σ = valor alvo para o desvio padrão

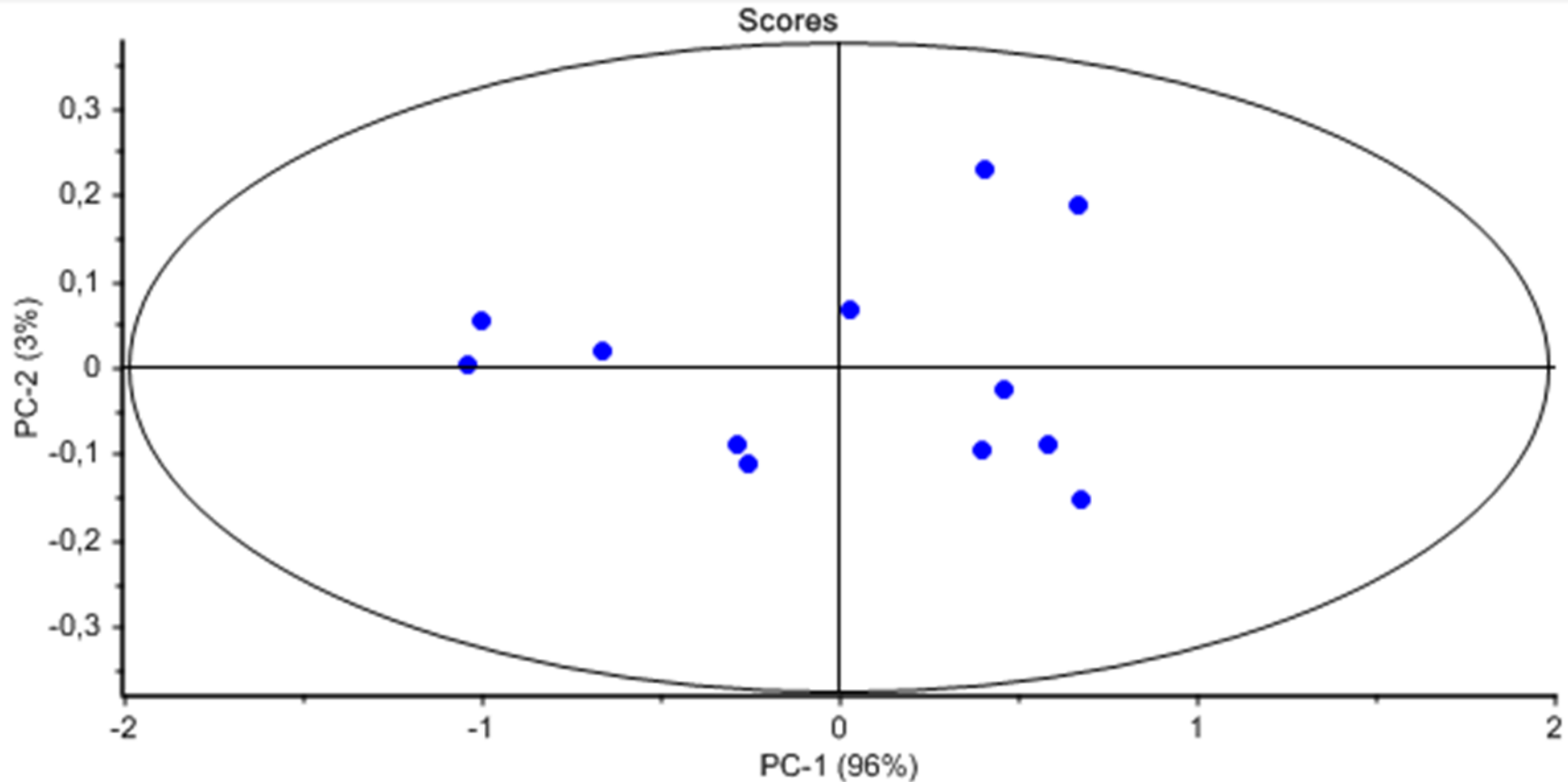
Determinação da homogeneidade dos itens de ensaio:

INTRA-FRASCO ENTRE-FRASCOS

- ✓ método de espectroscopia de infravermelho próximo (NIRS)
- ✓ marca BÜCHI modelo NIR-Flex N-500
- ✓ faixa na região espectral de 4.500 a 10.000 cm^{-1} , com resolução de 4 cm^{-1}
- ✓ análise de componentes principais (PCA) executadas no Software Pirouette® 4.0

17/01 Forrageira: *Panicum maximum* cv. Tanzânia-1

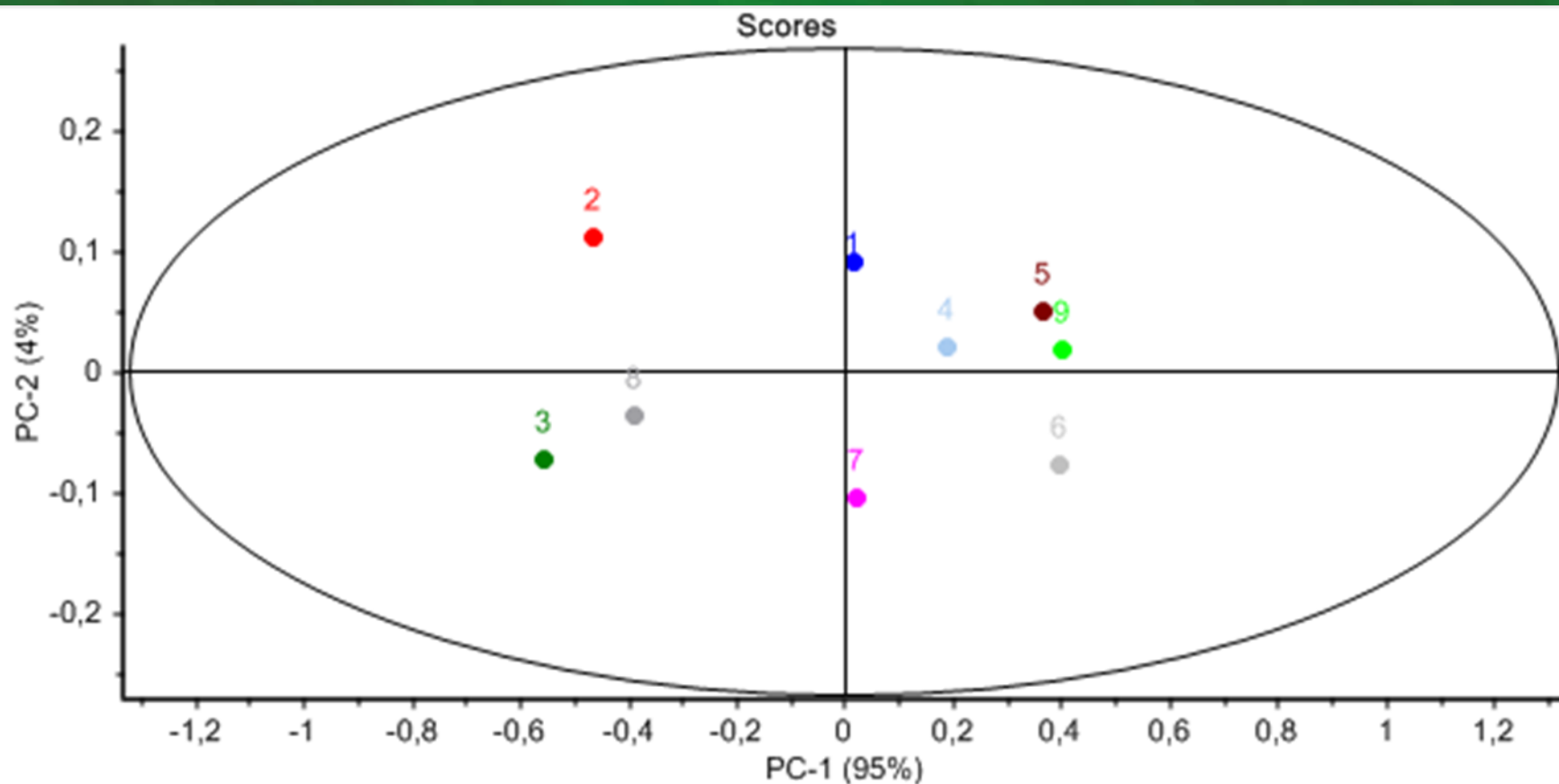
INTRA-FRASCO



PCA dos espectros de NIR

17/01 Forrageira: *Panicum maximum* cv. Tanzânia-1

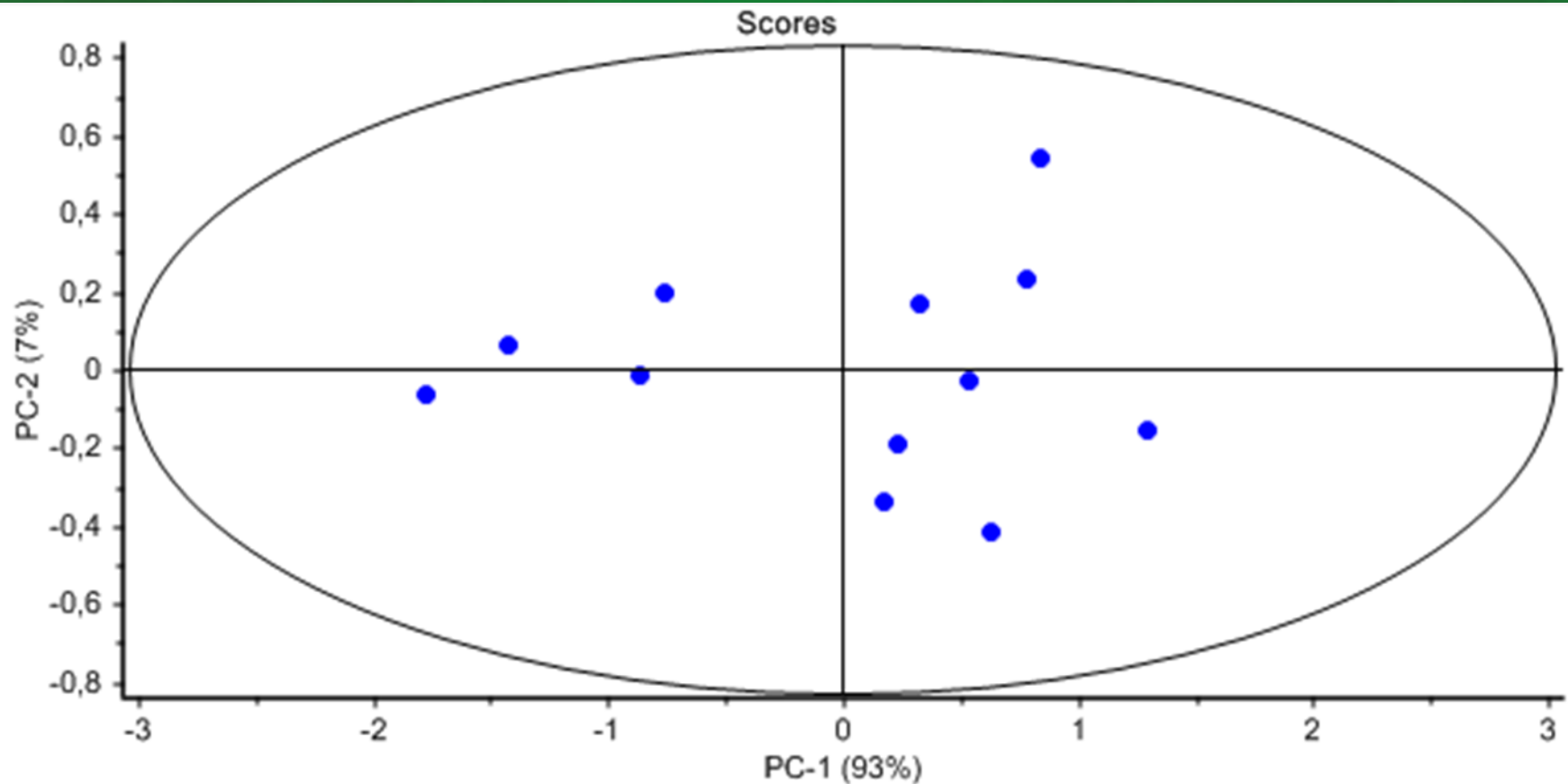
ENTRE-FRASCOS



PCA dos espectros de NIR

17/02 Concentrado: Farelo de soja

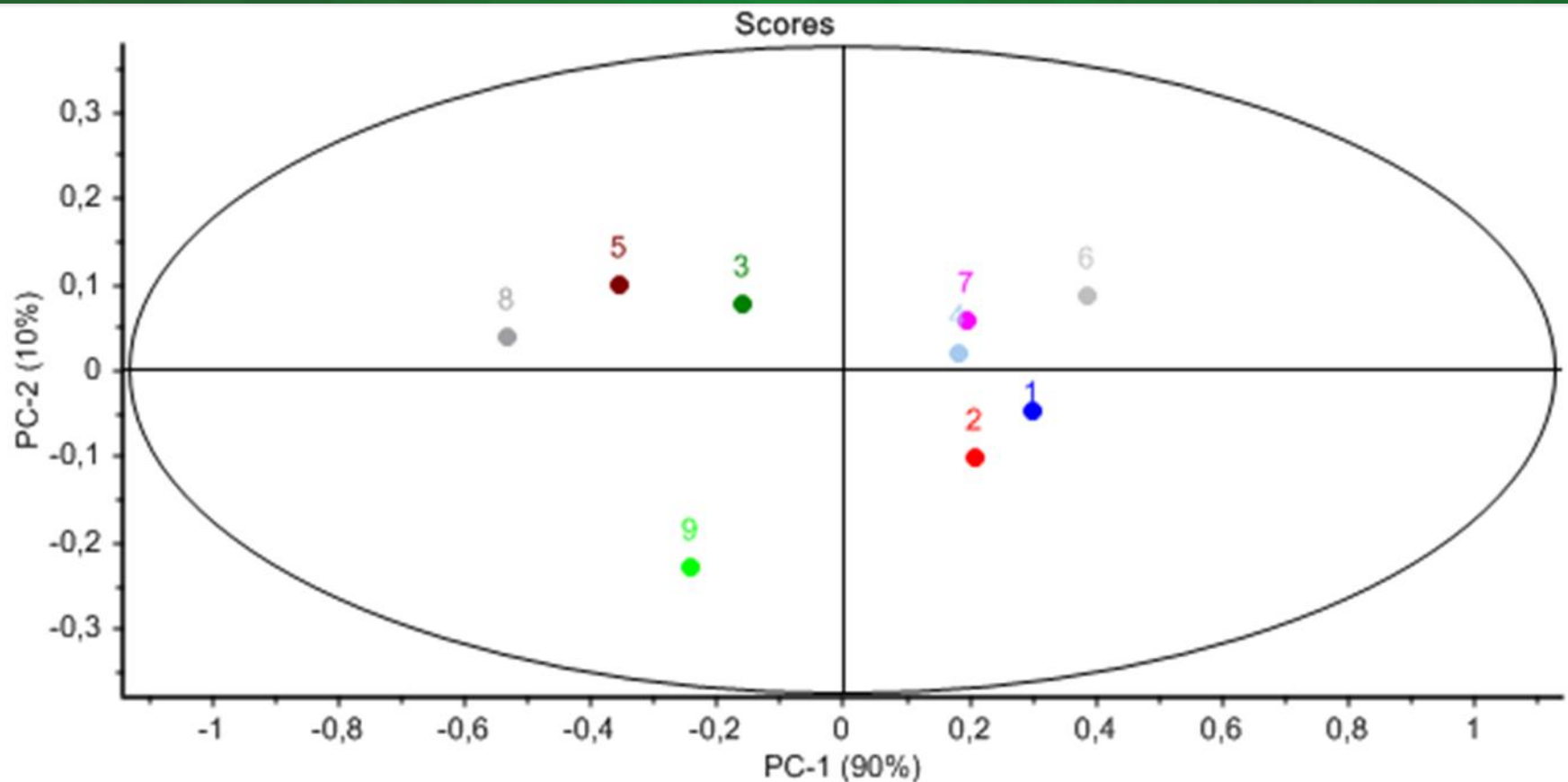
INTRA-FRASCO



PCA dos espectros de NIR

17/02 Concentrado: Farelo de soja

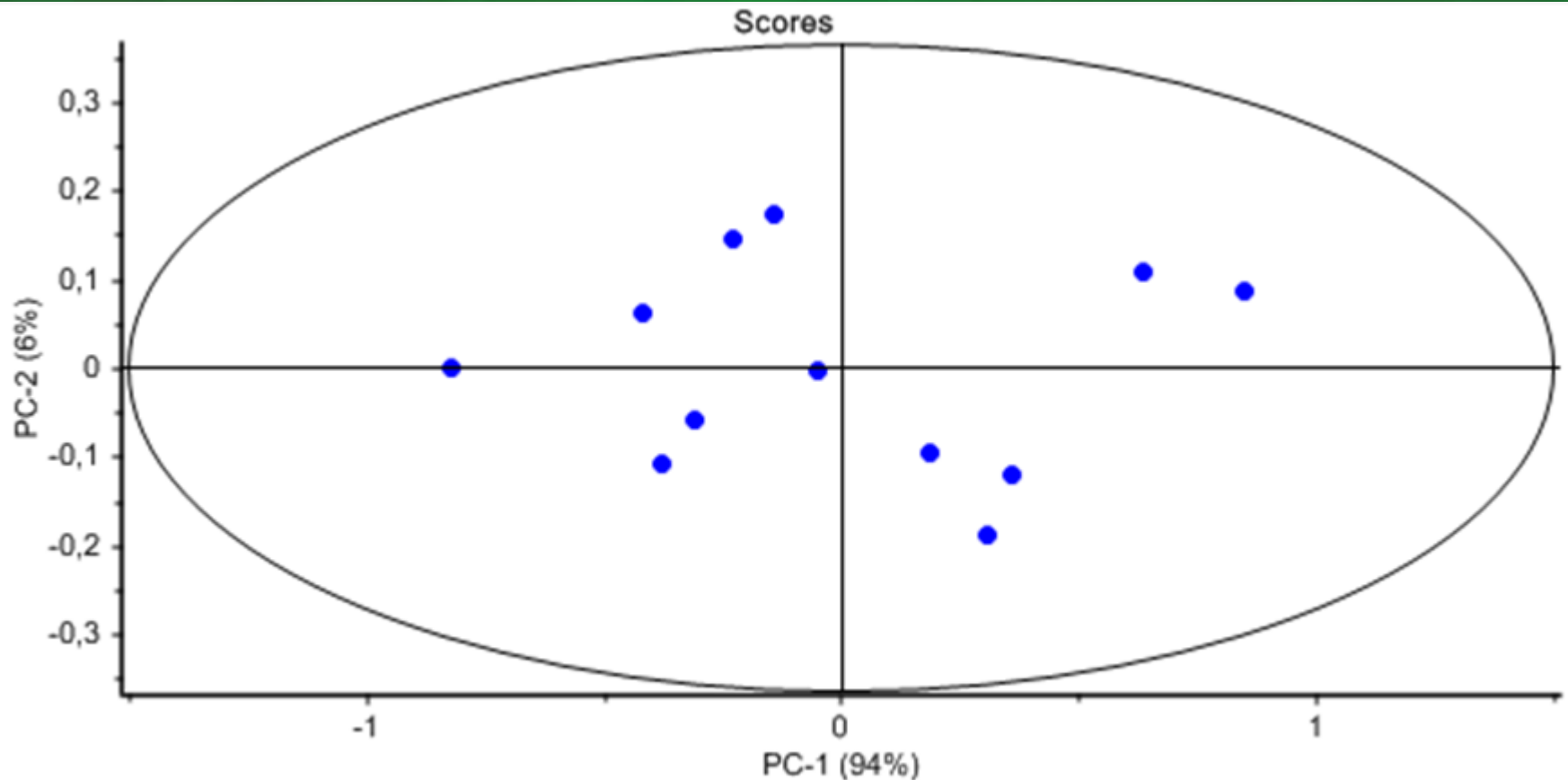
ENTRE-FRASCOS



PCA dos espectros de NIR

17/04 Forrageira: *Panicum maximum* cv. Mombaça

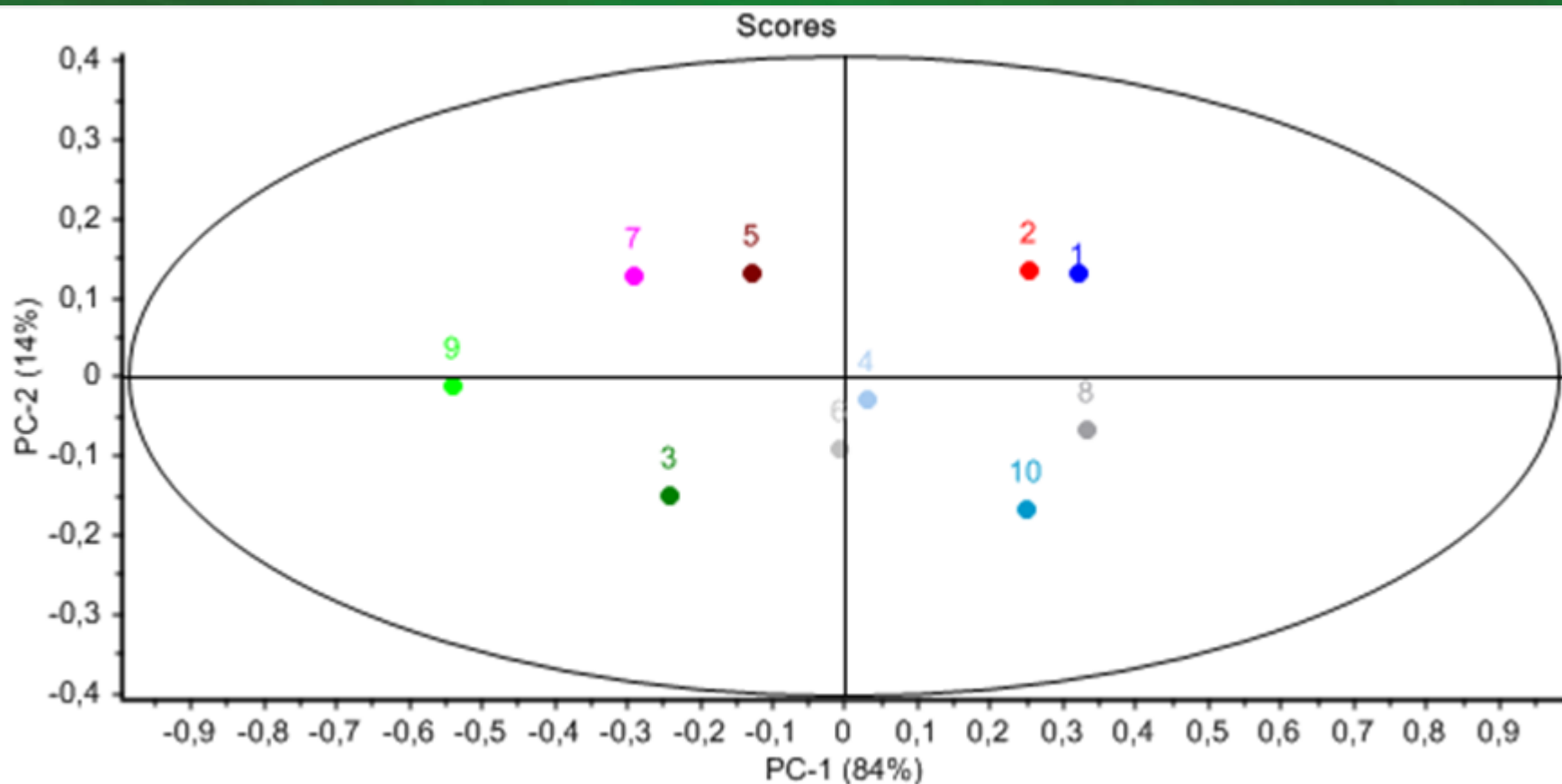
INTRA-FRASCO



PCA dos espectros de NIR

17/04 Forrageira: *Panicum maximum* cv. Mombaça

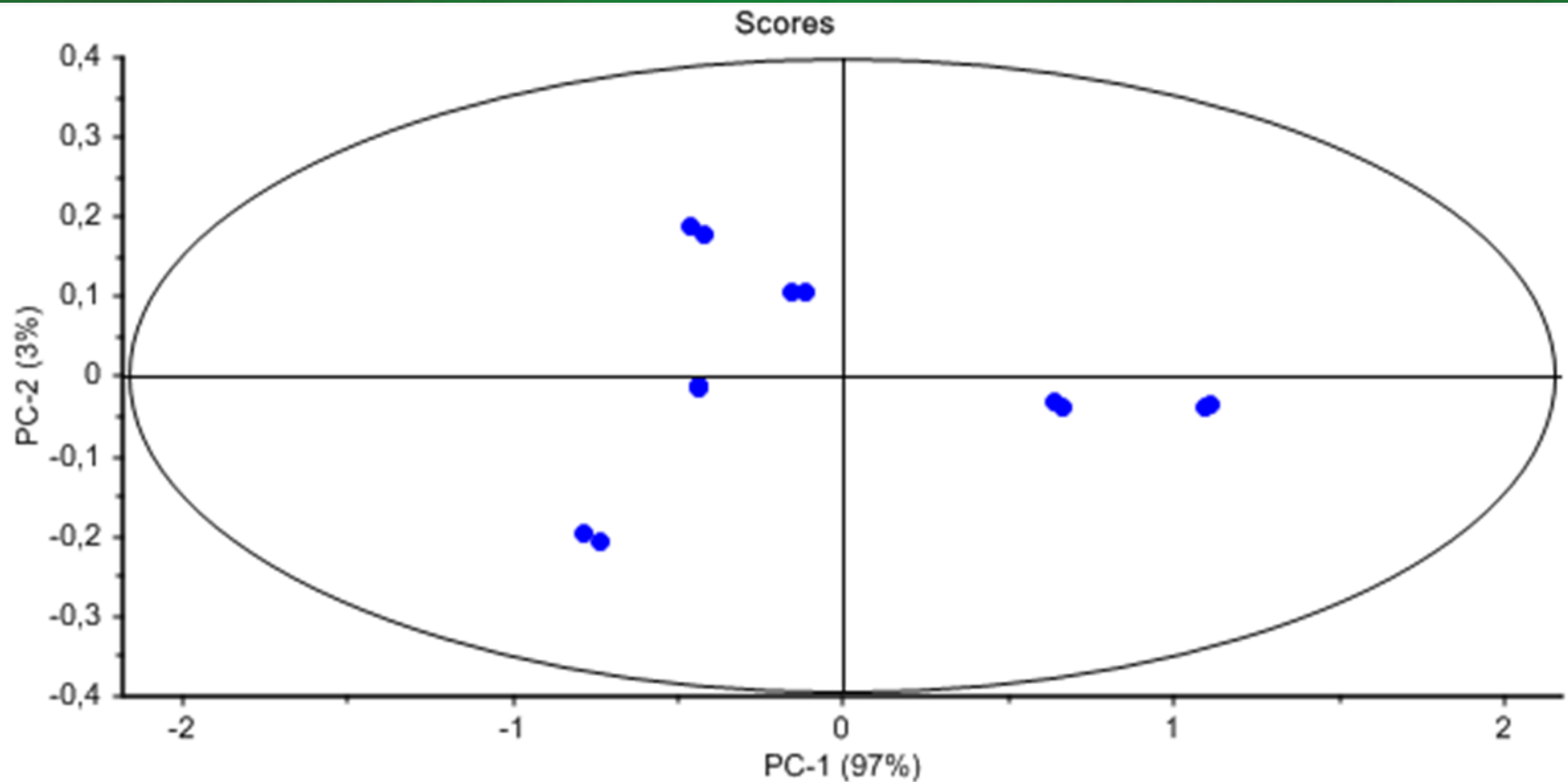
ENTRE-FRASCOS



PCA dos espectros de NIR

17/05 Concentrado: Farelo de trigo

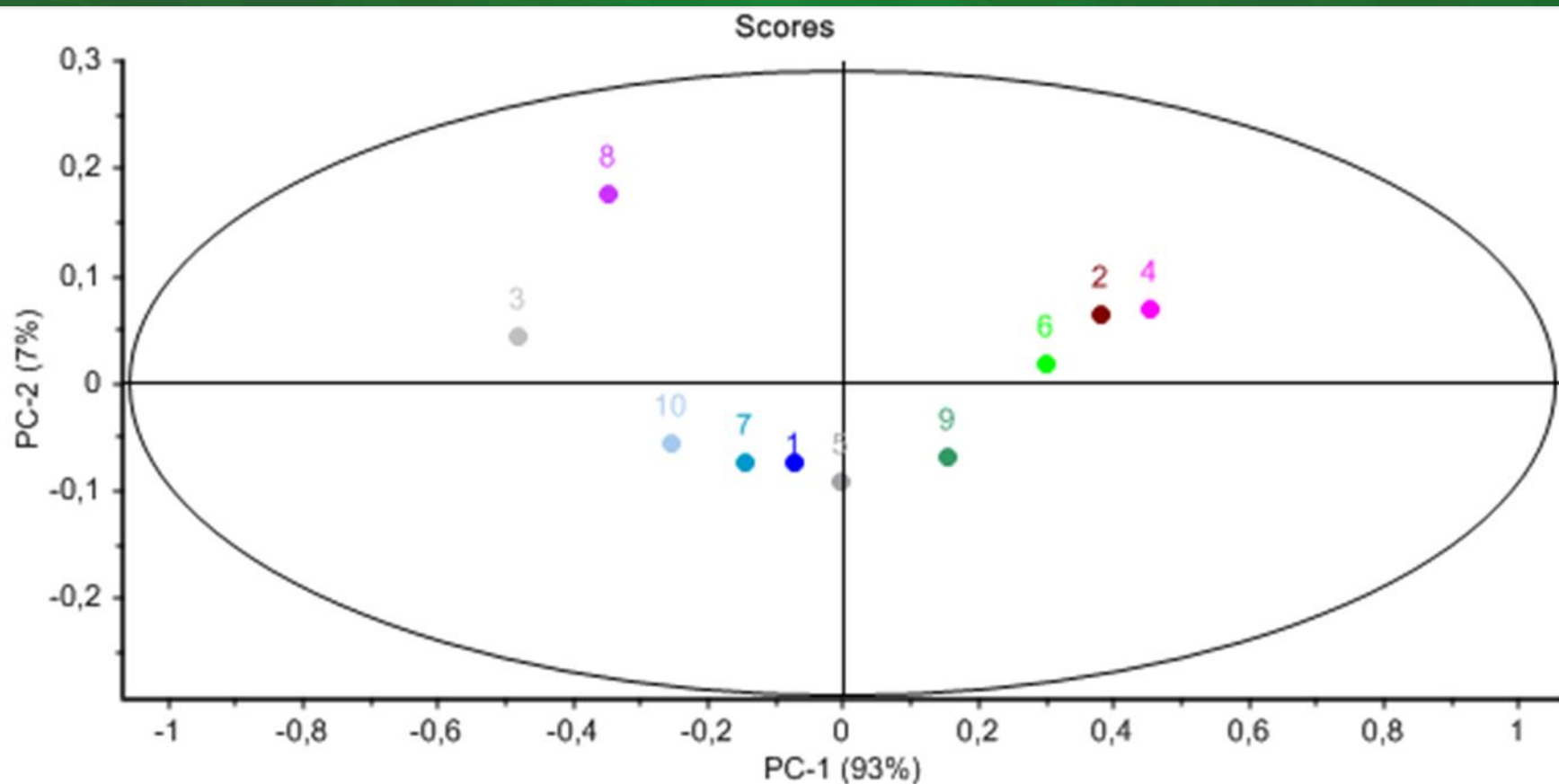
INTRA-FRASCOS



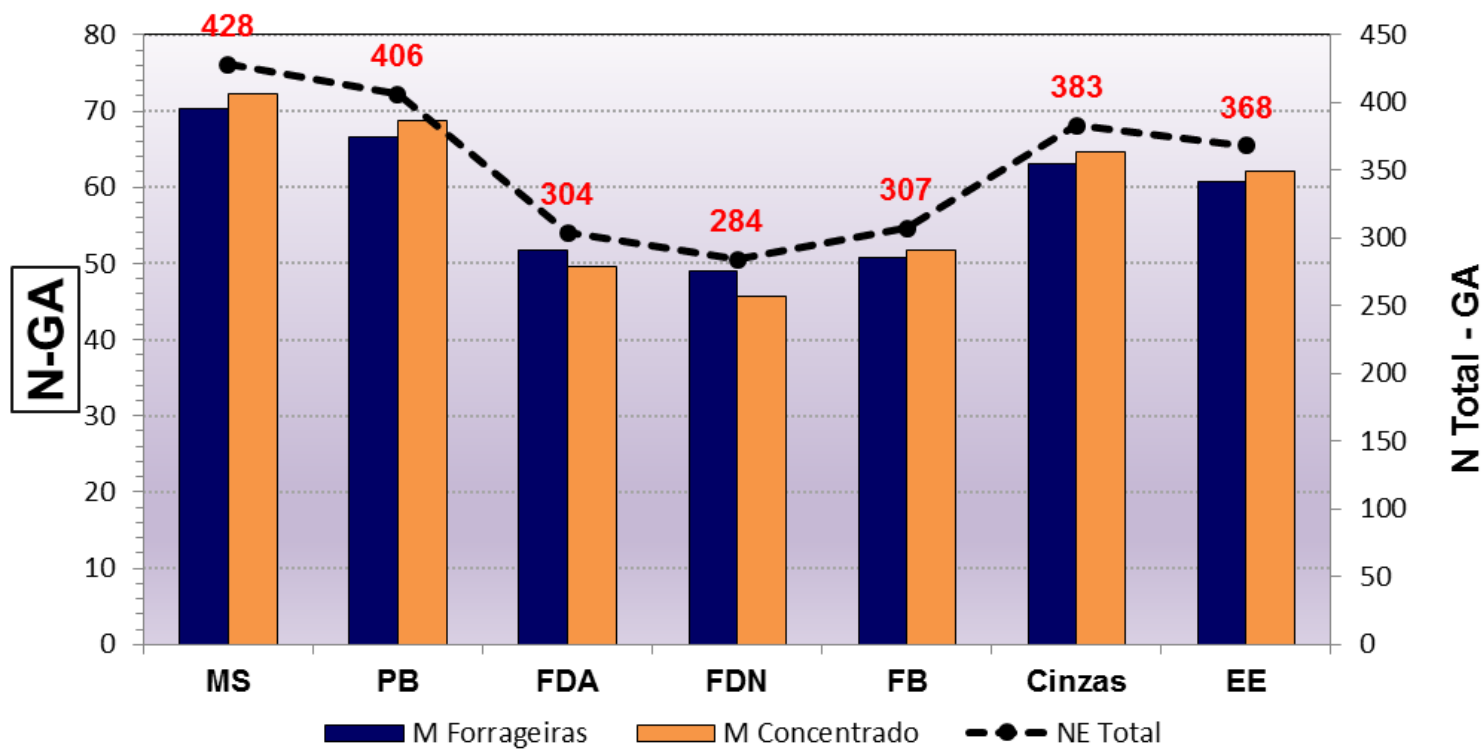
PCA dos espectros de NIR

17/05 Concentrado: Farelo de trigo

ENTRE-FRASCOS

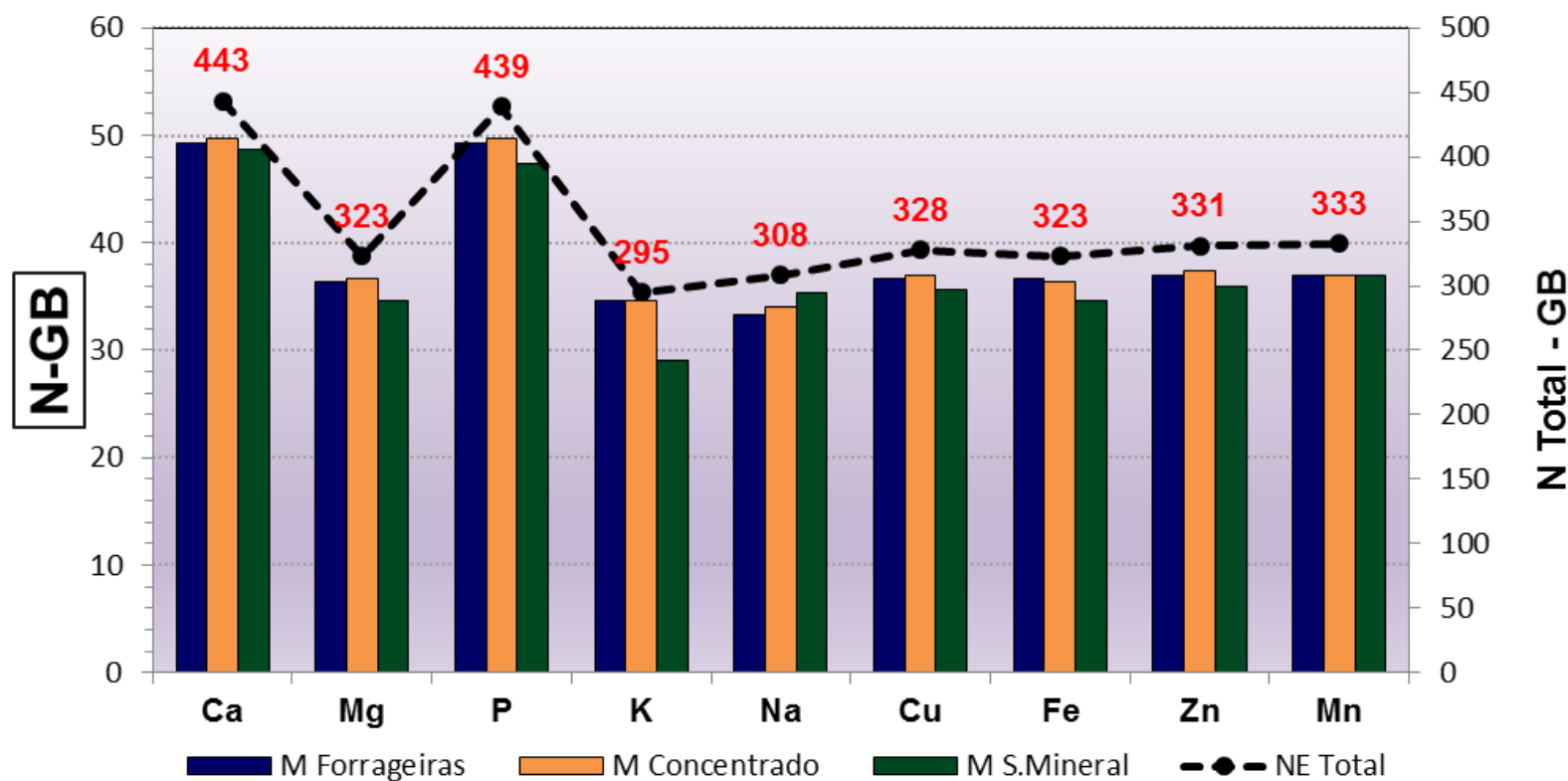


Quantidade de análises realizadas por amostra GA



GA: total de 2480 determinações

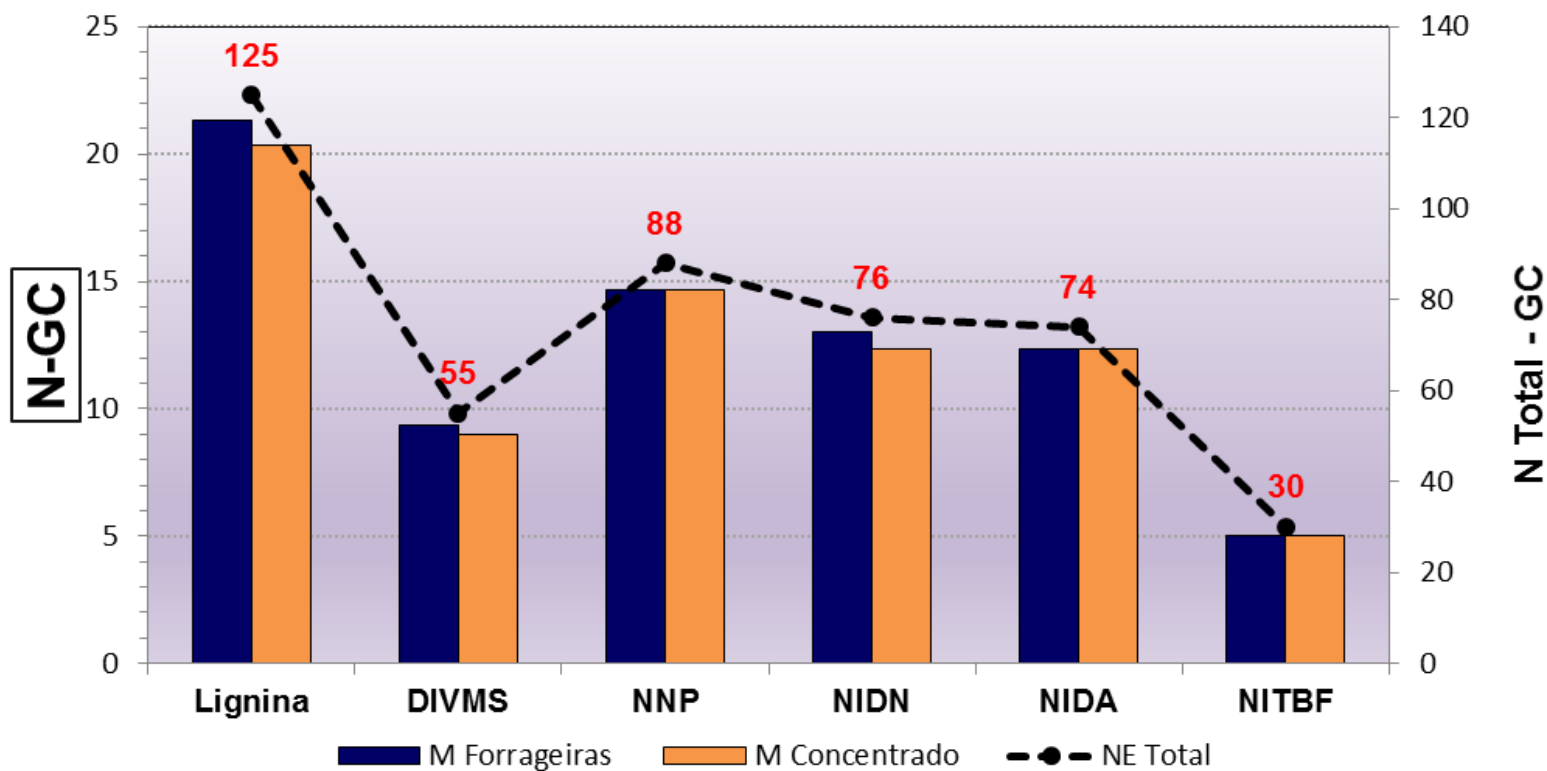
Quantidade de análises realizadas por tipo de amostra GB



GB: total de 3123 determinações

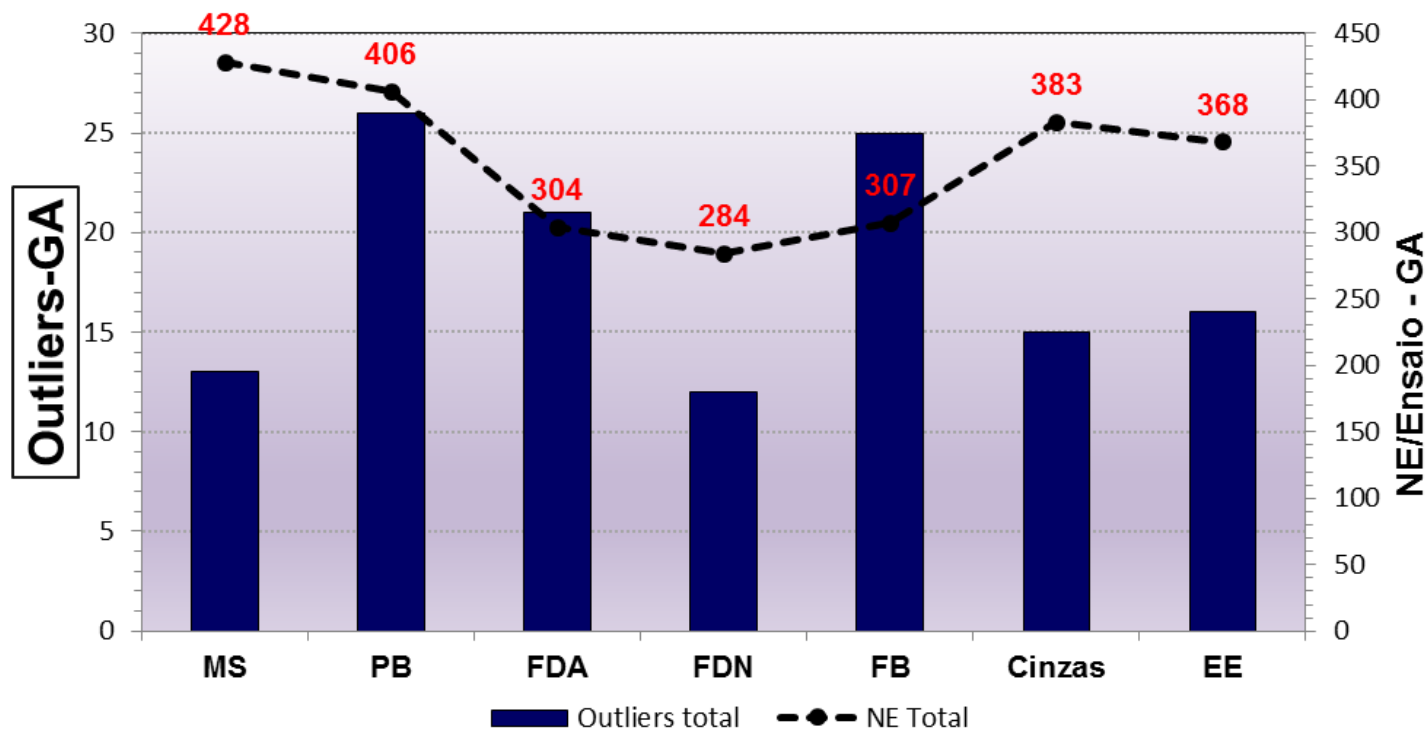
Quantidade de análises realizadas por tipo de amostra

GC



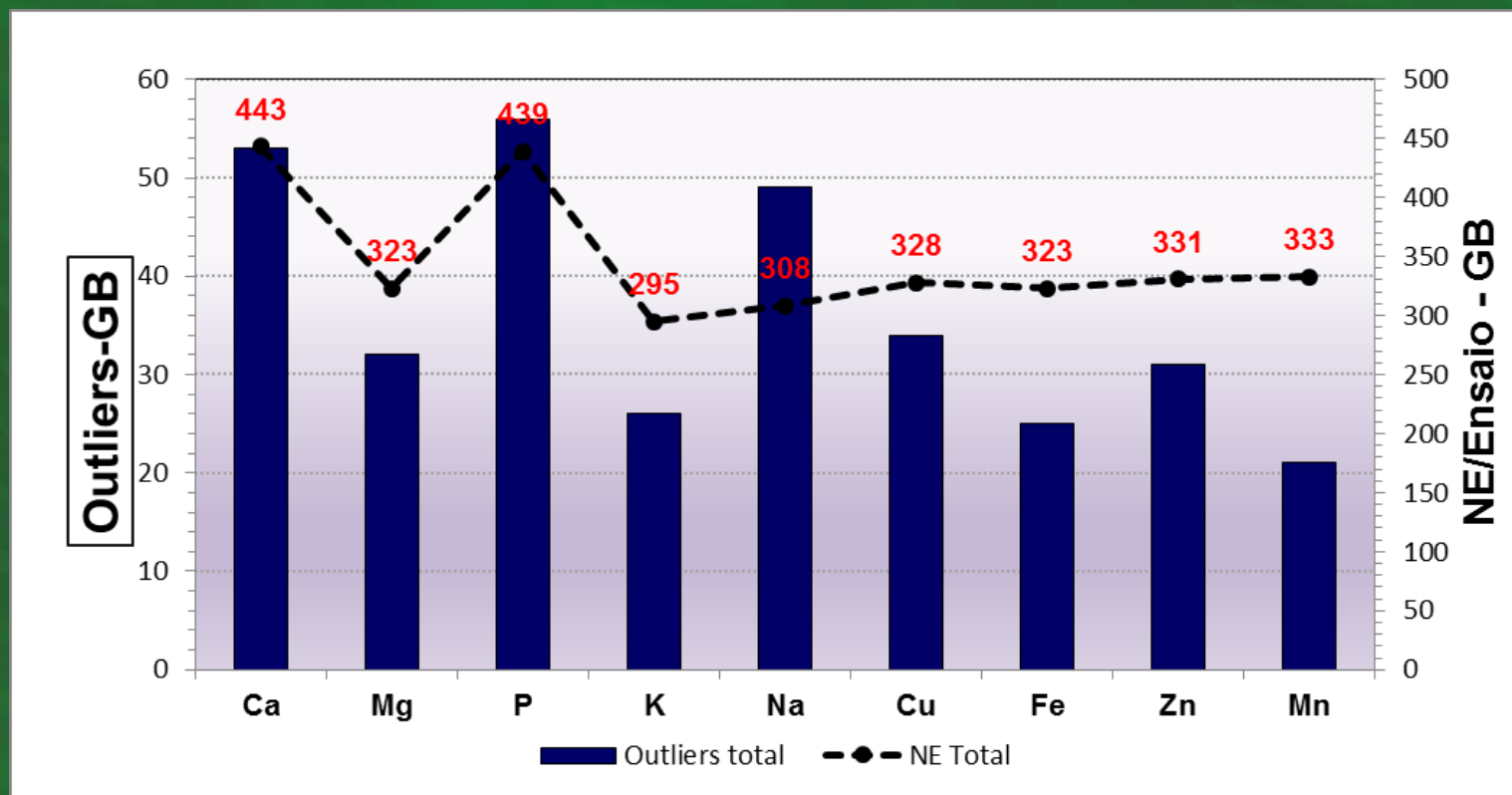
GB: total de 448 determinações

Quantidade de outliers por tipo de amostra



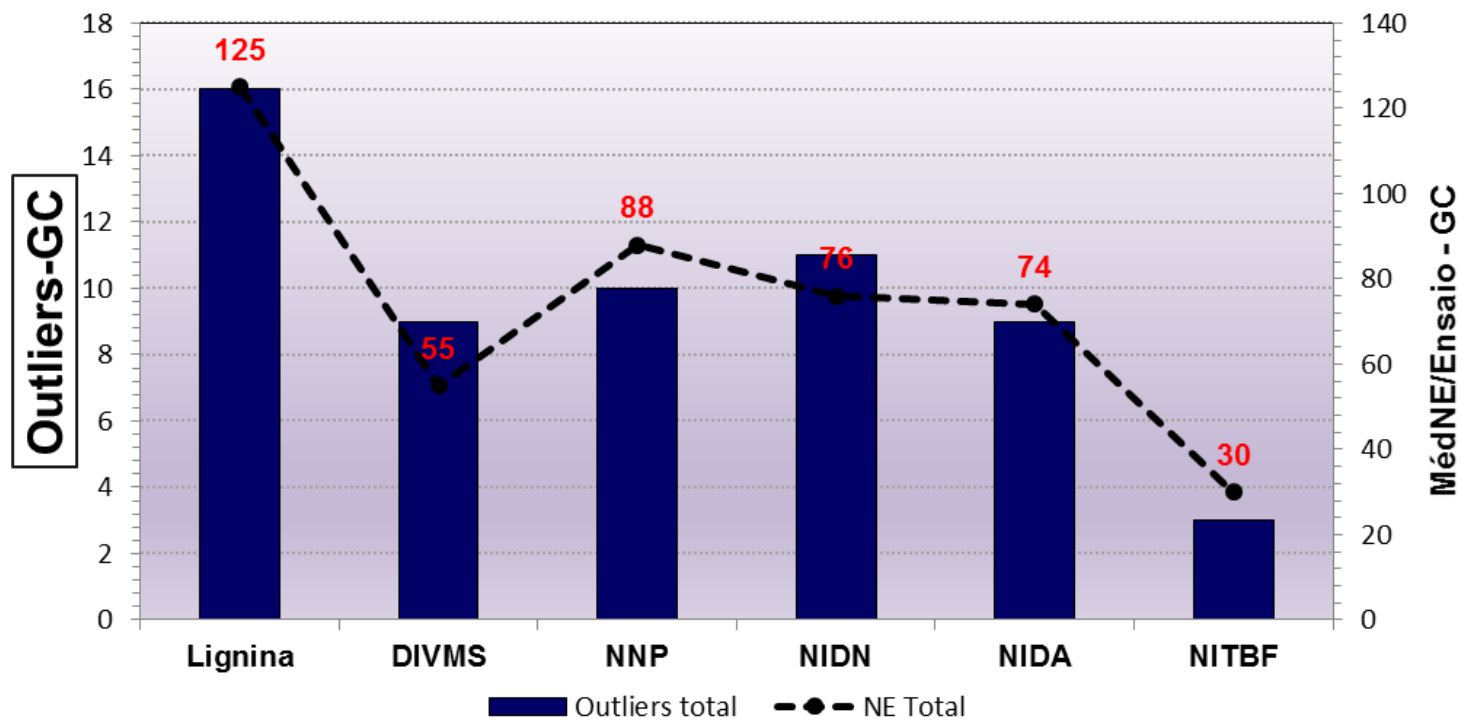
GA: total de 128 resultados outliers

Quantidade de outliers por tipo de amostra



GA: total de 327 resultados outliers

Quantidade de outliers por tipo de amostra



GA: total de 58 resultados outliers

RODADAS	AMOSTRAS	IDENTIFICAÇÃO
1ª	17/01	Forrageira: <i>Panicum maximum</i> cv. Tanzânia-1
	17/02	Concentrado: Farelo de soja
	17/03	Suplemento Mineral: <i>sal gado de corte</i>
2ª	17/04	Forrageira: <i>Panicum maximum</i> cv. Mombaça
	17/05	Concentrado: Farelo de trigo
	17/06	Suplemento Mineral: <i>sal vaca seca</i>
3ª	17/07	Forrageira: <i>Paspallum Regnelli</i>
	17/08	Concentrado: Polpa cítrica
	17/09	Suplemento Mineral: <i>sal mistura anionica</i>
3ª	MRV 17	Forrageira: <i>Panicum maximum</i> cv. Tobiatã
	MRC 17	Concentrado: Farelo de glúten de milho
	MRSM 17	Suplemento Mineral: <i>Sal gado de leite</i>

Valores dos coeficientes de variação

FORRAGEIRAS - GA

CV% - Forrageiras	MS	PB	FDA	FDN	FB	Cinzas	EE
17/01	0,7	9,1	6,0	4,4	6,3	3,8	27,2
17/04	0,8	7,4	6,3	5,1	5,2	2,7	27,5
17/07	0,9	8,3	6,3	4,9	6,0	5,9	31,5
Média	0,8	8,3	6,2	4,8	5,8	4,1	28,8

AM 17/01	MS	PB	FDA	FDN	FB	Cinzas	EE
$\bar{X}$	95,32	7,22	44,10	74,20	36,65	10,01	1,46
σ	0,64	0,64	2,62	3,24	2,30	0,34	0,36
AM 17/04	MS	PB	FDA	FDN	FB	Cinzas	EE
$\bar{X}$	95,45	5,77	39,38	71,42	31,46	9,21	1,55
σ	0,78	0,41	2,34	3,16	1,64	0,24	0,39
AM 17/07	MS	PB	FDA	FDN	FB	Cinzas	EE
$\bar{X}$	94,48	9,17	35,65	68,30	29,15	9,05	1,61
σ	0,81	0,45	2,25	2,86	1,43	0,44	0,49

Parâmetros estatísticos após a exclusão de "outliers" (Teste de Hampel)

Valores dos coeficientes de variação

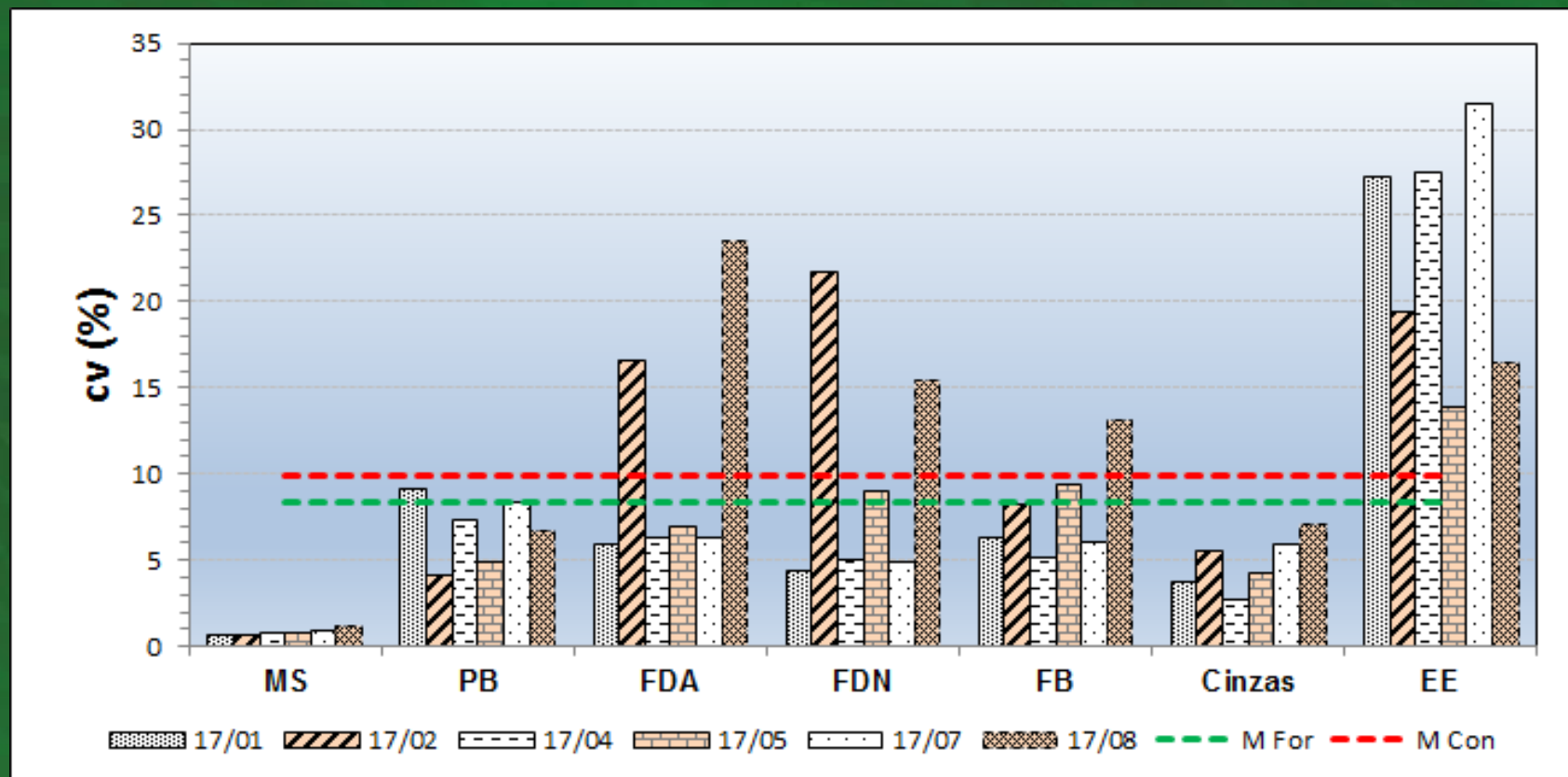
CONCENTRADOS - GA

CV% Concentrados	MS	PB	FDA	FDN	FB	Cinzas	EE
17/02	0,6	4,2	16,6	21,7	8,2	5,5	19,4
17/05	0,8	4,9	7,0	9,0	9,4	4,3	13,9
17/08	1,2	6,6	23,5	15,5	13,1	7,1	16,5
Média	0,8	5,2	15,7	15,4	10,2	5,6	16,6

AM 17/02	MS	PB	FDA	FDN	FB	Cinzas	EE
$\bar{X}$	93,12	49,82	10,21	17,40	7,33	6,51	1,68
σ	0,55	1,57	1,74	3,77	0,50	0,33	0,32
AM 17/05	MS	PB	FDA	FDN	FB	Cinzas	EE
$\bar{X}$	93,42	17,65	13,19	43,25	9,74	5,67	3,48
σ	0,65	0,76	0,79	3,27	0,82	0,22	0,50
AM 17/08	MS	PB	FDA	FDN	FB	Cinzas	EE
$\bar{X}$	93,41	7,65	19,21	25,12	14,41	8,59	2,44
σ	1,08	0,46	4,75	3,67	1,66	0,58	0,39

Valores dos coeficientes de variação

FORRAGEIRAS E CONCENTRADOS - GA



Valores dos coeficientes de variação

FORRAGEIRAS - GB

CV% - Forrageiras	Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
17/01	11,1	7,8	14,0	11,2	96,4	28,9	9,3	22,6	18,1
17/04	13,9	16,2	8,7	12,6	84,9	42,2	18,6	18,5	16,6
17/07	15,5	10,1	16,1	9,9	97,7	31,3	17,0	24,1	14,3
Média	13,5	11,3	12,9	11,2	93,0	34,1	15,0	21,7	16,3

AM 17/01	Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
<i>X</i>	4,85	3,00	1,77	21,30	0,34	5,00	254,00	30,00	83,10
<i>σ</i>	0,48	0,24	0,21	2,34	0,37	1,42	23,70	6,82	14,23
AM 17/04	Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
<i>X</i>	3,50	3,28	1,57	16,71	0,19	4,07	479,02	23,30	77,27
<i>σ</i>	0,48	0,53	0,13	2,08	0,18	1,88	70,32	3,82	9,33
AM 17/07	Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
<i>X</i>	3,11	2,84	1,80	22,51	0,32	6,44	252,38	21,68	80,43
<i>σ</i>	0,43	0,29	0,22	2,07	0,37	2,12	41,35	5,37	10,55

Valores dos coeficientes de variação

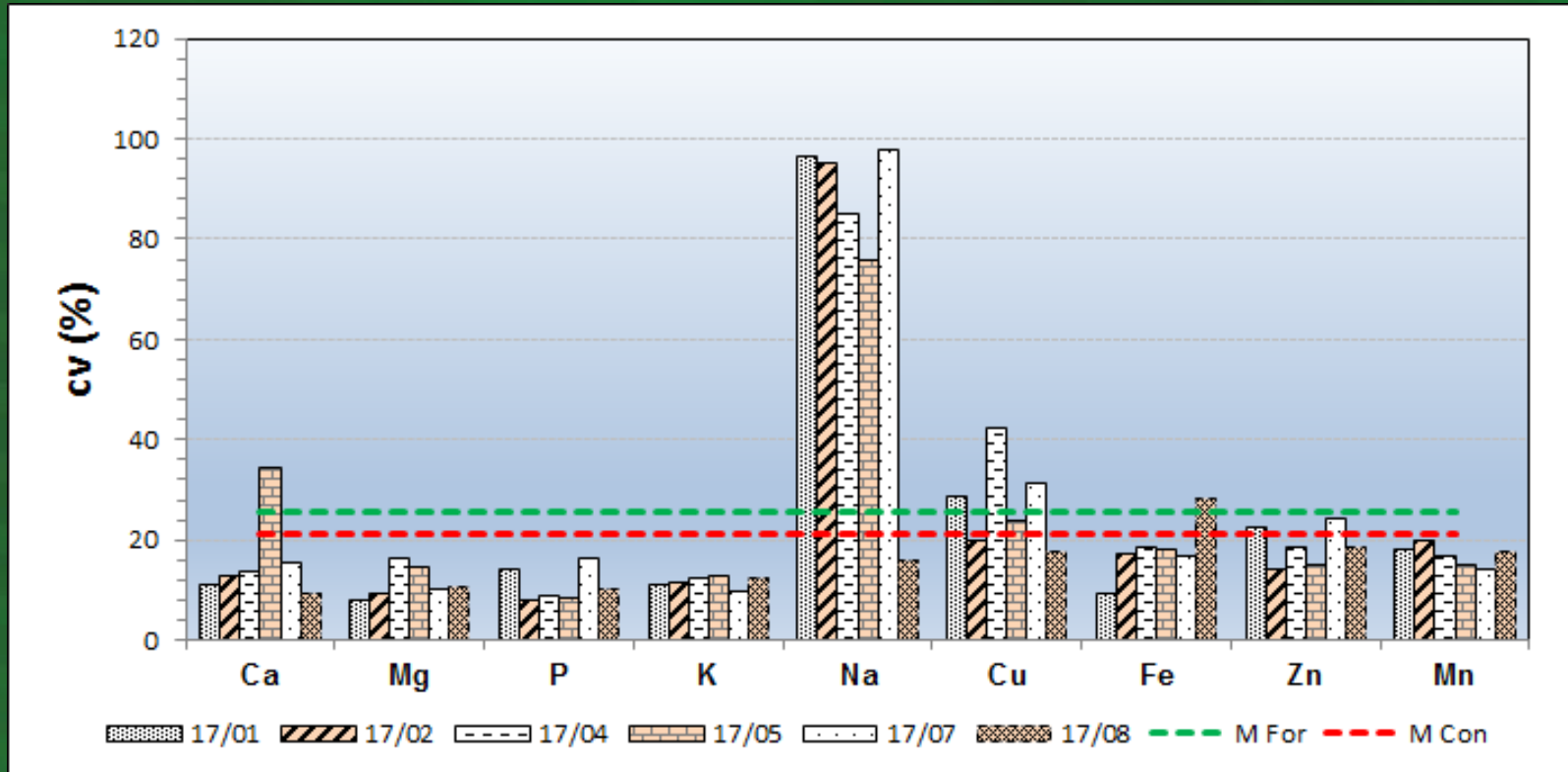
CONCENTRADOS - GB

CV% - Concentrado	Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
17/02	12,7	9,4	7,9	11,3	95,4	19,8	17,4	14,3	20,1
17/05	34,4	14,8	8,5	12,8	75,9	23,8	17,9	14,9	15,2
17/08	9,4	10,7	10,3	12,5	16,0	17,5	28,0	18,6	17,5
Média	18,8	11,6	8,9	12,2	62,4	20,4	21,1	15,9	17,6

AM 17/02	Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
X	3,25	3,13	6,54	21,13	0,32	13,91	214,57	55,39	26,94
σ	0,42	0,30	0,52	2,25	0,41	2,14	33,68	7,97	5,20
AM 17/05	Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
X	1,15	4,24	12,19	12,66	0,17	12,47	120,63	91,71	165,39
σ	0,41	0,64	0,96	1,48	0,15	2,59	21,82	11,23	23,27
AM 17/08	Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
X	20,70	1,24	1,60	10,16	1,19	10,78	459,70	32,94	21,17
σ	1,97	0,13	0,16	1,25	0,19	1,73	105,09	6,20	3,73

Valores dos coeficientes de variação

FORRAGEIRAS E CONCENTRADOS - GB



Valores dos coeficientes de variação

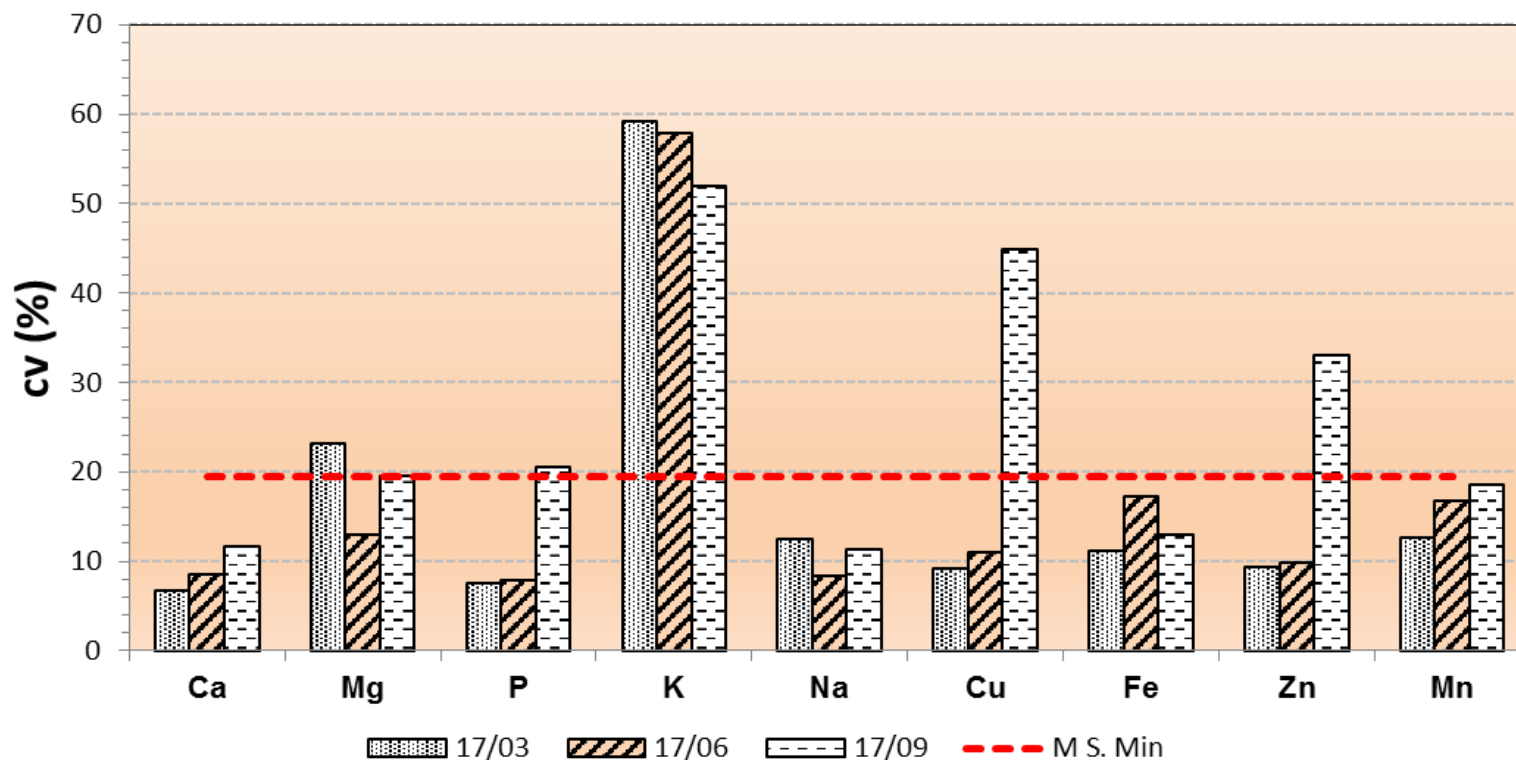
SUPLEMENTOS MINERAIS - GC

CV% S. Mineral	Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
17/03	6,7	23,2	7,5	59,2	12,4	9,1	11,2	9,4	12,6
17/06	8,5	12,9	7,8	57,9	8,3	11,1	17,3	9,8	16,7
17/09	11,6	19,6	20,6	51,9	11,3	44,8	13,0	33,0	18,6
Média	8,9	18,6	12,0	56,3	10,7	21,7	13,8	17,4	16,0

AM 17/03	Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
X	171,24	2,29	86,14	0,44	136,30	1276,22	5825,00	3300,00	904,16
σ	11,50	0,55	5,14	0,26	12,46	100,39	651,86	295,22	88,96
AM 17/06	Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
X	144,55	11,08	58,00	0,40	146,39	1375,33	6733,72	4050,00	1017,42
σ	12,30	1,07	4,13	0,26	9,51	149,74	960,01	396,02	151,27
AM 17/09	Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
X	143,95	41,80	29,40	1,40	70,74	462,50	6060,00	1382,16	1122,69
σ	14,92	7,97	5,12	0,71	6,83	206,26	799,63	438,19	166,05

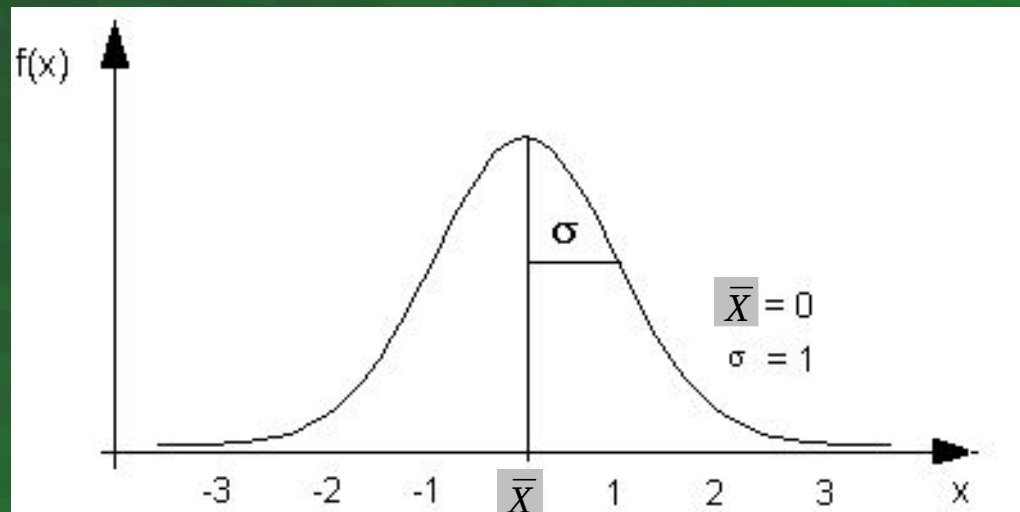
Valores dos coeficientes de variação

CONCENTRADOS - GC

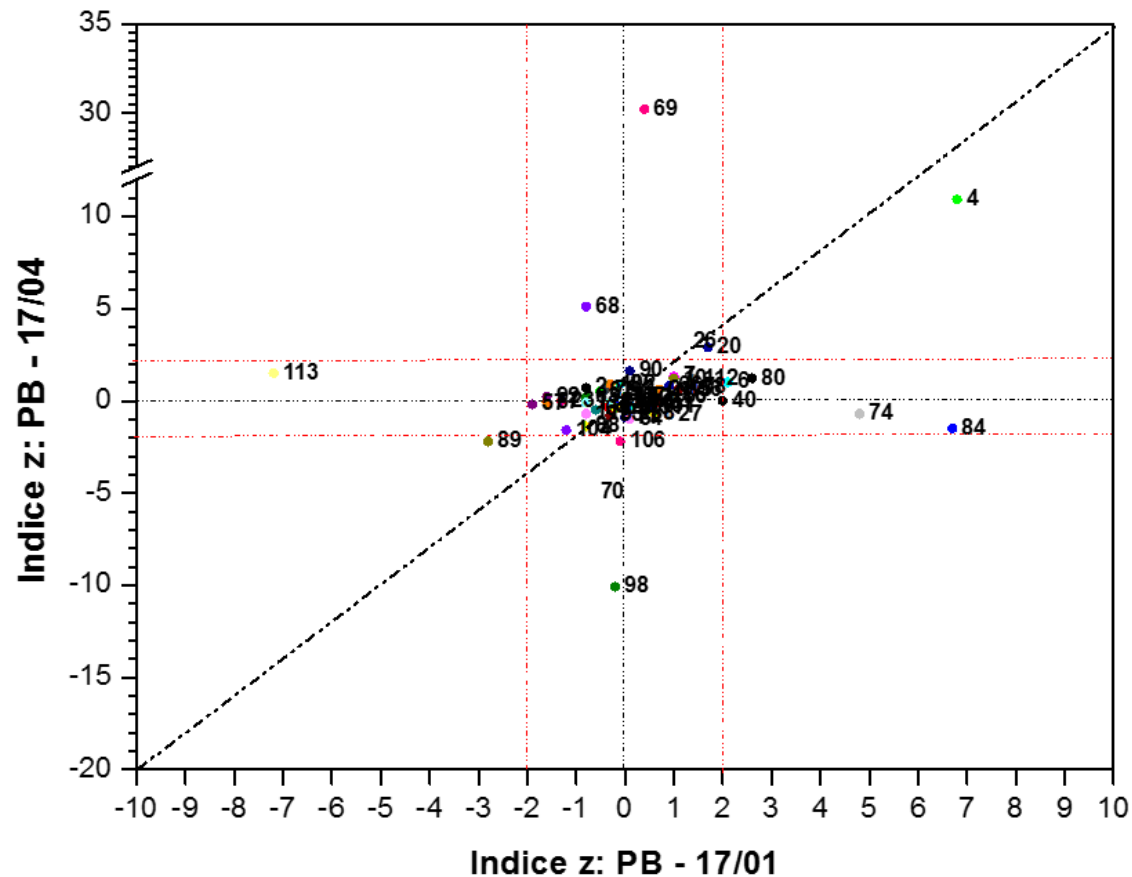


Avaliação da reprodutibilidade considerando o índice z

O **índice z** tem a vantagem de permitir a comparação direta dos resultados de diferentes amostras e de diferentes unidades, porque o valor desse índice não é expresso na unidade original da medida, ou seja, é normalizado e descrito como sendo a distância entre os valores de x_i e $\bar{X}$ em unidades de desvio padrão.

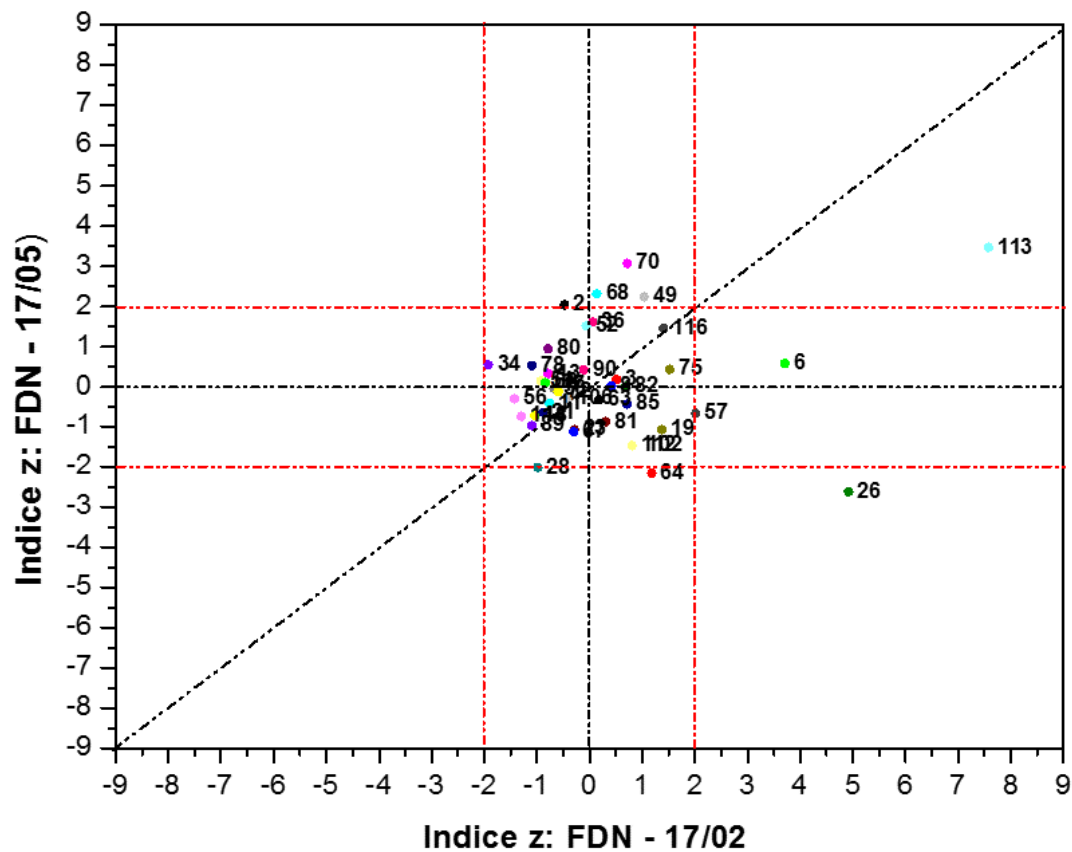


PB -Comparação das amostras 17/01 e 17/04



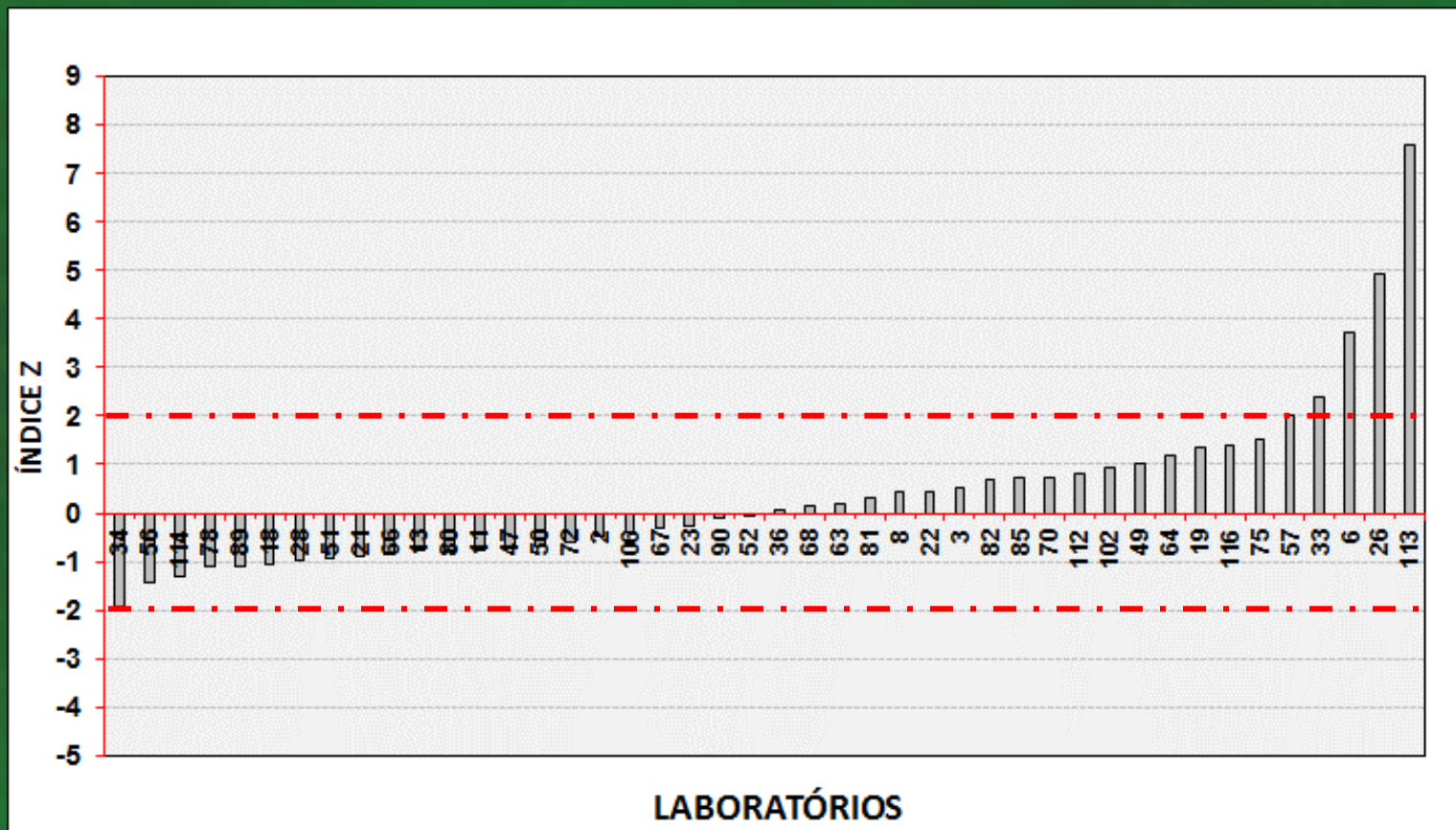
17/01: *Panicum maximum* cv. Tanzânia-1
17/04: *Panicum maximum* cv. Mombaça

FBN - Comparação das amostras 17/02 e 17/05

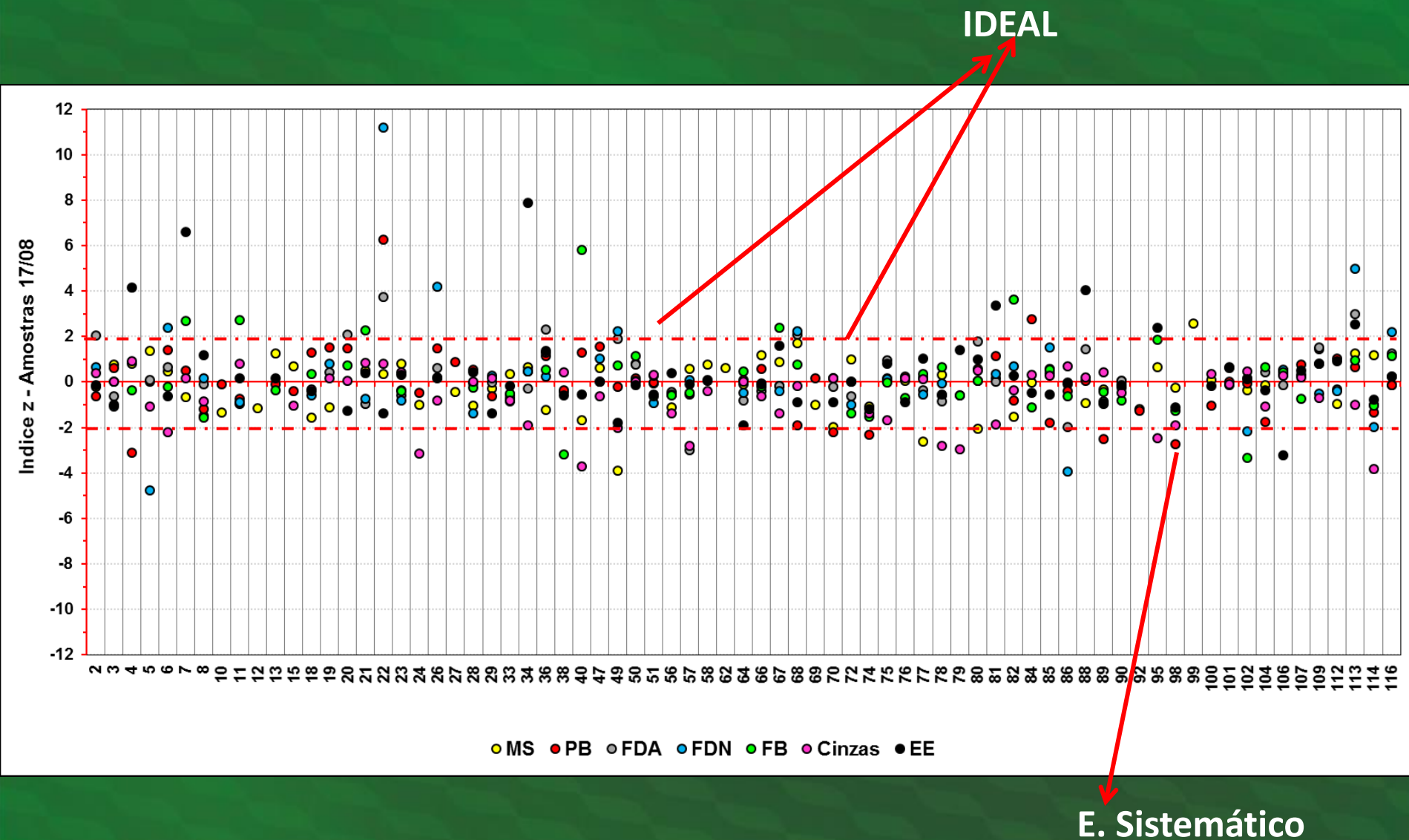


17/02: Farelo de soja
17/05: Farelo de trigo

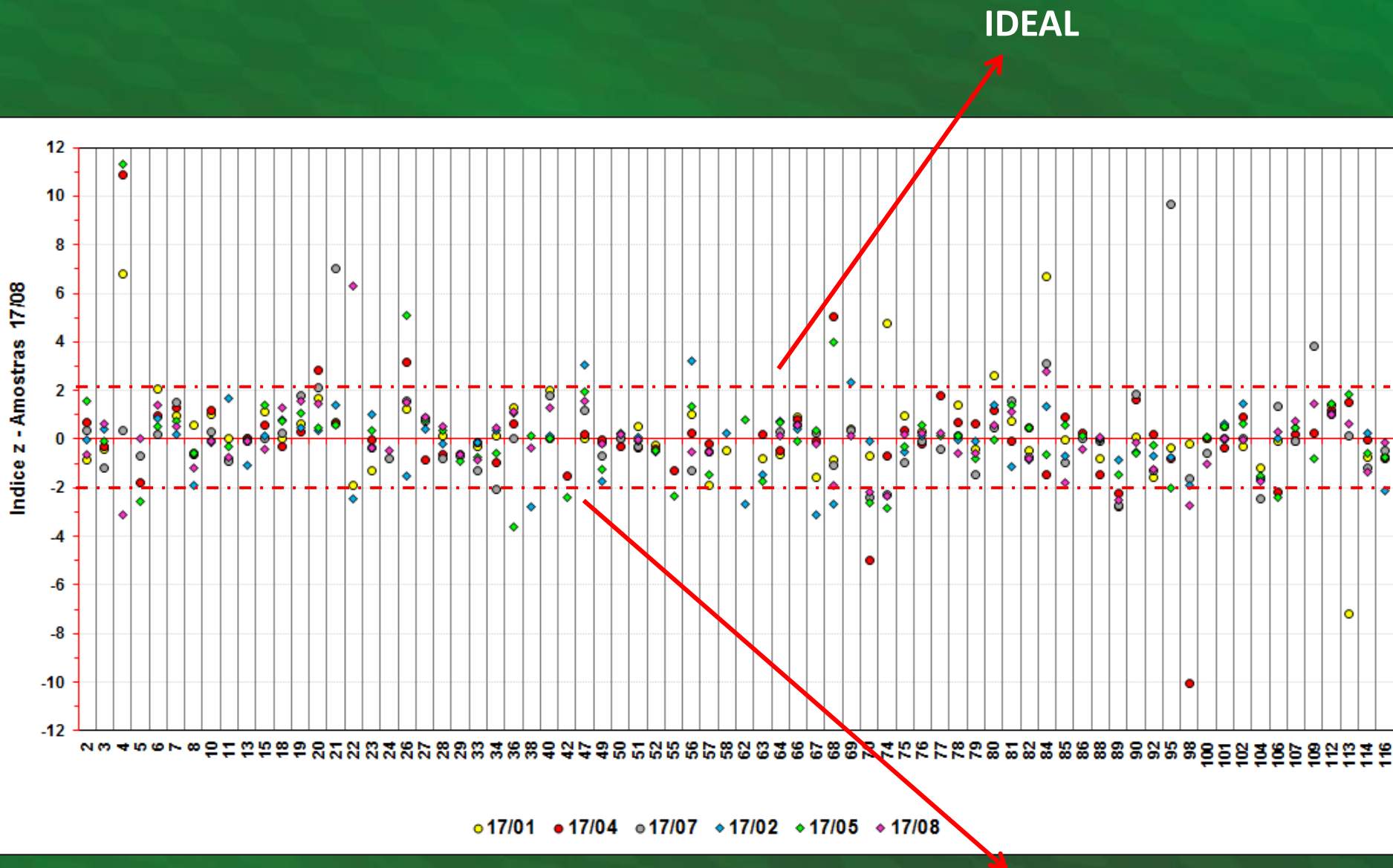
17/02: Farelo de soja



AMOSTRA 17/08: Concentrado: Polpa cítrica



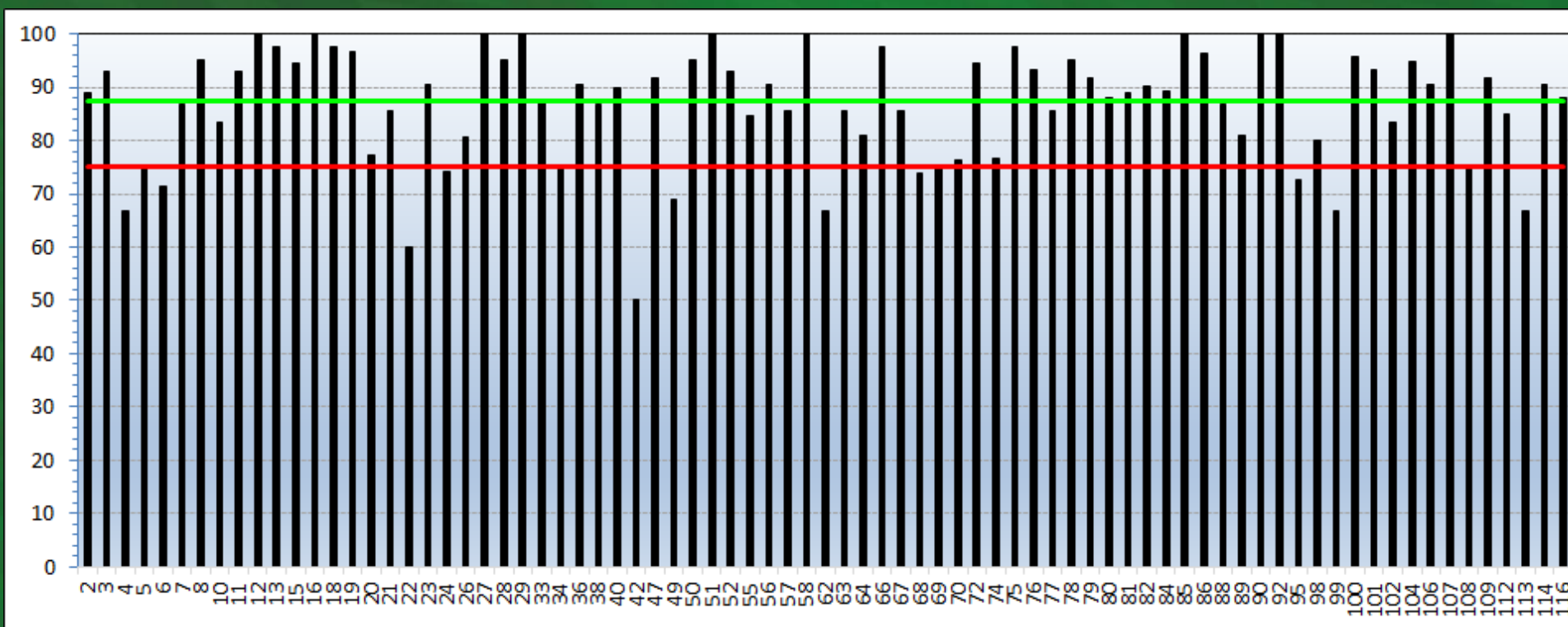
PB – Todas as Amostras



Índices de Desempenho

GA: MS, PB, FDN, FDA, FB, MM e EE

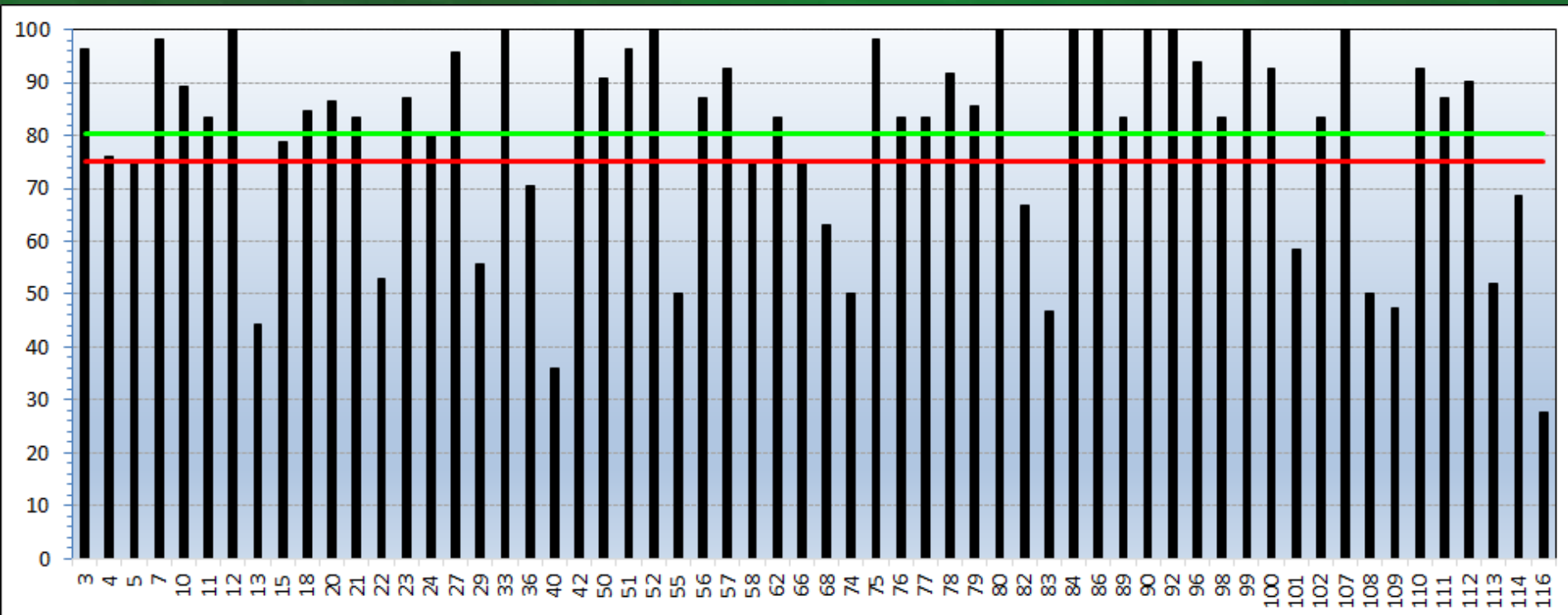
Forrageiras e Concentrados



Índices de Desempenho

GB: Ca, Mg, P, K, Na, Cu, Fe, Mn e Zn

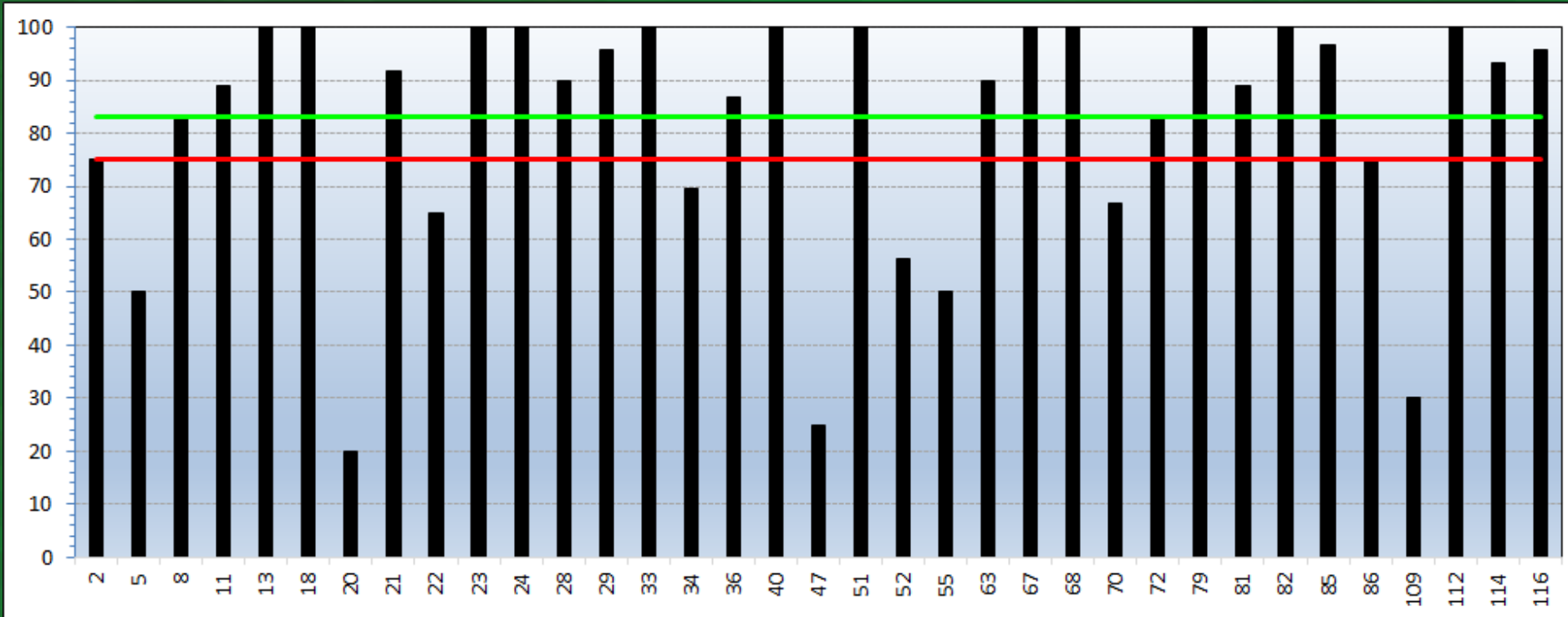
Forrageiras e Concentrados



Índices de Desempenho

GC: DIVMS, Lignina, NIDA, NIDN, NNP, NITBF

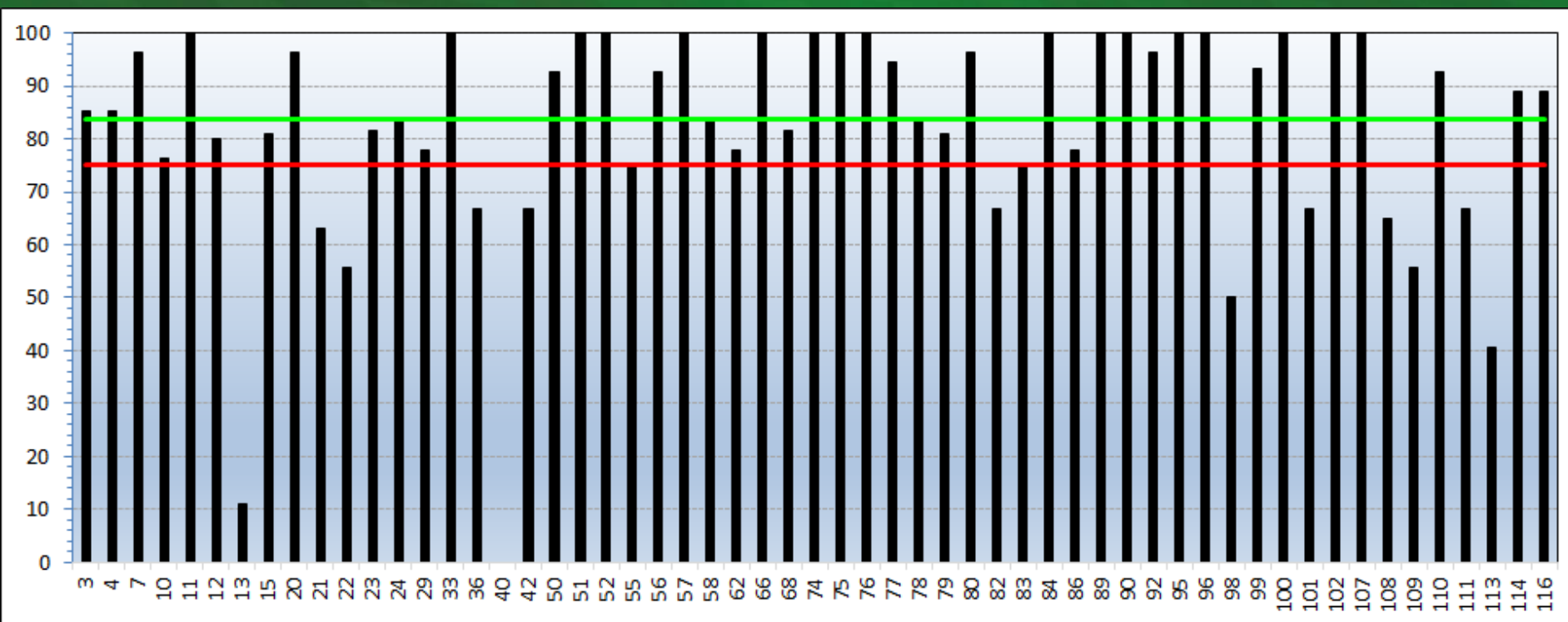
Forrageiras e Concentrados



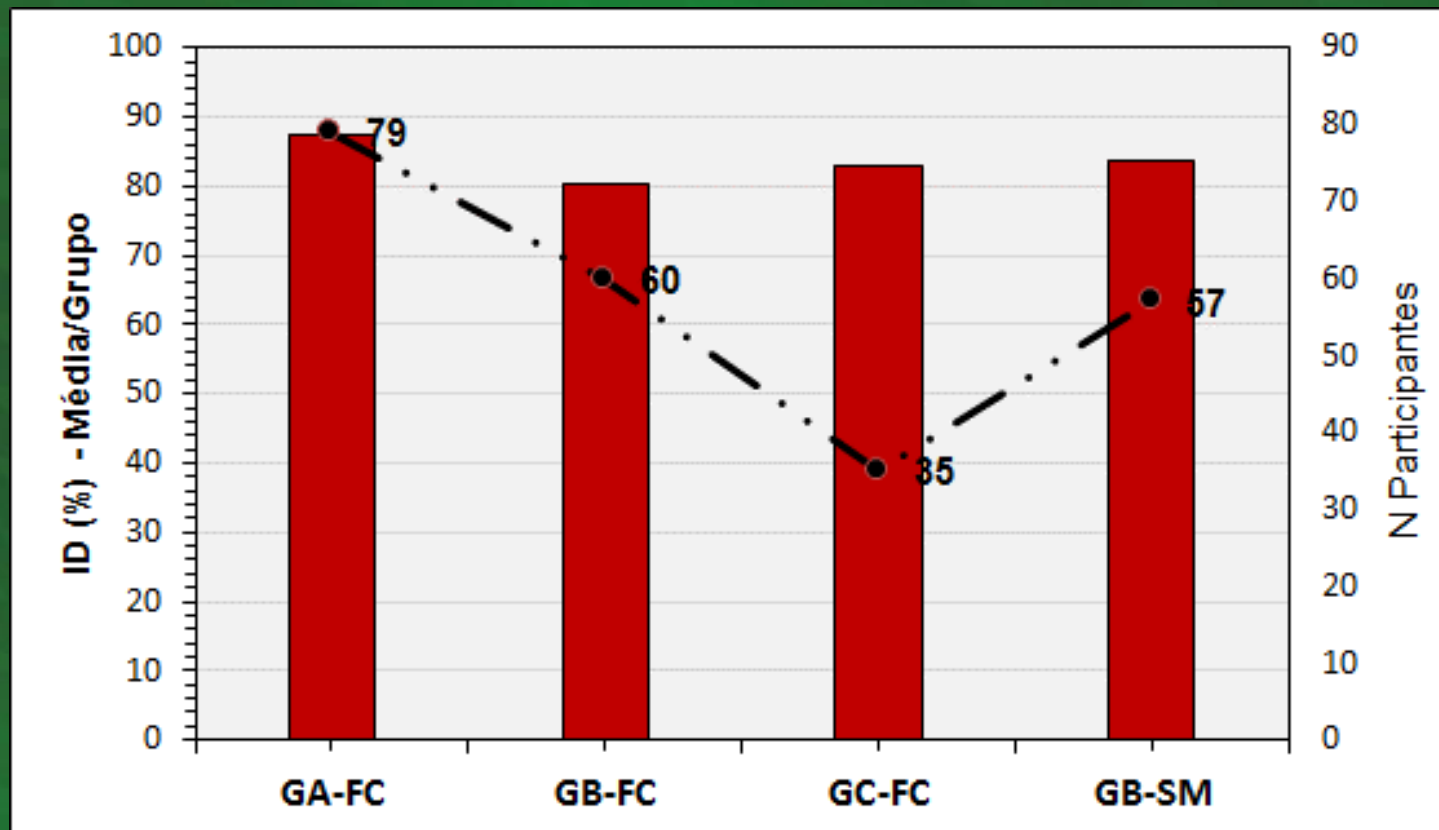
Índices de Desempenho

GB: Ca, Mg, P, K, Na, Cu, Fe, Mn e Zn

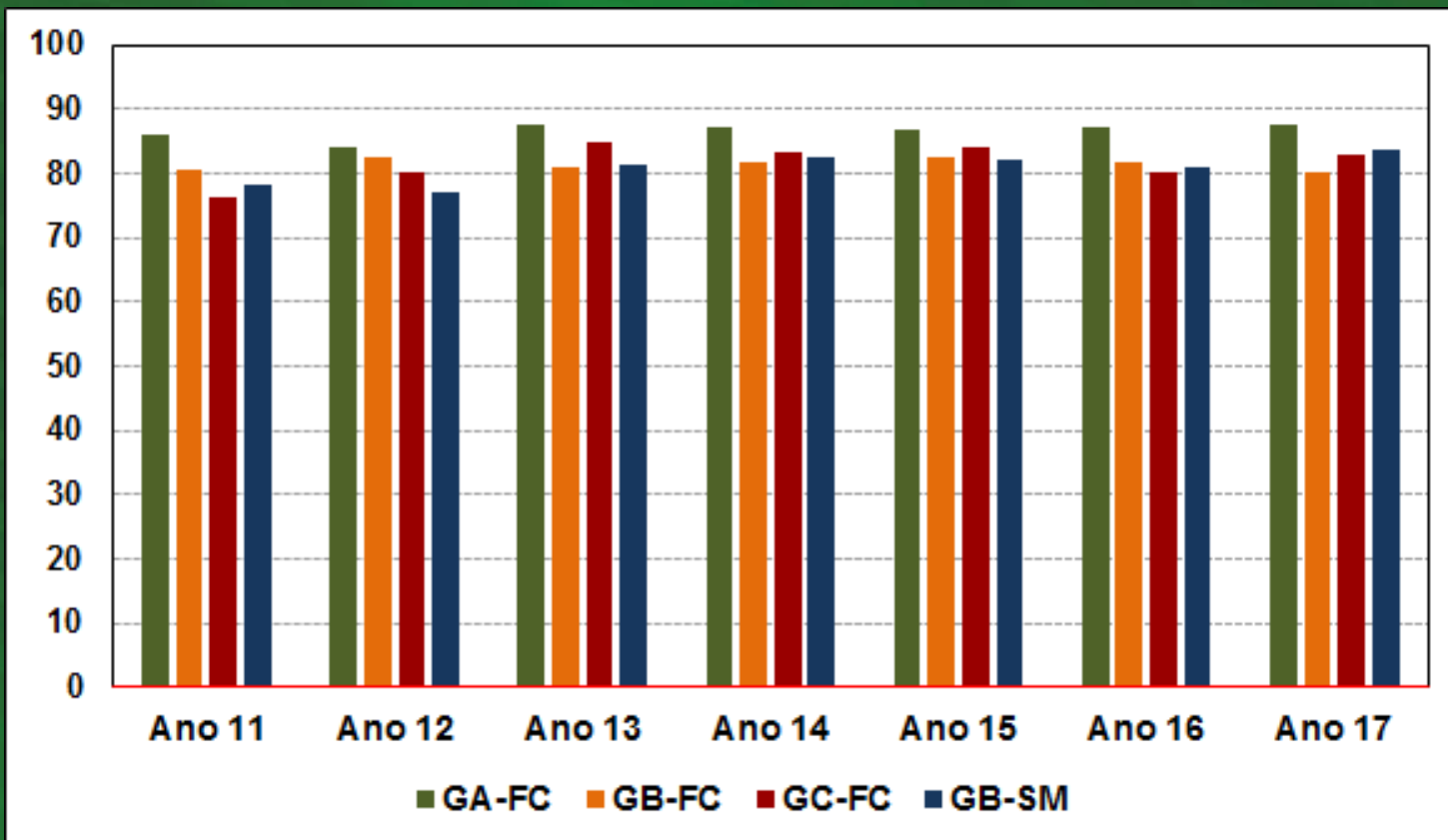
Suplemento Mineral



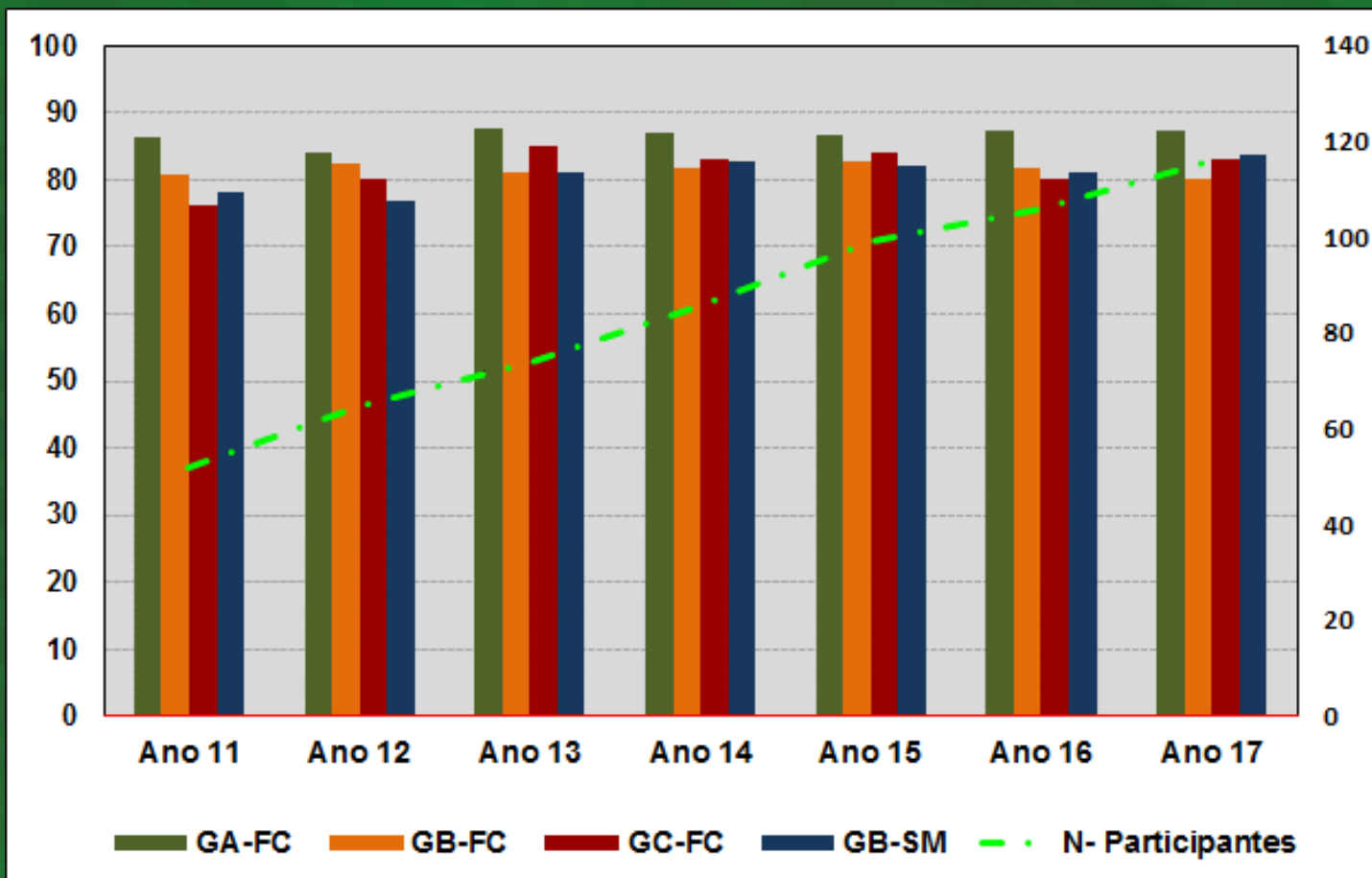
Comparação dos ID's



Comparação dos ID's



Comparação dos ID's



Conclusão

No 17º ano do ensaio do EPLNA, foi possível avaliar a eficácia dos métodos analíticos e comparar o desempenho dos laboratórios participantes.

Ressalta-se que o desempenho médio obtido para os ensaios do grupo A foi 87,4% de resultados satisfatórios o que apresenta valor acima da média do desempenho médio histórico (considerando os últimos 7 anos) é de 86,6%.

Os tipos de ensaios que apresentaram melhor precisão foi matéria seca e cinzas para o GA, DIVMS para o GC e P para o GB.

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, 110 p.
3. ABNT ISO/IEC GUIA 43-1, 1999, **Ensaio de Proficiência por Comparações Interlaboratoriais** - Parte 1: Desenvolvimento e Operação de Programas de Ensaio de Proficiência.
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.

Obrigado

gilberto.souza@embrapa.br



Ministério da
Agricultura, Pecuária
e Abastecimento

