



INTERLAB

PROGRAMA DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA

RELATÓRIO RODADA 2016

**UMIDADE, CINZAS, PROTEÍNAS, FIBRA ALIMENTAR
em
farinha de aveia**

**UMIDADE, CINZAS, PROTEÍNAS, FIBRA BRUTA
em
ração para cães**

Novembro / 2016

INTERLAB

PROGRAMA DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA

Cadastrado no EPTIS

RELATÓRIO RODADA 2016

UMIDADE, CINZAS, PROTEÍNAS, FIBRA ALIMENTAR em farinha de aveia
UMIDADE, CINZAS, PROTEÍNAS, FIBRA BRUTA em ração para cães

PROVEDOR DO ENSAIO DE PROFICIÊNCIA:



Fundação de Ciência e Tecnologia

Departamento de Alimentos

Rua Washington Luiz, 675

90010-460 – Porto Alegre – RS

Contatos:

- (51) 3287 2087
- interlab@cientec.rs.gov.br

ORGANIZAÇÃO:

Sônia Martinelli – Coordenação
Francisco Schneider Neto

COMITÊ CONSULTOR:

Cyntia Vieira Bonatto
Eliane Maria Manara Rossoni
Ernesto Diestel Junior
Everton Conceicao Silveira
Fernanda Marques de Souza Godinho
Gilnei Pestano Arnold
Iolanda Dill Fernandes
João Alberto Fiorentini
Jonathan Vaz Martins Silva
Lina Yamachita Oliveras
Norma Magalhães Duarte Mergel

Este Relatório substitui o Relatório rev.00 – INTERLAB Rodada 2016, emitido em 30 de setembro de 2016, corrigindo, na página 32/56, a Referência Bibliográfica (39) INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. ISO 13528 - Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons. 2005. 66p para: INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. ISO 13528 - Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons. 2015. 90p.

ÍNDICE

1	Introdução	4
2	Objetivo.....	4
3	Laboratórios Participantes.....	4
4	Comunicação e Confidencialidade.....	4
5	Itens de Ensaio.....	5
5.1	Preparação.....	5
5.2	Identificação.....	5
5.3	Homogeneidade e Estabilidade.....	5
5.3.1	Ensaio para os Estudos da Homogeneidade e da Estabilidade.....	5
5.3.2	Estudo da Homogeneidade.....	6
5.3.3	Estudo da Estabilidade.....	6
6	Técnicas Estatísticas e Parâmetros utilizados na Análise dos Resultados.....	6
6.1	Desempenho dos Laboratórios.....	6
6.2	Determinação dos Valores Designados e Incertezas.....	7
6.2.1	Umidade.....	7
6.2.2	Cinzas e Proteínas.....	7
6.2.3	Gorduras totais.....	7
6.2.4	Fibra Alimentar e Fibra Bruta.....	8
6.2.5	Médias Robustas e Valores Designados.....	8
6.2.6	Incertezas	9
6.3	Determinação dos Desvios Padrão.....	9
6.4	Resumo dos Parâmetros para a Avaliação da Proficiência – Rodada 2016.....	10
7	Informações sobre a Execução dos Ensaio pelos Laboratórios Participantes.....	11
7.1	Sistema de Gestão da Qualidade.....	11
7.2	Métodos utilizados.....	11
7.2.1	Umidade.....	11
7.2.2	Cinzas.....	12
7.2.3	Proteínas.....	12
7.2.4	Gorduras totais.....	13
7.2.5	Fibra Alimentar.....	13
7.2.6	Fibra Bruta	14
8	Resultados e Avaliações de Desempenho dos Laboratórios Participantes.....	14
8.1	Umidade.....	15
8.1.1	Umidade - FA23 - farinha de aveia.....	15
8.1.2	Umidade - RC24 - ração para cães.....	16
8.2	Cinzas.....	17
8.2.1	Cinzas - FA23 - farinha de aveia.....	17
8.2.2	Cinzas - RC24 - ração para cães.....	18
8.3	Proteínas.....	19
8.3.1	Proteínas - FA23 - farinha de aveia.....	19
8.3.2	Proteínas - RC24 - ração para cães.....	20
8.4	Gorduras totais.....	20
8.4.1	Gorduras totais - FA23 - farinha de aveia.....	21
8.4.2	Gorduras totais - RC24 - ração para cães.....	22
8.5	Fibra Alimentar - FA23 - farinha de aveia.....	23
8.6	Fibra Bruta - RC24 - ração para cães.....	24
9	Comentários e Recomendações.....	24
9.1	Umidade.....	24
9.2	Cinzas.....	25
9.3	Proteínas.....	26
9.4	Gorduras totais.....	26
9.5	Fibra Alimentar.....	28
9.6	Fibra Bruta.....	28
9.7	Recomendações Gerais.....	28
10	Referências Bibliográficas.....	30
Anexos	33

1 Introdução

A ABNT NBR ISO/IEC 17025(12) – Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração – estabelece que “o laboratório deve ter procedimentos de controle da qualidade para monitorar a validade dos ensaios realizados”. Dentre as ferramentas indicadas para este monitoramento, destaca-se a participação em atividades de Ensaio de Proficiência.

Através da participação em Ensaio de Proficiência - EP, o laboratório verifica seu desempenho, principalmente, no que se refere à exatidão (grau de concordância com o valor designado) e à precisão (grau de concordância entre os valores encontrados) dos resultados.

Considerando que o desempenho obtido em Ensaio de Proficiência fornece informações sobre competência, a Coordenação Geral de Acreditação (Cgcre - Inmetro) estabeleceu a necessidade de o laboratório participar de atividades de EP para a sua acreditação e manutenção (36).

2 Objetivo

O Programa de Ensaio de Proficiência – INTERLAB, executado segundo requisitos da ABNT NBR ISO/IEC 17043(13), ABNT NBR ISO/IEC 17025(12) e ISO 13528(39), tem o objetivo de disponibilizar esta ferramenta a laboratórios de ensaios químicos em alimentos. Conhecendo o seu desempenho, o laboratório pode analisar a sistemática de execução dos ensaios de rotina e identificar possíveis problemas, a partir dos quais, poderá definir ações corretivas, preventivas e de melhoria. Além disso, pode validar e confirmar que opera adequadamente os métodos utilizados, estimar a incerteza de medição e avaliar a eficiência de seus controles internos.

3 Laboratórios Participantes

O Programa de Ensaios de Proficiência – INTERLAB foi divulgado, através de correio eletrônico, a laboratórios brasileiros, públicos e privados, que executam ensaios químicos em alimentos na sua rotina. Essa rodada contou com 20 laboratórios participantes, abrangendo 10 estados do Brasil. Dentre esses laboratórios, foram identificados 9 com reconhecimento, segundo ABNT NBR ISO/IEC 17025(12), para os ensaios da rodada (destes, 08 possuem acreditação Cgcre). Os laboratórios cujo escopo de acreditação ou reconhecimento inclui os ensaios da rodada foram considerados especialistas.

4 Comunicação e Confidencialidade

Anexados ao e-mail de divulgação desta rodada do INTERLAB, os laboratórios receberam o Protocolo 2016 e o Formulário de Inscrição correspondente.

Através do preenchimento do Formulário de Inscrição, os laboratórios interessados efetivaram sua participação, manifestando-se cientes e de acordo com as condições expressas no Protocolo da Rodada. Cada laboratório inscrito recebeu um código numérico, através do qual passou a ser identificado, com vistas à garantia da confidencialidade. A Cientec, como provedor do Programa INTERLAB, tem o compromisso de manter a confidencialidade de informações específicas dos laboratórios, incluindo identificação, resultados e desempenhos.

Os itens de ensaios, distribuídos pelo correio (Sedex com aviso de recebimento), foram acompanhados de carta de comunicação de envio, formulário de “Recebimento dos Itens de Ensaios” e formulário de “Registro de Resultados” (também enviados por e-mail).

Os Laboratórios Participantes foram orientados a devolverem os formulários “Recebimento dos Itens de Ensaios” e “Registro de Resultados”, após preenchidos, por e-mail ou pelo correio.

Os resultados apresentados neste relatório foram avaliados conforme recomendações e

técnicas estatísticas descritas nas ISO 13528(39), ABNT NBR ISO/IEC 17043(13), ABNT ISO Guia 35(15), ISO 5725-2(37), ISO 5725-5(38) e Protocolo Internacional Harmonizado(41).

O Laboratório Participante que tenha dúvidas, ou não concorde com a avaliação de desempenho fornecida, poderá solicitar esclarecimentos ou encaminhar apelação através do formulário F04 (INTERLAB Sugestão / Pedido de Esclarecimento / Apelação) que acompanha este relatório.

5 Itens de Ensaio

Os materiais para a obtenção dos itens de ensaio disponibilizados nesta rodada (farinha de aveia e ração para cães) foram adquiridos no mercado brasileiro e preparados pela Cientec. Após embalados, os itens de ensaio foram testados quanto à homogeneidade e à estabilidade.

Na execução do programa, os itens de ensaio foram enviados pelo correio (Sedex) conforme consta no Protocolo da Rodada, acompanhados do formulário de recebimento.

Não foram registradas perdas da integridade das embalagens ou anormalidade no conteúdo das unidades recebidas pelos participantes.

5.1 Preparação

A preparação dos itens de ensaio envolveu as seguintes etapas:

- Peneiração - Para verificar a granulometria requerida, o material foi passado em peneira malha 20 mesh (0,84 mm).
- Homogeneização - O material foi misturado em homogeneizador de aço inox em forma de Y (TE 200/20 – Tecnal).
- Embalagem - Após pesagem em balança semi-analítica, quantidades individuais de 210 ± 10 g (FA23) e 120 ± 5 g (RC24) foram embaladas a vácuo em sacos (30x20 cm) de polietileno multicamadas com uma das faces aluminizada (Anexo 20).
- Amostragem - A amostragem para os estudos da homogeneidade e da estabilidade foi executada, conforme procedimento Cientec PO 708.65.002 (31), de acordo com a ISO 13528, Anexo B, item B1c (39).

5.2 Identificação

Os itens de ensaio foram identificados conforme matriz utilizada e ensaios ofertados.

Tabela 1 – Identificação do item de ensaio e determinações do INTERLAB - Rodada 2016

ITEM DE ENSAIO	ESCOPO DA RODADA	
	MATRIZ	ENSAIOS
FA23	farinha de aveia	umidade, cinzas, proteínas, gorduras totais, fibra alimentar
RC24	ração para cães	umidade, cinzas, proteínas, gorduras totais, fibra bruta

5.3 Homogeneidade e Estabilidade

5.3.1 Ensaios para os Estudos da Homogeneidade e da Estabilidade

Os ensaios de umidade e cinzas, utilizados nos estudos da homogeneidade e estabilidade, foram efetuados no Departamento de Química da CIENTEC por análise termogravimétrica utilizando analisador termogravimétrico TGA 701.

Tabela 2 – Método de ensaio utilizado nos estudos da homogeneidade e estabilidade

ITEM DE ENSAIO	Ensaio	Método de Ensaio
FA23	umidade, cinzas	ASTM D7582-12 (4)
RC24		

5.3.2 Estudo da Homogeneidade

Os estudos foram conduzidos de acordo com o procedimento CIENTEC PO. 708.65.002(31) com o objetivo de verificar se os itens de ensaio são adequadamente homogêneos para as características a serem determinadas.

Foram efetuados estudos da homogeneidade em uma unidade (intra/dentro) e entre unidades de itens de ensaio do mesmo material (inter/entre). Os estudos da homogeneidade foram relativos à umidade e a cinzas em base seca (b.s.).

A homogeneidade intra (dentro) foi determinada pela execução dos ensaios, em condições de repetibilidade, em 10 replicatas de 01 unidade escolhida de forma aleatória.

Com base nos resultados dos ensaios e no limite de repetibilidade estabelecido, concluiu-se que os itens de ensaio de proficiência apresentam homogeneidade intra (Anexo 1).

No caso da homogeneidade entre unidades (inter), foram efetuados ensaios (duplicata) em 10 unidades, escolhidas de forma estatisticamente aleatória.

Os resultados das determinações foram avaliados através da análise de variância ANOVA - fator único, com nível de confiança de 95%.

Concluiu-se que os itens de ensaio de proficiência apresentam homogeneidade entre unidades (Anexo 2).

5.3.3 Estudo da Estabilidade

As condições da estabilidade dos itens de ensaio foram verificadas quanto à umidade e a cinzas b.s., abrangendo o período entre as datas da sua produção e após o recebimento dos resultados dos Laboratórios Participantes. As unidades dos itens de ensaio foram mantidas à temperatura ambiente em local seco e protegido da luz.

Os ensaios foram efetuados em 06 unidades, escolhidas de forma estatisticamente aleatória, no período de maio a agosto de 2016.

Os resultados foram avaliados segundo o procedimento descrito na ISO 13528, Anexo B, item B5 (39), que considera a amostra adequadamente estável quando:

$$|x-y| \leq 0,3s \quad \text{sendo, } x \text{ média obtida no estudo da homogeneidade (entre unidades)}$$

$$y \text{ média geral obtida no estudo da estabilidade}$$

$$s \text{ desvio padrão do estudo, valor Horwitz e HorRat}$$

Concluiu-se que os itens de ensaio demonstraram estabilidade adequada (Anexo 3).

6 Técnicas Estatísticas e Parâmetros utilizados na Análise dos Resultados

6.1 Desempenho dos Laboratórios

A avaliação do desempenho dos Laboratórios Participantes, utilizando os valores designados, obtidos conforme descrito no item 6.2, e os respectivos desvios padrão, estabelecidos para a rodada (item 6.3), foi efetuada através do z-escore dos resultados, onde:

$$z\text{-escore} = (x-X) / s$$

sendo,

x resultado do Laboratório Participante

X valor designado (item 6.2)

s desvio padrão da rodada 2016 (item 6.3)

O desempenho individual do Laboratório Participante foi calculado para cada uma das determinações efetuadas. Como resultado x , foi considerado o resultado informado pelo laboratório (calculado em base seca, b.s.).

Os valores obtidos foram interpretados segundo os seguintes critérios:

$|z| \leq 2$ - Resultado satisfatório

$2 < |z| < 3$ - Resultado questionável

$|z| \geq 3$ - Resultado insatisfatório

6.2 Determinação dos Valores Designados e Incertezas

Para cada parâmetro foi calculada a média robusta dos resultados válidos informados pelos Laboratórios Participantes, excluídos erros grosseiros. Considera-se resultado com erro grosseiro aquele que, comparado com a média robusta dos resultados de todos os laboratórios, apresenta diferença maior que 5 vezes o desvio padrão robusto.

Para confirmação do valor obtido, foi calculada a média robusta considerando somente os resultados dos Laboratórios Especialistas. As médias robustas dos resultados dos Laboratórios Participantes comparadas com as dos Laboratórios Especialistas não apresentaram diferença maior que o limite de reprodutibilidade.

A média robusta de cada parâmetro do escopo foi considerada valor designado nos casos em que o conjunto de resultados válidos fornece respaldo estatístico e os métodos utilizados sejam equivalentes, garantindo a exatidão requerida para avaliação z-escore.

Desta forma, conforme consta no Protocolo da Rodada, para os parâmetros cujo grupo de resultados emitidos pelos laboratórios não permite que a média robusta seja utilizada como valor designado, não foram calculados os z-escores correspondentes, ficando a critério de cada laboratório fazer a sua própria avaliação.

6.2.1 Umidade

O protocolo da rodada informa que o resultado para cada item de ensaio reportado pelo laboratório seria utilizado somente para a conversão dos demais parâmetros à base seca, uma vez que a estabilidade e a homogeneidade entre os itens de ensaio distribuídos não poderiam ser garantidas após as embalagens serem abertas, em especial, devido a diferenças ambientais regionais.

Entretanto, considerando que os resultados obtidos indicam que a homogeneidade e a estabilidade foram mantidas, assim como, fornecem respaldo estatístico para a definição do valor designado, optou-se por incluir a avaliação da umidade nesta rodada, além de utilizá-la para a conversão dos demais parâmetros à base seca.

6.2.2 Cinzas e Proteínas

Para cinzas e proteínas de cada item de ensaio, o valor designado corresponde à média robusta dos resultados, convertidos à base seca com a correspondente média da umidade informada pelos laboratórios, excluídos erros grosseiros

6.2.3 Gorduras totais

Com relação à determinação de gorduras totais, a maior parte dos laboratórios utilizou método de extração direta por soxhlet e outra, menor, realizou hidrólise ácida prévia.

Os resultados reportados evidenciaram a formação de dois grupos distintos, sendo significativamente maiores os teores obtidos através de hidrólise prévia, em especial no item de ensaio RC24 – ração para cães (diferença relativa de 20% na farinha de aveia e 67% na ração para cães), indicando que os métodos não se mostraram equivalentes.

Desta forma, a média robusta de cada grupo de resultados foi calculada separadamente e deve ser considerada valor informativo, uma vez que não se pode garantir a exatidão necessária para a avaliação z-escore (exatidão/precisão), fornecendo especificamente informações sobre o desempenho do laboratório na execução do método utilizado (precisão). Cabe ao laboratório fazer sua avaliação e análise crítica sobre a escolha da técnica que seja mais apropriada à matriz quanto à precisão e à exatidão requerida (ver comentários item 9.4).

NOTA As médias robustas não foram adotadas como valores designados, devido à possibilidade de o método utilizado não ser o mais apropriado à matriz ou ao grupo ser composto por um reduzido número de laboratórios.

6.2.4 Fibra alimentar e Fibra bruta

Com relação às determinações de fibra alimentar em FA23 – farinha de aveia e de fibra bruta em RC24 – ração para cães, devido ao número de laboratórios participantes, associado aos valores de desvio padrão robusto, desvio padrão robusto relativo, incerteza e critério HorRat (precisão interlaboratorial) calculados, não houve respaldo estatístico para que a média robusta possa ser utilizada como valor designado. Assim sendo, os valores da média robusta destas determinações devem ser considerados informativos, ficando a avaliação a critério de cada Laboratório.

6.2.5 Médias Robustas e Valores Designados

As Tabelas 3 e 4 apresentam as médias robustas de cada parâmetro do escopo da rodada e valores designados cabíveis.

Tabela 3 – Médias Robustas e Valores Designados para o Item de Ensaio FA23 - Rodada 2016

Item de Ensaio	Determinação	Média robusta		VALOR DESIGNADO	Unidade	Limite de reprodutibilidade (2,8.s)	
		Laboratórios Participantes	Laboratórios Especialistas				
FA23	Umidade	9,62	9,87	9,62	g/100g	1,43	
	Cinzas, b.s.	2,03	2,03	2,03	g/100g	0,17	
	Proteínas, b.s.	15,59	15,21	15,59	g/100g	1,62	
	Gorduras totais, b.s.	extr. direta	7,41	7,34	*	g/100g	-
		hidrólise	8,88	8,80	*	g/100g	-
Fibra alimentar, b.s.	9,00	8,85	*	g/100g	-		

*valores das médias robustas devem ser considerados informativos - avaliação a critério de cada Laboratório

Tabela 4 – Médias Robustas e Valores Designados para o Item de Ensaio RC24 - Rodada 2016

Item de Ensaio	Determinação	Média robusta		VALOR DESIGNADO	Unidade	Limite de reprodutibilidade (2,8.s)	
		Laboratórios Participantes	Laboratórios Especialistas				
RC24	Umidade	8,49	8,48	8,49	g/100g	1,01	
	Cinzas, b.s.	10,02	10,03	10,02	g/100g	0,41	
	Proteínas, b.s.	22,00	21,86	22,00	g/100g	1,61	
	Gorduras totais, b.s.	extr. direta	5,44	5,43	*	g/100g	-
		hidrólise	9,09	8,88	*	g/100g	-
Fibra bruta, b.s.	2,38	2,23	*	g/100g	-		

*valores das médias robustas devem ser considerados informativos - avaliação a critério de cada Laboratório

6.2.6 Incertezas

A incerteza padrão dos valores designados e valores informativos foi estimada segundo item 5.6.2 da ISO 13528(39). A incerteza pode ser considerada negligenciável quando atende ao critério $u_{vd} \leq 0,3s$, segundo item 4.2 da ISO 13528(39).

Tabela 5 – Avaliação da incerteza do INTERLAB – 2016 para FA23 – farinha de aveia

	FA23 – farinha de Aveia					
	Umidade	Cinzas, b.s.	Proteínas, b.s.	Gorduras b.s.		Fibra alimentar, b.s.
				direta	hidrólise	
Desvio padrão robusto (σ)	0,510	0,061	0,577	0,540	0,020	1,238
Nº Lab. Participantes* (p)	18	17	16	10	3	7
Incerteza: $u_{vd} = (1,25 \cdot \sigma) / \sqrt{p}$	0,150	0,018	0,180	0,213	0,014	0,585
Desvio padrão rodada (s)	0,510	0,061	0,577	0,540	0,020	1,238
critério 0,3s	0,153	0,018	0,173	0,162	0,006	0,371
$u_{vd} \leq 0,3s$	atende	atende	não atende	não atende	não atende	não atende
Conclusão	negligenciável	negligenciável	não-negligenciável	não-negligenciável	nãonegligenciável	não-negligenciável

* excluídos os laboratórios com erros grosseiros

Tabela 6 – Avaliação da incerteza do INTERLAB – 2016 para RC24 – ração para cães

	RC24 – ração para cães					
	Umidade	Cinzas, b.s.	Proteínas, b.s.	Gorduras b.s.		Fibra bruta, b.s.
				direta	hidrólise	
Desvio padrão robusto (σ)	0,362	0,145	0,851	0,309	0,523	0,933
Nº Lab. Participantes* (p)	14	13	12	7	4	9
Incerteza: $u_{vd} = (1,25 \cdot \sigma) / \sqrt{p}$	0,121	0,050	0,307	0,146	0,327	0,389
Desvio padrão rodada (s)	0,362	0,145	0,575	0,309	0,523	0,933
critério 0,3s	0,109	0,044	0,172	0,093	0,157	0,280
$u_{vd} \leq 0,3s$	não atende	não atende	não atende	não atende	não atende	não atende
Conclusão	não-negligenciável	não-negligenciável	não-negligenciável	não-negligenciável	não-negligenciável	não-negligenciável

* excluídos os laboratórios com erros grosseiros

6.3 Determinação dos Desvios Padrão

Os desvios padrão deste ensaio de proficiência foram determinados de acordo com o item 6 da ISO 13528(39).

Para cada determinação, conforme prevê o item 6.6 da ISO 13528(39), o desvio padrão do ensaio de proficiência foi definido a partir da avaliação dos valores do desvio padrão robusto dos Laboratórios Participantes, dos Laboratórios Especialistas, do desvio padrão de estudos referentes à matriz da mesma natureza e do desvio padrão estimado a partir do critério HorRat (precisão interlaboratorial) - HorRat igual a 1 com limites de aceitabilidade de 0,5 a 2,0 -, considerando que o correspondente desvio padrão relativo seja adequado aos propósitos dos resultados.

Tabela 7 – Desvio padrão do EP - Rodada 2016

Item de Ensaio	Determinação	Desvio Padrão							
		Desvio padrão robusto		Rodadas anteriores	Estudos de métodos	HorRat		Rodada 2016	
		Lab. Participantes	Lab. Especialistas			1,0	2,0		
FA23	Umidade	0,510	0,498	-	-	0,280	0,550	0,510	
	Cinzas, b.s.	0,061	0,067	-	-	0,075	0,145	0,061	
	Proteínas, b.s.	0,577	0,233	-	-	0,430	0,830	0,577	
	Gorduras totais, b.s.	extr. direta	0,540	0,400	-	-	0,225	0,445	*
		hidrólise	0,020	0,166	-	-	0,260	0,520	*
Fibra alimentar, b.s.	1,238	1,983	-	-	-	-	*		
RC24	Umidade	0,362	0,369		0,567(16)	0,250	0,500	0,362	
	Cinzas, b.s.	0,145	0,178	0,068(27)	0,171(16)	0,290	0,570	0,145	
	Proteínas, b.s.	0,851	0,654	0,398(27)	0,387(16)	0,575	1,115	0,575	
	Gorduras totais, b.s.	extr. direta	0,309	0,341	-	0,806(16)	0,175	0,343	*
		hidrólise	0,523	0,530	0,477(28)	0,716(16)	0,270	0,530	*
Fibra bruta, b.s.	0,933	0,843	0,399(29)	0,428(16)	-	-	*		

* valores de desvio-padrão devem ser considerados informativos - avaliação a critério de cada Laboratório

6.4 Resumo dos parâmetros para a avaliação da proficiência – Rodada 2016

Tabela 8 – Parâmetros da Rodada 2016

Item de Ensaio	Determinação	Média robusta	Desvio padrão robusto	Desvio padrão relativo	HorRat	Rodada 2016			
						Valor Designado	Desvio padrão	HorRat	
FA23	Umidade	9,62	0,510	5,30%	1,9	9,62	0,510	1,9	
	Cinzas, b.s.	2,03	0,061	3,00%	0,8	2,03	0,061	0,8	
	Proteínas, b.s.	15,59	0,577	3,70%	1,4	15,59	0,577	1,4	
	Gorduras totais, b.s.	extr. direta	7,41	0,540	7,29%	2,5	*	*	-
		hidrólise	8,88	0,020	0,23%	0,1	*	*	-
Fibra alimentar, b.s.	9,00	1,238	13,76%	4,8	*	*	-		
RC24	Umidade	8,49	0,362	4,26%	1,5	8,49	0,362	1,5	
	Cinzas, b.s.	10,02	0,145	1,45%	0,5	10,02	0,145	0,5	
	Proteínas, b.s.	22,00	0,851	3,87%	1,5	22,00	0,575	1,0	
	Gorduras totais, b.s.	extr. direta	5,44	0,309	5,68%	1,8	*	*	-
		hidrólise	9,09	0,523	5,75%	2,0	*	*	-
Fibra bruta, b.s.	2,38	0,933	39,20%	11,2	*	*	-		

*valores de média robusta e desvio padrão robusto devem ser considerados informativos

7 Informações sobre a Execução dos Ensaios pelos Laboratórios Participantes

Detalhes sobre a execução dos ensaios foram obtidos através do formulário “Registro de Resultados” que solicitava, além do resultado e de informações sobre gestão da qualidade, informações específicas para cada determinação, tais como: valores das replicatas, método/procedimento, equipamentos, temperaturas/tempos, controles (Anexos 4, 5, 6, 7, 8 e 9).

7.1 Sistema de Gestão da Qualidade

Com relação à gestão da qualidade, dos 20 Laboratórios Participantes, 10 possuem algum tipo de reconhecimento segundo a ABNT NBR ISO/IEC 17025(12) para os ensaios da rodada (08 com acreditação), 15 informaram que adotam procedimentos para o controle de resultados, 15 que utilizam procedimentos para calibração de equipamentos e 14 que usam material de referência.

7.2 Métodos Utilizados

Os laboratórios foram orientados a realizar as determinações conforme rotina e, de acordo com o solicitado, referenciar os métodos utilizados. Pelas informações obtidas, observa-se a distribuição percentual aproximada de laboratório por tipo de método na tabela a seguir.

Tabela 9 – Distribuição percentual – Laboratórios por tipo de método utilizado

Métodos utilizados	% de Laboratórios por determinação									
	FA23					RC24				
	cinzas	proteínas	gorduras	fibra alimentar	umidade	cinzas	proteínas	gorduras	fibra bruta	umidade
Métodos de ensaios publicados por organizações reconhecidas na área, tais como AOAC International, AACC International, ASTM e ISO	33%	56%	29%	78%	37%	23%	50%	17%	11%	29%
Métodos de ensaios publicados por organizações da área, tais como Instituto Adolfo Lutz (IAL), Sindrirações (CBAA)	50%	19%	57%	11%	42%	23%	8%	33%	33%	21%
Métodos publicados por organismo regulador - MAPA	17%	19%	7%	0%	21%	54%	42%	42%	44%	50%
Procedimento interno do laboratório, manual de fabricante de equipamentos	0%	6%	7%	11%	0%	0%	0%	8%	11%	0%
Número de laboratórios que realizaram cada determinação	18	16	14	9	19	13	12	12	9	14

7.2.1 Umidade

Dos Laboratórios Participantes, 19 efetuaram determinação de umidade em farinha de aveia e 14 em ração para cães (Anexo 4 – Informações dos Laboratórios sobre o método usado na determinação de Umidade). Destes, mais de 90% realizou a determinação em estufa. Para farinha de aveia, 63% utilizou peso constante e 32% tempo fixo. Quanto à ração para cães, 64% utilizou peso constante e 29% tempo fixo. As temperaturas máxima e mínima em estufa convencional e ar forçado foram de 135°C e 105°C. Os laboratórios que utilizaram tempo fixo relataram tempos variados (1 a 7h). Apenas 01 laboratório utilizou analisador termogravimétrico (TGA).

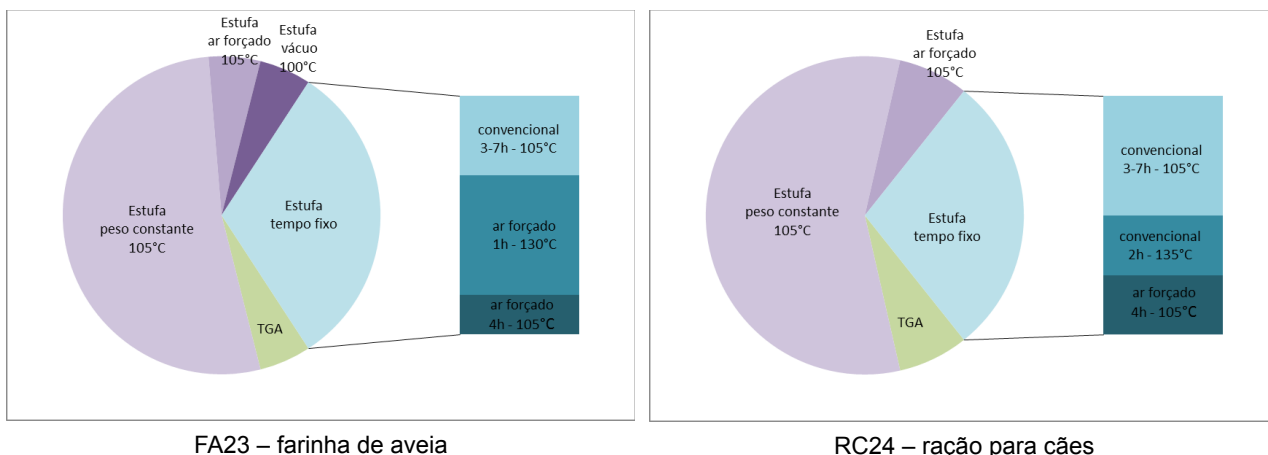


Figura 1 - Distribuição das informações sobre os métodos utilizados pelos laboratórios para umidade

7.2.2 Cinzas

Dentre os Laboratórios Participantes, 18 efetuaram determinações de cinzas em farinha de aveia e, em ração para cães, 13 (Anexo 5 – Informações dos Laboratórios sobre o método usado na determinação de Cinzas). A maioria, independentemente do item de ensaio ou da técnica, peso constante (light gray ash) ou tempo fixo, utilizou temperatura na faixa de 550-600°C. Um laboratório determinou cinzas utilizando equipamento automático de análise termogravimétrica (TGA).

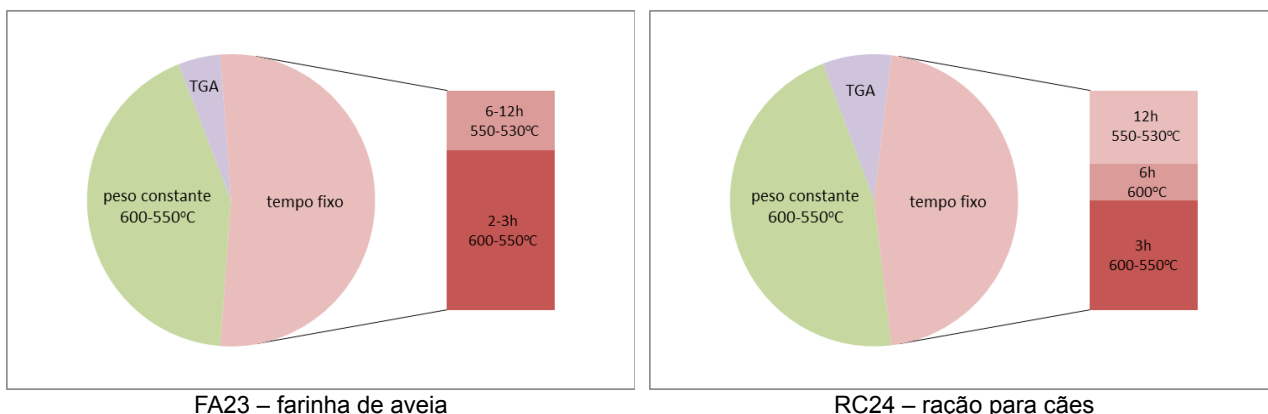


Figura 2 - Distribuição das informações sobre os métodos utilizados pelos laboratórios para cinzas

7.2.3 Proteínas

Dentre os Laboratórios Participantes, 16 efetuaram determinações de proteínas em farinha de aveia e, em ração para cães, 12 (Anexo 6 – Informações dos Laboratórios sobre o método usado na determinação de Proteínas).

Os métodos utilizados calculam o valor percentual de proteínas através da determinação do percentual de nitrogênio e uso de fator de conversão específico. A maioria dos laboratórios utilizou a técnica de determinação de nitrogênio pelo processo de digestão por Kjeldahl, seguido das etapas de destilação e titulação.

Os fatores de conversão de nitrogênio para proteínas de 5,75 (farinha de aveia) e 6,25 (ração para cães) foram informados aos Laboratórios no formulário de “Registro de Resultados”.

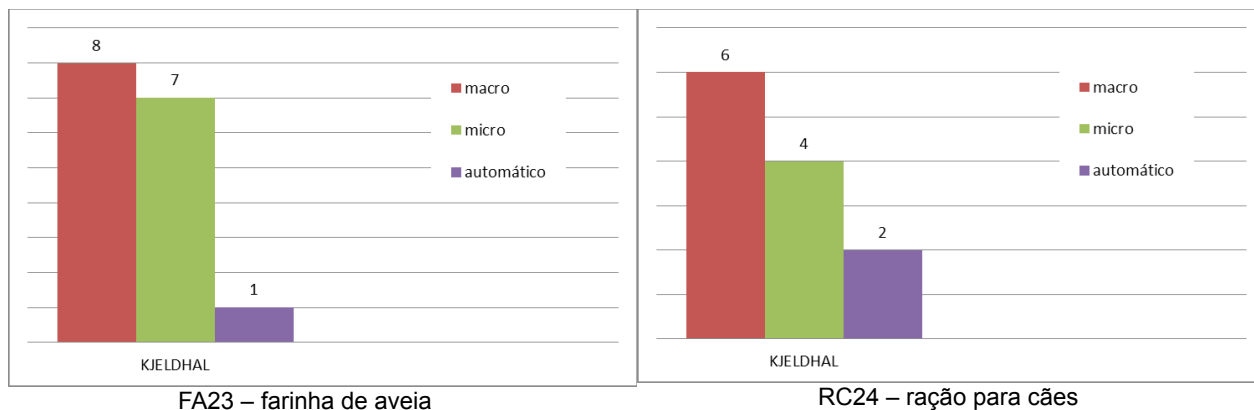


Figura 3 - Distribuição das informações sobre os métodos utilizados pelos laboratórios para proteínas

7.2.4 Gorduras totais

A maioria dos Laboratórios que determinaram gorduras realizou extração direta, tanto na farinha de aveia (71%), como na ração para cães (80%) (Anexo 7 – Informações dos Laboratórios sobre o método usado na determinação de Gorduras Totais).

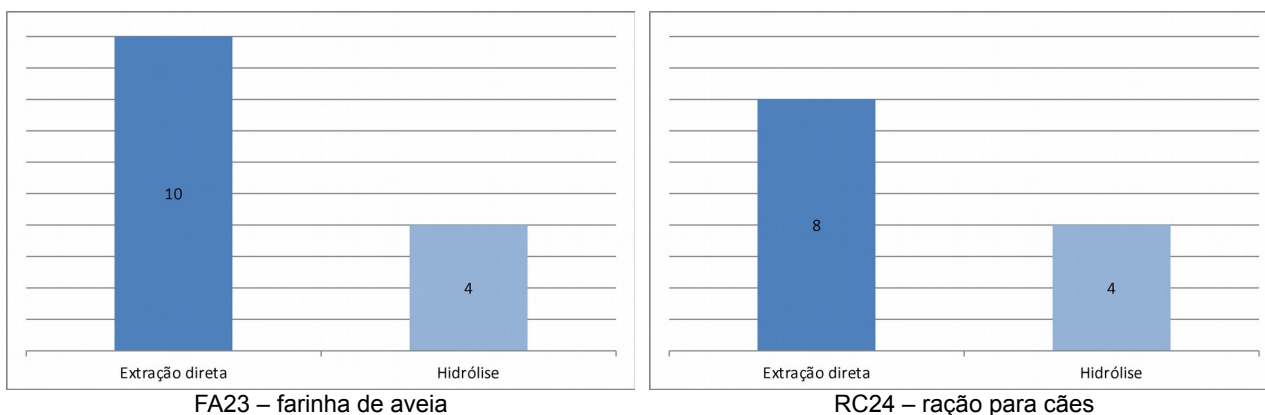


Figura 4 - Distribuição das informações sobre os métodos utilizados pelos laboratórios para gorduras totais

7.2.5 Fibra Alimentar

Dentre os Laboratórios Participantes, 09 efetuaram determinação de fibra alimentar em farinha de aveia. Foi utilizado o método enzimático-gravimétrico com tratamento enzimático tampão MES-TRIS, 6, ou tampão fosfato, 3 (Anexo 8 – Informações dos Laboratórios sobre o método usado na determinação de Fibra Alimentar).

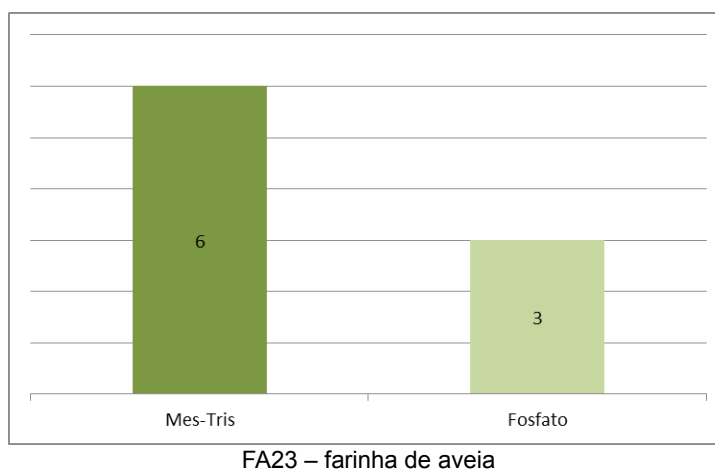
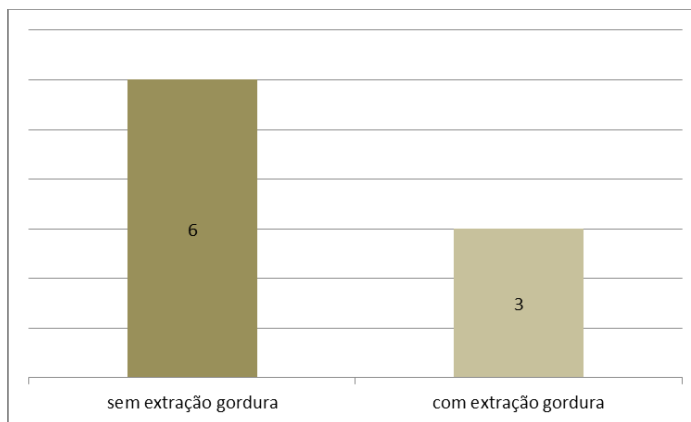


Figura 5 - Distribuição das informações sobre os métodos utilizados pelos laboratórios para fibra alimentar

7.2.6 Fibra bruta

Dentre os Laboratórios Participantes, 09 efetuaram determinação de fibra bruta (Anexo 9 – Informações dos Laboratórios sobre o método usado na determinação de Fibra Bruta). Destes, 03 informaram que realizaram extração de gordura.



RC24 – ração para cães

Figura 6 - Distribuição das informações sobre os métodos utilizados pelos laboratórios para fibra bruta

8 Resultados e Avaliações de Desempenho dos Laboratórios Participantes

De acordo com as orientações recebidas, os Laboratórios Participantes relataram os resultados obtidos.

As tabelas a seguir apresentam os resultados e as respectivas avaliações de desempenho através do z-escore ($|z|$), onde:

- $|z| \leq 2$: Resultado satisfatório;
- $2 < |z| < 3$: Resultado questionável;
- $|z| \geq 3$: Resultado insatisfatório.

Para cada determinação, o z-escore obtido pelo laboratório refere-se ao resultado informado como a média das replicatas (vias) efetuadas no ensaio. Cabe ao laboratório fazer a análise crítica quanto a sua repetibilidade ou precisão intermediária.

8.1 Umidade

Os resultados relativos à determinação de umidade dos itens de ensaio desta rodada foram também utilizados para o cálculo dos demais parâmetros em base seca (b.s.).

8.1.1 Umidade – FA23 – farinha de aveia

A Tabela 10 apresenta os resultados e os z-escores referentes à umidade no item de ensaio da rodada FA23 – farinha de aveia, sendo:

x = resultado de umidade (média)

X = 9,62 g/100g (valor designado)

s = 0,510 (desvio padrão da rodada)

z -escore = $(x-X)/s$

Tabela 10 – Resultados de umidade - FA23

Código Lab.	Umidade - FA23				Desvio padrão	Resultado g/100g	z-escore $(x-X)/s$
	Replicatas g/100g						
1	9,72	9,66	-	-	0,04	9,69	0,1
2	9,78	9,91	9,92	9,82	0,07	9,86	0,5
3	10,00	9,93	10,00	9,95	0,04	9,97	0,7
4	*	*	*	*	*	*	*
5	9,94	9,85	9,92	9,87	0,04	9,90	0,5
6	12,56	12,50	12,54	12,52	0,03	12,53	5,7
7	9,94	9,94	10,03	10,11	0,08	10,00	0,7
8	10,13	10,23	9,99	9,98	0,12	10,08	0,9
9	9,09	9,11	9,13	9,17	0,03	9,12	-1,0
10	9,38	9,54	9,58	9,59	0,10	9,52	-0,2
11	9,36	9,94	9,27	9,16	0,35	9,43	-0,4
12	9,40	9,50	9,60	9,70	0,13	9,55	-0,1
13	8,41	8,50	8,25	8,44	0,11	8,40	-2,4
14	9,05	9,06	9,09	8,96	0,06	9,04	-1,1
15	8,90	8,99	8,93	8,95	0,04	8,94	-1,3
16	10,60	10,53	10,60	10,54	0,04	10,57	1,9
17	8,47	8,52	8,78	8,88	0,20	8,66	-1,9
18	10,04	9,97	9,96	9,97	0,04	9,99	0,7
19	9,95	10,11	10,08	9,99	0,08	10,03	0,8
20	9,69	9,67	9,57	9,71	0,06	9,66	0,1

*não determinou umidade

O Anexo 10 apresenta os gráficos da dispersão dos resultados de umidade dos Laboratórios Participantes e da distribuição dos z-escores, considerando o valor designado (item 6.2), o desvio padrão para proficiência (item 6.3) e o resultado (informado pelo Laboratório).

8.1.2 Umidade – RC24 - ração para cães

A Tabela 11 apresenta os resultados e os z-escores referentes a umidade no item de ensaio da rodada, RC24 – ração para cães, sendo:

x = resultado de umidade (média)

X = 8,49 g/100g (valor designado)

s = 0,362 (desvio padrão da rodada)

z-escore = $(x-X)/s$

Tabela 11 – Resultados de umidade - RC24

Código Lab.	Umidade - RC24				Desvio padrão	Resultado g/100g	z-escore $(x-X)/s$
	Replicatas g/100g						
1	8,79	8,68	-	-	0,08	8,74	0,7
2	8,47	8,39	8,36	8,37	0,05	8,40	-0,2
3	8,25	8,19	8,17	8,17	0,04	8,20	-0,8
4	8,93	8,86	8,68	8,77	0,11	8,81	0,9
5	8,98	8,99	8,96	8,97	0,01	8,98	1,4
6	*	*	*	*	*	*	*
7	8,56	8,62	8,52	8,59	0,04	8,57	0,2
8	9,11	9,24	8,87	9,12	0,16	9,08	1,6
9	8,15	8,19	8,20	8,20	0,02	8,18	-0,9
10	8,49	8,49	8,53	8,57	0,04	8,52	0,1
11	*	*	*	*	*	*	*
12	8,40	8,20	8,40	8,30	0,10	8,32	-0,5
13	*	*	*	*	*	*	*
14	8,45	8,54	8,59	8,46	0,07	8,51	0,1
15	8,17	8,18	8,17	8,16	0,01	8,17	-0,9
16	*	*	*	*	*	*	*
17	7,86	7,91	7,91	7,97	0,04	7,91	-1,6
18	8,53	8,50	8,52	8,49	0,02	8,51	0,1
19	*	*	*	*	*	*	*
20	*	*	*	*	*	*	*

*não determinou umidade

O Anexo 11 apresenta os gráficos da dispersão dos resultados de umidade dos Laboratórios Participantes e da distribuição dos z-escores, considerando o valor designado (item 6.2), o desvio padrão para proficiência (item 6.3) e o resultado (informado pelo Laboratório).

8.2 Cinzas

8.2.1 Cinzas – FA23 - farinha de aveia

A Tabela 12 apresenta os resultados e os z-escores referentes a cinzas b.s. no item de ensaio da rodada FA23 – farinha de aveia, sendo:

x = resultado de cinzas (média) convertido em base seca com o resultado de umidade (média), informado pelo laboratório

X = 2,03 g/100g (valor designado - cinzas, b.s.)

s = 0,061 (desvio padrão da rodada - cinzas, b.s.)

z-escore = $(x-X)/s$

Tabela 12 – Resultados de cinzas - FA23

Código Lab.	Cinzas – FA23				Desvio padrão	Resultado g/100g	Umidade g/100g	Resultado b.s. g/100g	z-escore b.s. $(x-X)/s$
	Replicatas g/100g								
1	1,83	-	-	-	-	1,83	9,69	2,03	0,0
2	1,73	1,83	1,80	1,95	0,09	1,82	9,86	2,02	-0,2
3	2,16	2,15	2,13	2,17	0,02	2,15	9,97	2,39	5,9
4	*	*	*	*	*	*	*	*	*
5	1,91	1,94	1,90	1,94	0,02	1,92	9,90	2,13	1,6
6	1,83	1,81	1,81	1,81	0,01	1,82	12,53	2,08	0,8
7	1,82	1,82	1,90	1,84	0,04	1,85	10,00	2,06	0,5
8	*	*	*	*	*	*	*	*	*
9	1,80	1,84	1,86	1,88	0,03	1,84	9,12	2,02	-0,2
10	1,69	1,76	1,78	1,79	0,05	1,76	9,52	1,95	-1,3
11	1,81	1,79	1,78	1,81	0,02	1,80	9,43	1,99	-0,7
12	1,80	1,80	1,90	1,90	0,06	1,85	9,55	2,05	0,3
13	1,88	1,87	1,93	1,87	0,03	1,89	8,40	2,06	0,5
14	1,81	1,79	1,78	1,77	0,02	1,79	9,04	1,97	-1,0
15	1,87	1,83	1,89	1,86	0,03	1,86	8,94	2,04	0,2
16	1,85	1,85	1,88	1,86	0,01	1,86	10,57	2,08	0,8
17	1,84	1,77	1,84	1,80	0,03	1,81	8,66	1,98	-0,8
18	1,79	1,80	1,78	1,78	0,01	1,79	9,99	1,99	-0,7
19	1,98	1,91	1,96	1,93	0,03	1,94	10,03	2,16	2,1
20	1,80	1,76	1,78	1,77	0,02	1,78	9,66	1,97	-1,0

* não determinou cinzas

O Anexo 12 apresenta os gráficos da dispersão dos resultados de cinzas dos Laboratórios Participantes e da distribuição dos z-escores, considerando o valor designado (item 6.2), o desvio padrão para proficiência (item 6.3) e o resultado (informado pelo Laboratório) calculado em base seca.

8.2.2 Cinzas – RC24 - ração para cães

A Tabela 13 apresenta os resultados e os z-escores referentes a cinzas b.s. no item de ensaio da rodada RC24 – ração para cães, sendo:

x = resultado de cinzas (média) convertido em base seca com o resultado de umidade (média), informado pelo laboratório

X = 10,02 g/100g (valor designado - cinzas, b.s.)

s = 0,145 (desvio padrão da rodada - cinzas, b.s.)

z-escore = $(x-X)/s$

Tabela 13 – Resultados de cinzas - RC24

Código Lab.	Cinzas – RC24				Desvio padrão	Resultado g/100g	Umidade g/100g	Resultado b.s. g/100g	z-escore b.s. $(x-X)/s$
	Replicatas g/100g								
1	9,39	-	-	-	-	9,39	8,74	10,29	1,9
2	9,21	9,16	9,19	9,13	0,03	9,17	8,40	10,01	-0,1
3	9,31	9,30	9,12	9,22	0,09	9,24	8,20	10,07	0,3
4	9,75	9,08	9,26	9,24	0,29	9,18	8,81	10,07	0,3
5	8,70	8,55	8,69	8,60	0,07	8,64	8,98	9,49	-3,7
6	*	*	*	*	*	*	*	*	*
7	9,53	9,36	9,22	9,36	0,13	9,37	8,57	10,25	1,6
8	*	*	*	*	*	*	*	*	*
9	9,18	9,21	9,22	9,24	0,03	9,21	8,18	10,03	0,1
10	9,11	9,12	9,13	9,17	0,03	9,13	8,52	9,98	-0,3
11	*	*	*	*	*	*	*	*	*
12	9,10	9,10	9,10	9,10	0,00	9,10	8,32	9,93	-0,6
13	*	*	*	*	*	*	*	*	*
14	9,12	9,01	9,19	9,08	0,08	9,10	8,51	9,95	-0,5
15	9,11	9,08	9,11	9,12	0,02	9,11	8,17	9,92	-0,7
16	*	*	*	*	*	*	*	*	*
17	9,13	9,10	9,10	9,14	0,02	9,12	7,91	9,90	-0,8
18	9,23	9,21	9,27	9,22	0,03	9,23	8,51	10,09	0,5
19	*	*	*	*	*	*	*	*	*
20	*	*	*	*	*	*	*	*	*

* não determinou cinzas

O Anexo 13 apresenta os gráficos da dispersão dos resultados de cinzas dos Laboratórios Participantes e da distribuição dos z-escores, considerando o valor designado (item 6.2), o desvio padrão para proficiência (item 6.3) e o resultado (informado pelo Laboratório) calculado em base seca.

8.3 Proteínas

8.3.1 Proteínas – FA23 - farinha de aveia

A Tabela 14 apresenta os resultados e z-escores referentes a proteínas b.s. no item de ensaio da rodada FA23 – farinha de aveia, sendo:

x = resultado de proteínas (média) convertido em base seca com o resultado de umidade (média), informado pelo laboratório

X = 15,59 g/100g (valor designado - proteínas, b.s.)

s = 0,577 (desvio padrão da rodada - proteínas, b.s.)

z-escore = $(x-X)/s$

Tabela 14 – Resultados de proteínas - FA23

Código Lab.	Proteínas – FA23				Desvio padrão	Resultado g/100g	Umidade g/100g	Resultado b.s. g/100g	z-escore b.s. $(x-X)/s$
	Replicatas g/100g								
1	14,33	-	-	-	-	14,33	9,69	15,87	0,5
2	13,67	13,79	13,67	13,82	0,08	13,74	9,86	15,24	-0,6
3	*	*	*	*	*	*	*	*	*
4	*	*	*	*	*	*	*	*	*
5	13,96	13,87	13,79	13,80	0,08	13,86	9,90	15,38	-0,4
6	13,66	13,82	13,82	13,66	0,09	13,74	12,53	15,71	0,2
7	13,89	13,63	13,80	13,79	0,11	13,78	10,00	15,31	-0,5
8	*	*	*	*	*	*	*	*	*
9	13,80	13,82	13,84	13,85	0,02	13,83	9,12	15,22	-0,6
10	15,35	15,35	15,41	15,42	0,04	15,38	9,52	17,00	2,4
11	*	*	*	*	*	*	*	*	*
12	14,13	14,17	14,20	14,22	0,04	14,18	9,55	15,68	0,2
13	15,04	14,48	14,64	14,24	0,33	14,60	8,40	15,94	0,6
14	12,87	12,74	12,80	12,80	0,05	12,80	9,04	14,07	-2,6
15	15,27	15,24	15,20	15,22	0,03	15,23	8,94	16,73	2,0
16	13,89	13,85	13,91	13,82	0,04	13,87	10,57	15,51	-0,1
17	13,62	13,74	13,92	13,94	0,15	13,80	8,66	15,11	-0,8
18	12,83	12,49	12,74	12,26	0,26	12,58	9,99	13,98	-2,8
19	15,02	15,11	15,14	15,20	0,08	15,11	10,03	16,79	2,1
20	14,32	14,14	14,24	14,25	0,07	14,24	9,66	15,76	0,3

* não determinou proteínas

O Anexo 14 apresenta os gráficos da dispersão dos resultados de proteínas dos Laboratórios Participantes e da distribuição dos z-escores, considerando o valor designado (item 6.2), o desvio padrão para proficiência (item 6.3) e o resultado (informado pelo Laboratório) calculado em base seca.

8.3.2 Proteínas – RC24

A Tabela 15 apresenta os resultados e z-escores referentes a proteínas b.s. no item de ensaio da rodada RC24 – ração para cães, sendo:

x = resultado de proteínas (média) convertido em base seca com o resultado de umidade (média), informado pelo laboratório

X = 22,00 g/100g (valor designado - proteínas, b.s.)

s = 0,575 (desvio padrão da rodada - proteínas, b.s.)

z -escore = $(x-X)/s$

Tabela 15 – Resultados de proteínas – RC24

Código Lab.	Proteínas – RC24				Desvio padrão	Resultado g/100g	Umidade g/100g	Resultado b.s. g/100g	z-escore b.s. $(x-X)/s$
	Replicatas g/100g								
1	21,17	-	-	-	-	21,17	8,74	23,20	2,1
2	20,16	20,06	20,18	20,01	0,08	20,10	8,40	21,94	-0,1
3	*	*	*	*	*	*	*	*	*
4	17,48	17,43	17,67	17,68	0,13	17,57	8,81	19,27	-4,8
5	20,42	20,39	20,39	20,33	0,04	20,38	8,98	22,39	0,7
6	*	*	*	*	*	*	*	*	*
7	20,07	20,20	20,25	20,18	0,08	20,18	8,57	22,07	0,1
8	*	*	*	*	*	*	*	*	*
9	19,97	19,97	20,02	20,43	0,22	20,10	8,18	21,89	-0,2
10	20,59	20,66	20,66	20,74	0,06	20,66	8,52	22,58	1,0
11	*	*	*	*	*	*	*	*	*
12	20,80	20,50	20,10	20,40	0,29	20,45	8,32	22,31	0,5
13	*	*	*	*	*	*	*	*	*
14	19,30	19,40	19,30	19,20	0,08	19,30	8,51	21,10	-1,6
15	22,64	22,23	22,52	22,32	0,19	22,43	8,17	24,43	4,2
16	*	*	*	*	*	*	*	*	*
17	19,83	20,01	19,95	19,97	0,08	19,94	7,91	21,65	-0,6
18	18,88	18,74	18,64	18,41	0,20	18,67	8,51	20,41	-2,8
19	*	*	*	*	*	*	*	*	*
20	*	*	*	*	*	*	*	*	*

* não determinou proteínas

O Anexo 15 apresenta os gráficos da dispersão dos resultados de proteínas dos Laboratórios Participantes e da distribuição dos z-escores, considerando o valor designado (item 6.2), o desvio padrão para proficiência (item 6.3) e o resultado (informado pelo Laboratório) calculado em base seca.

8.4 Gorduras totais

Devido aos resultados reportados evidenciarem a formação de dois grupos distintos, decorrentes da utilização de métodos que se demonstraram não equivalentes para as matrizes (extração direta e extração com hidrólise ácida prévia), a média robusta de cada grupo de resultados foi calculada separadamente e deve ser considerada valor informativo, uma vez que não se pode garantir a exatidão necessária para a avaliação z-escore (exatidão/precisão). As respectivas médias e desvios padrões robustos podem fornecer especificamente informações sobre o desempenho do laboratório na execução do método utilizado (precisão). Sugere-se ao laboratório fazer sua própria avaliação e a decorrente análise crítica sobre a escolha da técnica que seja mais apropriada à matriz quanto à precisão e à exatidão requerida.

8.4.1 Gorduras totais – FA23 - farinha de aveia

8.4.1.1 Gorduras totais por extração direta – FA23

A Tabela 16 apresenta os resultados de gorduras totais b.s. obtidas por extração direta (sem hidrólise prévia) no item de ensaio da rodada FA23 – farinha de aveia, sendo que a média robusta b.s. e o desvio padrão robusto dos laboratórios que utilizaram este método foram respectivamente de 7,41 g/100g e 0,540 (valores informativos).

Tabela 16 – Resultados de gorduras totais (extração direta) – FA23

Código Lab.	Gorduras (extração direta) – FA23				Desvio padrão	Resultado g/100g	Umidade g/100g	Resultado b.s. g/100g
	Replicatas g/100g							
1	6,20	6,29	-	-	0,06	6,25	9,69	6,92
2	6,44	6,31	6,50	6,62	0,13	6,47	9,86	7,18
5	7,03	6,84	7,08	7,07	0,11	7,01	9,90	7,78
6	6,37	6,17	6,35	6,30	0,09	6,30	12,53	7,20
10	6,76	6,76	6,77	6,80	0,02	6,77	9,52	7,48
12	5,96	5,90	5,90	5,93	0,03	5,92	9,55	6,55
13	7,96	7,92	7,91	8,01	0,05	7,95	8,40	8,68
14	7,11	6,92	6,90	6,81	0,13	6,93	9,04	7,62
15	7,25	7,11	7,41	7,22	0,12	7,25	8,94	7,96
17	6,61	6,58	6,58	6,61	0,02	6,59	8,66	7,21

O Anexo 16 apresenta os gráficos da dispersão dos resultados de gorduras totais dos Laboratórios Participantes.

8.4.1.2 Gorduras totais por extração com hidrólise ácida prévia- FA23

A Tabela 17 apresenta os resultados de gorduras totais b.s. obtidas por extração com hidrólise prévia no item de ensaio da rodada FA23 – farinha de aveia, sendo que a média robusta b.s. e o desvio padrão robusto dos laboratórios que utilizaram este método foram respectivamente de 8,88 g/100g e 0,020 (valores informativos).

Tabela 17 - Resultados de gorduras totais (hidrólise ácida) – FA23

Código Lab.	Gorduras (hidrólise ácida) – FA23				Desvio padrão	Resultado g/100g	Umidade g/100g	Resultado b.s. g/100g
	Replicatas g/100g							
7	7,78	7,98	7,75	7,78	0,11	7,82	10,00	8,69
9	8,04	8,08	8,10	8,13	0,04	8,09	9,12	8,90
18	5,86	6,03	6,02	6,00	0,08	5,98	9,99	6,64
20	8,02	8,03	8,02	8,05	0,01	8,03	9,66	8,89

O Anexo 16 apresenta os gráficos da dispersão dos resultados de gorduras totais dos Laboratórios Participantes.

8.4.2 Gorduras totais – RC24 - ração para cães

8.4.2.1 Gorduras totais por extração direta – RC24

A Tabela 18 apresenta os resultados de gorduras totais b.s. obtidas por extração direta (sem hidrólise prévia) no item de ensaio da rodada RC24 – ração para cães, sendo que a média robusta b.s. e o desvio padrão robusto dos laboratórios que utilizaram este método foram respectivamente de 5,44 g/100g e 0,309 (valores informativos).

Tabela 18 – Resultados de gorduras totais (extração direta) – RC24

Código Lab.	Gorduras (extração direta) – RC24				Desvio padrão	Resultado g/100g	Umidade g/100g	Resultado b.s. g/100g
	Replicatas g/100g							
1	4,64	4,95	-	-	0,22	4,80	8,74	5,26
2	5,25	5,39	5,50	5,15	0,15	5,32	8,40	5,81
5	5,10	5,13	5,39	5,19	0,13	5,20	8,98	5,71
10	5,04	5,05	5,07	5,07	0,02	5,06	8,52	5,53
12	4,90	4,71	4,86	4,71	0,10	4,79	8,32	5,22
14	4,35	4,23	4,35	4,38	0,07	4,33	8,51	4,73
15	5,08	5,09	5,05	5,10	0,02	5,08	8,17	5,53
17	4,97	4,93	5,11	5,11	0,09	5,03	7,91	5,46

O Anexo 17 apresenta os gráficos da dispersão dos resultados de gorduras totais dos Laboratórios Participantes.

8.4.2.2 Gorduras totais por extração com hidrólise ácida - RC24

A Tabela 19 apresenta os resultados de gorduras totais b.s. obtidas por extração com hidrólise prévia no item de ensaio da rodada RC24 – ração para cães, sendo que a média robusta b.s. e o desvio padrão robusto dos laboratórios que utilizaram este método foram respectivamente de 9,09 g/100g e 0,523 (valores informativos).

Tabela 19 – Resultados de gorduras totais (hidrólise ácida) – RC24

Código Lab.	Gorduras (hidrólise ácida)– RC24				Desvio padrão	Resultado g/100g	Umidade g/100g	Resultado b.s. g/100g
	Replicatas g/100g							
4	8,38	9,24	8,51	8,81	0,38	8,73	8,81	9,57
7	8,44	8,07	8,11	8,29	0,17	8,23	8,57	9,00
9	8,37	8,54	8,59	8,59	0,10	8,52	8,18	9,28
18	7,51	7,60	7,61	7,68	0,07	7,60	8,51	8,31

O Anexo 17 apresenta os gráficos da dispersão dos resultados de gorduras totais dos Laboratórios Participantes.

8.5 Fibra Alimentar – FA23 - farinha de aveia

A Tabela 20 apresenta os resultados referentes à fibra alimentar no item de ensaio da rodada FA23 – farinha de aveia.

Devido ao número de laboratórios que realizaram a determinação de fibra alimentar e ao desvio padrão associado, a média robusta b.s. dos resultados dos participantes (9,00 g/100g) deve ser considerada valor informativo, ficando a critério de cada Laboratório fazer a sua própria avaliação.

Tabela 20 – Resultados de fibra alimentar - FA23

Código Lab.	Fibra alimentar – FA23				Desvio padrão	Resultado g/100g	Umidade g/100g	Resultado b.s. g/100g
	Replicatas g/100g							
1	1,08	-	-	-	-	1,08	9,69	1,20
2	7,30	8,52	9,09	8,06	0,76	8,24	9,86	9,14
3	*	*	*	*	*	*	*	*
4	*	*	*	*	*	*	*	*
5	5,91	5,71	5,54	5,57	0,17	5,68	9,90	6,30
6	14,29	14,19	14,56	14,74	0,25	14,45	12,53	16,52
7	4,76	5,16	5,00	5,55	0,33	5,12	10,00	5,69
8	*	*	*	*	*	*	*	*
9	*	*	*	*	*	*	*	*
10	*	*	*	*	*	*	*	*
11	*	*	*	*	*	*	*	*
12	8,96	8,79	9,13	8,64	0,21	8,88	9,55	9,82
13	*	*	*	*	*	*	*	*
14	7,86	7,96	8,23	8,06	0,16	8,03	9,04	8,83
15	8,76	8,34	8,30	8,32	0,22	8,43	8,94	9,26
16	*	*	*	*	*	*	*	*
17	12,93	12,94	13,93	12,39	0,64	13,05	8,66	14,29
18	*	*	*	*	*	*	*	*
19	*	*	*	*	*	*	*	*
20	*	*	*	*	*	*	*	*

*não determinou fibra alimentar

O Anexo 18 apresenta o gráfico da dispersão dos resultados de fibra alimentar dos Laboratórios Participantes.

8.6 Fibra Bruta – RC24 - ração para cães

A Tabela 21 apresenta os resultados referentes à fibra bruta no item de ensaio da rodada RC24 – ração para cães

Devido ao número de laboratórios que realizaram a determinação de fibra bruta e ao desvio padrão associado, a média robusta b.s. dos resultados dos participantes (2,38 g/100g) deve ser considerada valor informativo, ficando a critério de cada Laboratório fazer a sua própria avaliação.

Tabela 21 - Resultados de fibra bruta - RC24

Código Lab.	Fibra Bruta – RC24				Desvio padrão	Resultado g/100g	Umidade g/100g	Resultado b.s. g/100g
	Replicatas g/100g							
1	1,11	-	-	-	-	1,11	8,74	1,22
2	3,22	3,87	2,86	3,02	0,44	3,24	8,40	3,54
3	*	*	*	*	*	*	*	*
4	*	*	*	*	*	*	*	*
5	1,95	1,95	1,86	2,03	0,07	1,95	8,98	2,14
6	*	*	*	*	*	*	*	*
7	1,48	1,40	1,36	1,36	0,06	1,40	8,57	1,53
8	*	*	*	*	*	*	*	*
9	2,36	2,50	2,53	2,56	0,09	2,49	8,18	2,71
10	*	*	*	*	*	*	*	*
11	*	*	*	*	*	*	*	*
12	3,32	3,39	3,61	3,63	0,16	3,49	8,32	3,81
13	*	*	*	*	*	*	*	*
14	2,74	2,75	2,56	2,58	0,10	2,66	8,51	2,91
15	*	*	*	*	*	*	*	*
16	*	*	*	*	*	*	*	*
17	1,94	1,91	2,06	1,87	0,08	1,95	7,91	2,12
18	1,52	1,73	1,92	1,38	0,24	1,64	8,51	1,79
19	*	*	*	*	*	*	*	*
20	*	*	*	*	*	*	*	*

*não determinou fibra bruta

O Anexo 19 apresenta os gráficos da dispersão dos resultados de fibra bruta dos Laboratórios Participantes.

9 Comentários e Recomendações

9.1 Umidade

A determinação da umidade é um dos ensaios mais utilizados em alimentos, pois fornece informações sobre a qualidade e estabilidade do produto, importantes para a definição de processos adequados de produção, conservação e embalagem, além de permitir a comparação e determinação da real quantidade de constituintes.

Os resultados relativos à determinação de umidade dos itens de ensaio foram utilizados para o cálculo dos demais parâmetros em base seca, sendo que, nesta rodada, também foi possível incluir as suas avaliações (vide item 6.2.1).

Na rodada, 19 laboratórios relataram resultados de umidade para farinha de aveia. Destes, 17 (90%) obtiveram desempenho satisfatório, 01 (5%) questionável e 01 (5%) não satisfatório. Quanto à ração para cães, os 14 laboratórios que realizaram a determinação de umidade obtiveram desempenho satisfatório (100%).

Sugerem-se as seguintes ações corretivas, preventivas e de melhoria com relação à determinação de umidade:

- verificar a escolha do método, considerando faixa de umidade esperada, natureza da amostra, forma da água presente (livre ou ligada) e pela exatidão e precisão necessárias ao uso pretendido do resultado;
- verificar a aplicação dos critérios de tempo fixo e de peso constante. Parâmetros inadequados de tempo e temperatura podem causar carbonização, caramelização, perda de voláteis, oxidação da gordura, separação incompleta da água, decomposição com formação de água ou perda de substâncias voláteis. Quando há risco de decomposição em função da temperatura, recomenda-se o uso de estufa a vácuo que permite a redução da temperatura de aquecimento;
- avaliar, nas determinações em tempo fixo, se o resultado obtido inclui toda a água do alimento, principalmente quando houver água fortemente ligada, amostra com baixa condutividade térmica ou formação de crosta na superfície da amostra durante o procedimento de aquecimento;
- garantir a calibração e verificação intermediária da balança analítica com resolução mínima de 0,1 mg;
- garantir ambiente controlado quanto à umidade e à temperatura no local da pesagem.

9.2 Cinzas

Nesta rodada, 18 laboratórios relataram resultados de cinzas para farinha de aveia. Destes, 16 (89%) obtiveram desempenho satisfatório, 01 (5,5%) questionável e 01 (5,5%) não satisfatório. Quanto à razão para cães, dos 13 laboratórios que realizaram a determinação de cinzas, 12 (92%) obtiveram desempenho satisfatório e 01 (8%) não satisfatório.

Com relação aos desempenhos questionável e não satisfatório na matriz farinha de aveia, observam-se resultados maiores que o valor designado, indicando queima incompleta da matéria orgânica.

Em geral, com relação a determinação de cinzas, cabe observar algumas ações corretivas, preventivas e de melhoria, tais como:

- verificar a calibração (com verificação intermediária) do instrumento de medição da temperatura da mufla;
- verificar a homogeneidade e estabilidade da temperatura na mufla;
- garantir a calibração e verificação intermediária da balança analítica com resolução mínima de 0,1 mg;
- verificar se a amostra foi aquecida lentamente até a temperatura de calcinação prevista no método;
- verificar se não ocorreu perda de amostra (projeção) durante o aquecimento na mufla;
- verificar se não ocorreu absorção de umidade pelo material, antes da pesagem, em função das condições ambientais;
- garantir condições ambientais controladas quanto à umidade e à temperatura no local da pesagem;
- verificar o material do dessecante (cloreto de cálcio não é recomendado), mantendo-o em condições adequadas de uso através de secagem a 130°C (sugere-se secar, no mínimo, duas vezes na semana);
- verificar o procedimento de pesagem e condições de temperatura, incluindo a temperatura do cadinho e da amostra, e umidade do local de pesagem;
- definir as condições da pesagem final (padrão para o cinza claro ou tempo fixo de queima ou requisito de peso constante);
- verificar se não ocorreu contaminação ambiental da amostra por minerais ou interação do cadinho com a amostra durante o ensaio.

9.3 Proteínas

Nesta rodada, 16 laboratórios relataram resultados de proteínas para farinha de aveia. Destes, 12 (75%) obtiveram desempenho satisfatório e 04 (25%) questionável. Quanto à ração para cães, dos 12 laboratórios que realizaram a determinação de cinzas, 08 (67%) obtiveram desempenho satisfatório, 02 questionável e 02 não satisfatório.

Os resultados de proteínas foram obtidos através da determinação de nitrogênio total e conversão por fator relacionado à natureza do item de ensaio.

Os Laboratórios Participantes utilizaram Kjeldahl. O método Kjeldahl envolve as etapas de digestão da amostra, destilação e titulação da amônia.

De uma forma geral, cabe ressaltar que valores menores que o valor designado geralmente estão relacionados a perdas de nitrogênio na destilação, digestão insuficiente e erros na titulação; enquanto que valores maiores sugerem erros na titulação e/ou contaminação de vidrarias ou reagentes.

Recomendam-se as seguintes ações corretivas, preventivas ou de melhoria para a determinação com método Kjeldahl:

- verificar se o ácido sulfúrico utilizado está livre de compostos nitrogenados;
- verificar se o processo de limpeza das vidrarias remove todos os compostos nitrogenados;
- avaliar a calibração de equipamentos, incluindo vidraria, quanto a erro e incerteza;
- considerar a contribuição do branco no resultado do ensaio;
- na digestão da amostra, seguir os procedimentos descritos nos métodos de referência, tais como os relacionados ao uso de antiespumante, tempo, temperatura, proporções amostra:ácido:catalisador, taxa de extração de vapores ácidos, além de verificar a eficiência da digestão através de padrões, tais como lisina ou triptofano. Com relação à quantidade de sulfato de potássio utilizado para aumentar o ponto de ebulição da mistura na digestão, levar em consideração que o excesso de sulfato de potássio pode causar decomposição por aquecimento e consequente perda da amônia;
- utilizar L-cistina somente em materiais que possuem proteínas de mais fácil digestão, comparadas à digestão da lisina;
- durante as etapas de destilação e titulação, verificar a concentração/quantidade de ácido bórico, o tempo de destilação, a preparação/titulação do ácido, o arraste do hidróxido de sódio no destilado, o procedimento de determinação do ponto final da titulação (de viragem), o percentual de recuperação do nitrogênio (99-101%) utilizando padrão, tal como sulfato de amônio ou cloreto de amônio. Durante a fase de destilação, se ocorrer viragem da cor vermelha para amarela ou perdas de material pelo aquecimento, repetir o ensaio.

9.4 Gorduras totais

As gorduras (lipídios) são definidas como componentes do alimento que são insolúveis em água e solúveis em solventes orgânicos, tais como éter etílico, éter do petróleo, acetona, clorofórmio e benzeno. Estes solventes apolares extraem a fração lipídica neutra que incluem ácidos graxos livres, mono, di e triacilgliceróis, e alguns mais polares como fosfolipídios e glicolipídios. Em muitos alimentos processados, a maior parte dos lipídios está ligada a proteínas e carboidratos e a extração direta com solventes apolares é ineficiente, sendo indicada a realização de uma hidrólise prévia.

Dos 14 laboratórios que determinaram gorduras em farinha de aveia, 10 utilizaram método de extração direta por soxhlet, enquanto que apenas 04 realizaram hidrólise ácida prévia. Quanto à ração para cães, também a maioria utilizou extração direta (08 dos 12 laboratórios).

Conforme descrito no item 6.2.3, os resultados reportados evidenciaram a formação de dois grupos distintos, sendo significativamente maiores os obtidos através de hidrólise prévia, em especial no item de ensaio RC24 – ração para cães (diferença relativa de 20% na farinha de aveia e 67% na ração para cães), indicando que os métodos não se mostraram equivalentes.

A média robusta de cada grupo de resultados foi calculada separadamente e deve ser considerada valor informativo, uma vez que não se pode garantir a exatidão necessária para a avaliação z-escore (exatidão/precisão). A média robusta pode ser utilizada especificamente para a avaliação do desempenho do laboratório na execução do método utilizado (precisão).

Sugere-se ao laboratório fazer a análise crítica sobre a escolha da técnica que seja mais apropriada à matriz quanto à precisão e à exatidão requerida.

Cabe observar que rações para cães são produtos formulados que, devido a seu processo de produção (extrusão), possuem lipídios complexados com proteínas (lipoproteínas) e polissacarídeos (glicolipídios).

Neste sentido, para matriz desta natureza, organizações como a Association of American Feed Control Officials – AAFCO (18) e o Sindicato Nacional da Indústria de Alimentação Animal - SINDIRAÇÕES - Compêndio Brasileiro de Alimentação Animal (24) indicam a utilização de métodos de determinação de gorduras com hidrólise ácida para rações formuladas e processadas termicamente (cozidas, expandidas, extrusadas), tal como AOAC Int 954.02 – *Fat or Ether Extract in Pet Food* (7).

Da mesma forma, método recomendado pela American Association of Cereal Chemists International – AACCI, 30-14.01 *Crude Fat in Baked Pet Food* (2), prevê hidrólise ácida.

Quanto a farinhas, a American Association of Cereal Chemists International – AACCI indica a determinação de gordura com hidrólise ácida prévia à extração (1) em farinha e produtos de cereais, particularmente produtos tratados termicamente. Os laboratórios do National Food and Nutrient Analysis Program do US Department of Agriculture – USDA também utilizam esta técnica, sendo referenciado o método AOAC Int 922.06 – *Fat in Flour* (9).

A extração direta consta em métodos aplicáveis a farinhas e misturas que não tenham passado por tratamento térmico, tais como, AACCI 30-25.01 (3) e AOAC Int 920.85 – *Fat (crude) or Ether Extract in Flour* que encaminha à AOAC Int 920.39C – *Fat (crude) or Ether Extract in Animal Feed* (6).

Vale observar que, na produção da farinha de aveia, os grãos passam por tratamento com vapor e secagem antes da moagem.

Sugerem-se as seguintes ações corretivas, preventivas e de melhoria com relação à determinação de gorduras:

- avaliar se a matriz contém lipídios que são complexados com proteínas (lipoproteínas) ou polissacarídeos (glicolipídios) e, se for o caso, utilizar métodos que contemplem a hidrólise ácida antes da extração com solvente;
- verificar impurezas dos solventes, como água e álcool. Recomenda-se o uso de solventes p.a.;
- considerar a contribuição do branco no resultado do ensaio;
- utilizar éter de petróleo, éter etílico, pentano ou hexano como solventes para a extração no Soxhlet;
- avaliar o tempo de extração e o fluxo de solvente, e verificar se não estão ocorrendo perdas devido a vazamento ou resfriamento insuficiente.
- participar de futura rodada de Ensaio de Proficiência, com a mesma matriz ou matriz semelhante.

9.5 Fibra Alimentar

Dos 9 laboratórios que determinaram fibra alimentar, 06 utilizaram o tampão MES-TRIS, recomendado na publicação da AOAC International (2) por apresentar melhor desempenho quando comparado a resultados obtidos com tampão fosfato em ensaios de proficiência por comparação interlaboratorial em diferentes matrizes. O tampão MES-TRIS é utilizado para garantir que não ocorra a precipitação de fosfato com a fibra alimentar.

Sugerem-se as seguintes ações corretivas, preventivas e de melhoria com relação à determinação de fibra alimentar:

- verificar a possibilidade da substituição do tampão fosfato pela mistura MES-TRIS - ácido 2-morfolino etano sulfônico e tris (hidroximetil) aminometano;
- verificar o pH da solução tampão MES-TRIS (recomenda-se o pH de 8,2 a 24°C, utilizando instrumento calibrado (pH e temperatura) e, a cada medição, verificado com materiais de referência certificados de pH 4,0, 7,0 e 10,0);
- verificar, trimestralmente ou a cada novo lote, a atividade da enzima. A ausência de atividade enzimática indesejável pode ser avaliada com, por exemplo, pectina de citrus, amido de trigo ou milho, caseína.
- utilizar branco para controle.

9.6 Fibra bruta

Fibra bruta é a determinação de carboidratos, principalmente celulose e lignina insolúvel, resistentes à digestão sucessiva com ácido e base, após secagem e desengorduramento da amostra.

Dos 09 Laboratórios que determinaram fibra bruta na matriz ração, 08 realizaram digestão ácida e básica, sendo que somente 03 realizaram extração da gordura.

Recomendam-se as seguintes ações corretivas e de melhoria:

- utilizar extração de gordura antes da digestão em matrizes com teor de gordura esperado maior ou igual 1%;
- empregar o tratamento sucessivo com ácido e base (digestão ácida e básica) no tempo indicado nos métodos.

9.7 Recomendações Gerais

Com base em informações obtidas de rodadas anteriores, de métodos publicados e de artigos técnicos, e considerando os resultados e os desempenhos dos laboratórios nesta rodada, vale observar os seguintes procedimentos:

- verificar os dados brutos dos resultados quanto a casas decimais, cálculos, transcrições, diluições e arredondamentos;
- verificar se os métodos utilizados são apropriados à faixa de trabalho, à matriz utilizada no EP e se atendem à precisão e à exatidão requerida para o uso do resultado;
- no caso de uso de métodos publicados por organizações reconhecidas na área, verificar se são realmente seguidos conforme descritos na publicação. Neste caso, também avaliar se o laboratório tem condições de operar adequadamente o método na matriz, através da determinação de parâmetros de desempenho como faixa de trabalho, seletividade, precisão, exatidão (recuperação), limite de quantificação, robustez;
- no caso de métodos não normalizados, tais como os alterados, ampliados e desenvolvidos pelo próprio laboratório, verificar se houve a validação para a matriz e faixa de uso;
- verificar a calibração de instrumentos/equipamentos/vidraria, observando se foram considerados os erros e as incertezas;
- verificar os procedimentos e registros de controle da qualidade durante a execução do ensaio, como por exemplo, uso de branco e uso de material de referência certificado;

- avaliar a estimativa e a expressão da incerteza segundo publicações como da Eurachem(25);
- verificar o desempenho do pessoal envolvido nos ensaios, quanto à eficácia de treinamento, à possibilidade de pressões e conflitos de interesses;
- registrar os resultados das participações em atividades de ensaios de proficiência de forma que as tendências possam ser observadas, e utilizar técnicas estatísticas para a análise crítica do desempenho e competência do laboratório na execução dos ensaios.

Após efetuar a análise crítica e ações pertinentes, aos laboratórios que não obtiveram desempenho satisfatório, recomenda-se:

- a execução do ensaio em material de referência certificado;
- a participação em outras rodadas de Ensaio de Proficiência, com a mesma matriz ou matriz semelhante na mesma faixa de trabalho.

10 Referências Bibliográficas

- (1) AACC International. Approved Methods of Analysis. 11^a ed. AACCI Method 30-10.01 Crude Fat in flour, Bread, and Baked Cereal Products Not Containing Fruit (disponível em <http://methods.aaccnet.org/summaries/30-10-01.aspx>)
- (2) AACC International. Approved Methods of Analysis. 11^a ed. AACCI Method 30-14.01 Crude Fat in Baked Pet Food (disponível em <http://methods.aaccnet.org/summaries/30-14-01.aspx>)
- (3) AACC International. Approved Methods of Analysis. 11^a ed. AACCI Method 30-25.01 Crude Fat in Wheat, Corn, and Soy Flour, Feeds, and Mixed Feeds (disponível em <http://methods.aaccnet.org/summaries/30-25-01.asp>)
- (4) AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Annual Book of ASTM International Standards 2012. ASTM D7582-12 Standard Test Methods for Proximate Analysis of Coal and Coke by Macro Thermogravimetric Analysis
- (5) AOAC International. Official Methods of Analysis of AOAC International. 20 ed. Gaithersburg, MD, USA, 2016.
- (6) AOAC International. Official Methods of Analysis of AOAC International. Method 920.39C Fat (Crude) or Ether Extract in Animal Feed (4.5.01). 20 ed. Gaithersburg, MD, USA, 2016.
- (7) AOAC International. Official Methods of Analysis of AOAC International. Method 954.02 Fat or Ether Extract in Pet Food (4.5.02). 20 ed. Gaithersburg, MD, USA, 2016.
- (8) AOAC International. Official Methods of Analysis of AOAC International. Method 920.85 Fat (Crude) or Ether Extract in Flour (32.1.13). 20 ed. Gaithersburg, MD, USA, 2016.
- (9) AOAC International. Official Methods of Analysis of AOAC International. Method 922.06 Fat in Flour (32.1.14). 20 ed. Gaithersburg, MD, USA, 2016.
- (10) AOAC International. Official Methods of Analysis of AOAC International. Appendix D: Guidelines for Collaborative Study Procedures to Validate Characteristics of a Method of Analysis, 20 ed. Gaithersburg, MD, USA, 2016.
- (11) ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR ISO/IEC 17000 - Avaliação de conformidade - Vocabulário e princípios gerais. 2005. 18p.
- (12) ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR ISO/IEC 17025 - Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração. 2005. 31p.
- (13) ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR ISO/IEC 17043 – Avaliação de conformidade – Requisitos gerais para ensaios de proficiência. 2011. 46p.
- (14) ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT ISO Guia 34. Requisitos gerais para a competência de produtores de material de referência. 2012. 41p.
- (15) ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT ISO Guia 35. Materiais de referência – Princípios gerais e estatísticos para certificação. 2012. 73p.
- (16) ASSOCIATION OF AMERICAN FEED CONTROL OFFICIALS. AAFCO Method Performance Reports – Regular Check Sample Program 2015-28 Dog Food – Analyte Proficiency Testing Report (disponível em <http://www.aafco.org/Laboratory/Proficiency-Testing-Program/Method-Performance-Reports>)
- (17) ASSOCIATION OF AMERICAN FEED CONTROL OFFICIALS. Crude Fat Methods – Considerations. AAFCO Lab Methods & Services Committee - Crude Fat Best Practices Working Group, January 2013. (disponível em http://www.aafco.org/Portals/0/SiteContent/Laboratory/Fat_Best_Practices_Working_Group/Crude_Fat_Methods_Considerations.pdf)
- (18) ASSOCIATION OF AMERICAN FEED CONTROL OFFICIALS. Fat Best Practices Guidelines. AAFCO's Laboratory Methods & Services Committee - Fat Best Practices Working Group, January 2014. (disponível em http://www.aafco.org/Portals/0/SiteContent/Laboratory/Fat_Best_Practices_Working_Group/Fat_Best_Practices_Guidelines.pdf)

- (19) BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária. Instrução Normativa N° 20 de 21 de julho de 1999. Oficializa Métodos Analíticos Físico-Químicos, para Controle de Produtos Cárneos e seus Ingredientes - Sal e Salmoura. (disponível em <http://www.agricultura.gov.br/legislacao>)
- (20) BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária. Portaria N° 108 de 4 de setembro de 1991. Aprova e oficializa Métodos Analíticos para Controle de Alimentos para Uso Animal. (disponível em <http://www.agricultura.gov.br/legislacao>)
- (21) BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução n° 360 de 23 de dezembro de 2003. Regulamento Técnico sobre Rotulagem Nutricional de Alimentos Embalados. Diário Oficial da União, Brasília, DF, 26 dez. 2003. Seção 1.
- (22) CHO, S.; DEVRIES, J. W.; PROSKY, L. Dietary Fiber Analysis and applications. Gaithersbrug, MD,USA, AOAC International, 1997. 202p
- (23) COMPÊNDIO BRASILEIRO DE ALIMENTAÇÃO ANIMAL, Método N° 14 Determinação de Extrato Etéreo – Método Soxhlet, p. 62 a 64. São Paulo: Sindirações, 2009
- (24) COMPÊNDIO BRASILEIRO DE ALIMENTAÇÃO ANIMAL, Método N° 15 Determinação de Extrato Etéreo – Hidrólise Ácida, p. 65 a 67. São Paulo: Sindirações, 2009
- (25) EURACHEM/CITAC. Guide CG 4 – Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement. Third Edition. UK, 2012. 141p.
- (26) FUNDAÇÃO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA – CIENTEC. Determinação de Gorduras em Rações - Comparação de Metodologias. Boletim Técnico N°24. Agosto 1993 (Disponível http://www.cientec.rs.gov.br/upload/20160728175220boletim_tecnico_24_determinacao_de_gordura_em_racoes.pdf)
- (27) FUNDAÇÃO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA - CIENTEC. Interlab 2011, Relatório – Rodada I. Porto Alegre, julho 2011. 69p. (disponível em <http://www.cientec.rs.gov.br/?model=conteudo&menu=162>)
- (28) FUNDAÇÃO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA - CIENTEC. Interlab 2011, Relatório – Rodada II, rev01. Porto Alegre, março 2012. 71p. (disponível em <http://www.cientec.rs.gov.br/?model=conteudo&menu=162>)
- (29) FUNDAÇÃO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA - CIENTEC. Interlab 2012, Relatório – Rodada I. Porto Alegre, julho 2012. 70p. (disponível em <http://www.cientec.rs.gov.br/?model=conteudo&menu=162>)
- (30) FUNDAÇÃO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA - CIENTEC. Procedimento interno PO.708.65.001 - Preparação, Embalagem, armazenamento e transporte, revisão 02. Porto Alegre, 2006. 7p.
- (31) FUNDAÇÃO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA - CIENTEC. Procedimento interno PO.708.65.002 - Testes de Homogeneidade e de Estabilidade, revisão 04. Porto Alegre, 2007. 9p
- (32) GREENFIELD, H.; SOUTHGATE, D.A.T. Food composition data. Rome, FAO/OMS, 2003. 321p. (disponível em <http://www.fao.org/docrep/008/y4705e/y4705e00.htm>)
- (33) INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Métodos físico-químicos para análise de alimentos, IV ed, 1ª Edição Digital. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2008. (disponível em <http://www.ial.sp.gov.br/ial/publicacoes/livros/metodos-fisico-quimicos-para-analise-de-alimentos>)
- (34) INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, QUALIDADE E TECNOLOGIA - Inmetro. Escopo da acreditação CRL 145 - ABNT NBR ISO/IEC 17025 - Ensaio - Fundação de Ciência e Tecnologia – CIENTEC - Departamento de Química. (disponível em www.inmetro.gov.br/laboratorios/rble/docs/CRL0145.pdf)
- (35) INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, QUALIDADE E TECNOLOGIA – Inmetro. Vocabulário Internacional de Metrologia - Conceitos Fundamentais e Gerais e Termos Associados, VIM 2012 (disponível em www.inmetro.gov.br/infotec/publicacoes/vim_2012.pdf).
- (36) INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, QUALIDADE E TECNOLOGIA – Inmetro. NIT-

DICLA-026-Requisitos sobre a participação dos laboratórios de ensaio e de calibração em atividades de ensaio de proficiência, rev09. Rio de Janeiro, 2015. 10p.

- (37) INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. ISO 5725-2 - Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results - Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method.1994/Cor:2002. 43p.
- (38) INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. ISO 5725-5 – Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results - Part 5: Alternative methods for the determination of the precision of a standard measurement method. 1998. Technical Corrigendum 1. 2005. 56p.
- (39) INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. ISO 13528 - Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons. 2015. 90p.
- (40) MOLLER, J. Performance of methods for the determination of crude fat/ total fat. FOSS White Paper P/N 1026670, Issue 1. Denmark, 2013.
- (41) THOMPSON, M. et al. The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories. Pure Appl.Chem.,78 (1),145-196, 2006 (tradução disponível em www.inmetro.gov.br/credenciamento/ct/protocolo.pdf).

ANEXOS

Anexo 1 – Homogeneidade - Intra

Anexo 2 – Homogeneidade - Inter

Anexo 3 – Estabilidade

Anexo 4 – Informações dos Laboratórios sobre o método usado na determinação de Umidade

Anexo 5 – Informações dos Laboratórios sobre o método usado na determinação de Cinzas

Anexo 6 – Informações dos Laboratórios sobre o método usado na determinação de Proteínas

Anexo 7 – Informações dos Laboratórios sobre o método usado na determinação de Gorduras totais

Anexo 8 – Informações dos Laboratórios sobre o método usado na determinação de Fibra alimentar

Anexo 9 – Informações dos Laboratórios sobre o método usado na determinação de Fibra bruta

Anexo 10 – Gráfico Dispersão dos resultados - Umidade / FA23 – farinha de aveia

Gráfico Distribuição dos z-escores - Umidade / FA23 – farinha de aveia

Anexo 11 – Gráfico Dispersão dos resultados - Umidade / RC24 – ração para cães

Gráfico Distribuição dos z-escores - Umidade / RC24 – ração para cães

Anexo 12 – Gráfico Dispersão dos resultados - Cinzas / FA23 – farinha de aveia

Gráfico Distribuição dos z-escores - Cinzas b.s. / FA23 – farinha de aveia

Anexo 13 – Gráfico Dispersão dos resultados - Cinzas / RC24 – ração para cães

Gráfico Distribuição dos z-escores - Cinzas b.s. / RC24 – ração para cães

Anexo 14 – Gráfico Dispersão dos resultados - Proteínas / FA23 – farinha de aveia

Gráfico Distribuição dos z-escores - Proteínas b.s. / FA23 – farinha de aveia

Anexo 15 – Gráfico Dispersão dos resultados - Proteínas / RC24 – ração para cães

Gráfico Distribuição dos z-escores - Proteínas b.s. / RC24 – ração para cães

Anexo 16 – Gráfico Dispersão dos resultados - Gorduras (extração direta) / FA23 – farinha de aveia

Gráfico Dispersão dos resultados - Gorduras (hidrólise) / FA23 – farinha de aveia

Anexo 17 – Gráfico Dispersão dos resultados - Gorduras (extração direta) / RC24 – ração para cães

Gráfico Dispersão dos resultados - Gorduras (hidrólise) / RC24 – ração para cães

Anexo 18 – Gráfico Dispersão dos resultados - Fibra alimentar / FA23 – farinha de aveia

Anexo 19 – Gráfico Dispersão dos resultados - Fibra bruta / RC24 – ração para cães

Anexo 20 – Itens de ensaio – foto

ANEXO 1**HOMOGENEIDADE - INTRA**

Item de EP	Determinação	Desvio padrão da repetibilidade S_r	Limite de repetibilidade r	Maior Diferença entre resultados	Alíquota mínima (1)
FA23 farinha de aveia	Umidade	0,180	0,50	0,50	1 g
	Cinzas b.s	0,060	0,17	0,15	1 g
RC24 ração para cães	Umidade	0,180	0,50	0,08	1 g
	Cinzas b.s	0,145	0,41	0,28	1 g

(1) quantidade mínima de amostra por replicata

ANEXO 2**HOMOGENEIDADE – INTER****FA23 - farinha de aveia – Umidade****ANOVA - Fator único**

Alfa 0,05

Grupos	Contagem	Soma	Média	Variância
Coluna 1	10	98,06	9,806	0,0344933
Coluna 2	10	97,97	9,797	0,0229122

Origem de variações	SQ	<i>gl</i>	MQ	F	Valor p	F crítico
Entre grupos	0,000405	1	0,000405	0,0141101	0,9067605	4,4138734
Dentro dos grupos	0,51665	18	0,0287028			
Total	0,517055	19				

FA23 - farinha de aveia – Cinzas b.s.**ANOVA - Fator único**

Alfa 0,05

Grupos	Contagem	Soma	Média	Variância
Coluna 1	10	21,19	2,119	0,0006767
Coluna 2	10	21,06	2,106	0,0008711

Origem de variações	SQ	<i>gl</i>	MQ	F	Valor p	F crítico
Entre grupos	0,000845	1	0,000845	1,091888	0,309884	4,4138734
Dentro dos grupos	0,01393	18	0,0007739			
Total	0,014775	19				

HOMOGENEIDADE – INTER**RC24 - ração para cães – Umidade****ANOVA - Fator único**

Alfa 0,05

Grupos	Contagem	Soma	Média	Variância
Coluna 1	10	80,8	8,08	0,0249778
Coluna 2	10	80,94	8,094	0,01736

Origem de variações	SQ	gl	MQ	F	Valor p	F crítico
Entre grupos	0,00098	1	0,00098	0,0462944	0,8320607	4,4138734
Dentro dos grupos	0,38104	18	0,0211689			
Total	0,38202	19				

RC24 - ração para cães – Cinzas b.s.**ANOVA - Fator único**

Alfa 0,05

Grupos	Contagem	Soma	Média	Variância
Coluna 1	10	99,83	9,983	0,0162011
Coluna 2	10	100,18	10,018	0,0174622

Origem de variações	SQ	gl	MQ	F	Valor p	F crítico
Entre grupos	0,006125	1	0,006125	0,3638974	0,5538756	4,4138734
Dentro dos grupos	0,30297	18	0,0168317			
Total	0,309095	19				

ANEXO 3**ESTABILIDADE**

Item	Determinação	Desvio padrão do Estudo da Estabilidade (s)	Critério 0,3.s	Diferença entre as médias dos estudos da homogeneidade inter e da estabilidade ($\bar{x}_h - \bar{y}_e$)	Avaliação $\bar{x}_h - \bar{y}_e \leq 0,3.s$
FA23	Umidade	0,200	0,060	0,046	estável
RC24	Umidade	0,200	0,060	0,054	estável

ANEXO 4**Informações dos Laboratórios sobre o método usado na determinação de Umidade**

Lab	Item de Ensaio – Referência do método	Modificado		Equipamento	T°C	Tempo
		Sim	Não			
1	FA23 – INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz. v.1: Métodos químicos e físicos para análise de alimentos. 4 ed. São Paulo. IMESP, 2005. p.602		x	Estufa convencional	105	Peso constante
	RC24 – BRASIL. Ministério da Agricultura, Secretaria Nacional da Defesa Agropecuária. Laboratório Nacional de Referência Animal (LANARA). Portaria 108, de 04 de setembro de 1991.		x	Estufa convencional	105	Peso constante
2	FA23 – IAL. v.1: Métodos químicos e físicos para análise de alimentos. 4. ed. Brasília, 2005. Método 012/IV		x	Estufa ar forçado	105	Peso constante
	RC24 – IAL. v.1: Métodos químicos e físicos para análise de alimentos. 4. ed. Brasília, 2005. Método 012/IV		x	Estufa ar forçado	105	Peso constante
3	FA23 – ASTM D 7582-15			Analizador TGA 701		
	RC24 – ASTM D 7582-15			Analizador TGA 701		
4	RC24 – AOAC 930.15		x	Estufa convencional	135	Tempo Fixo: 2h
5	FA23 – AOAC 945.38		x	Estufa vácuo (735mmHg)	100	Peso constante
	RC24 – Portaria 108, MAPA, 04/09/1991		x	Estufa convencional	105	Peso constante
6	FA23 – AACC International Approved Methods of Analysis. 11th., Method 45-15-02. Moisture – Air Oven Methods, 1999		x	Estufa ar forçado	130	Tempo Fixo: 1h
7	FA23 – IN 20 MAPA		x	Estufa convencional	105	Peso constante
	RC24 – IN 20 MAPA		x	Estufa convencional	105	Peso constante
8	FA23 – BRASIL, Ministério da Saúde. ANVISA. IAL. Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos, 4ªed. p. 98-99, 2005.			Estufa convencional	105	Peso constante
	RC24 – BRASIL, Ministério da Saúde. ANVISA. IAL. Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos, 4ªed. p 98-99, 2005.			Estufa convencional	105	Peso constante
9	FA23 – IAL, p. 98/2005		x	Estufa convencional	105	Peso constante
	RC24 – Portaria nº 108/MAPA		x	Estufa convencional	105	Peso constante
10	FA23 – MAPA. Portaria nº 108 de 04/09/1991 – método nº 2		x	Estufa convencional	105	Tempo Fixo: 7h
	RC24 – MAPA. Portaria nº 108 de 04/09/1991 – método nº 2		x	Estufa convencional	105	Tempo Fixo: 7h
11	FA23 – Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos. 4ª Edição Instituto Adolfo Lutz. Método 012/IV. Secagem em estufa a 105°C			Estufa convencional	105	Peso constante
12	FA23 – AOAC 19th 2012. 935.29 (27.3.06) e 945.15 (27.04.03)		x	Estufa convencional	105	Peso constante
	RC24 – AOAC 19th 2012. 935.29 (27.3.06) e 945.15 (27.04.06)		x	Estufa convencional	105	Peso constante
13	FA23 – Livro - Instituto Adolfo Lutz - Métodos Físico-químicos IV ed. Brasília 2005 P. 98 e 99		x	Estufa convencional	105	Peso constante
14	FA23 – Portaria 108 de 04 de setembro de 1991			Estufa convencional	105	Peso constante
	RC24 – Portaria 108 de 04 de setembro de 1991			Estufa convencional	105	Peso constante
15	FA23 – AOAC. Official methods of analysis of the Association Analytical Chemists. 18.ed. Gaithersburg, Maryland, 2005		x	Estufa convencional	105	Peso constante
	RC24 – AOAC. Official methods of analysis of the Association Analytical Chemists. 18.ed. Gaithersburg, Maryland, 2005		x	Estufa convencional	105	Peso constante
16	FA23 – AACC-American Association of Cereal Chemists International. Method 44-15.02, Moisture - Air-Oven Methods, Final approval October 30, 1975; Reapproval November 3, 1999.		x	Estufa ar forçado	130	Tempo Fixo: 1h
17	FA23 – INSTITUTO ADOLFO LUTZ 2008, MÉTODO 12/IV		x	Estufa convencional	105	Tempo Fixo: 3h
	RC24 – INSTITUTO ADOLFO LUTZ 2008, MÉTODO 12/IV		x	Estufa convencional	105	Tempo Fixo: 3h
18	FA23 – Portaria 108/1991 do MAPA, Método 02.	x		Estufa ar forçado	105	Tempo Fixo: 4h
	RC24 – Portaria 108/1991 do MAPA, Método 02.		x	Estufa ar forçado	105	Tempo Fixo: 4h
19	FA23 – AACC 44 -15.02/1999, 11th ed, 03 Nov 2013		x	Estufa ar forçado	130	Tempo Fixo: 1h
20	FA23 – INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Métodos físico-químicos para análise de alimentos. 4a ed. 2005. Tec.12/IV (Perda por dessecação - umidade - secagem direta estufa a 105°C).		x	Estufa convencional	105	Peso constante

ANEXO 5**Informações dos Laboratórios sobre o método usado na determinação de Cinzas**

Lab	Item de Ensaio - Referência do Método usado	Temperatura de queima °C	Tempo	Equipamento
1	FA23 – INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz. v.1: Métodos químicos e físicos para análise de alimentos. 4 ed. São Paulo. IMESP, 2005. p.105 Método 018/IV	550	Fixo: 12h	Forno
	RC24 – BRASIL. Ministério da Agricultura, Secretaria Nacional da Defesa Agropecuária. Laboratório Nacional de Referência Animal (LANARA). Portaria 108, de 04 de setembro de 1991.	550	Fixo: 12h	Forno
2	FA23 – IAL. v.1: Métodos químicos e físicos para análise de alimentos. 4. ed. Brasília, 2005. Método 018/IV	550	Peso constante	Forno
	RC24 – IAL. v.1: Métodos químicos e físicos para análise de alimentos. 4. ed. Brasília, 2005. Método 018/IV	550	Peso constante	Forno
3	FA23 – ASTM D 7582-15			Analizador TGA 701
	RC24 – ASTM D 7582-15			Analizador TGA 701
4	RC24 – PORTARIA MA 108/1991	600	Fixo: 6h	Forno
5	FA23 – AOAC 945.38	550	Peso constante	Forno
	RC24 – Portaria 108, MAPA, 04/09/1991	600	Peso constante	Forno
6	FA23 – Métodos para Análise de Alimentos - Instituto Adolfo Lutz, 4ed. Brasília: Ministério da Saúde 2005. Método 018/IV	550	Fixo: 6h	Forno
7	FA23 – IN 20 MAPA	550	Peso constante	Forno
	RC24 – IN 20 MAPA	550	Peso constante	Forno
9	FA23 – IAL, p. 105/2005.	530	Fixo: 12h	Forno
	RC24 – Portaria nº 108/MAPA	530	Fixo: 12h	Forno
10	FA23 – MAPA. Portaria nº 108 de 04/09/1991. - Método nº 12	600	Fixo: 3h	Forno
	RC24 – MAPA. Portaria nº 108 de 04/09/1991. - Método nº 12	600	Fixo: 3h	Forno
11	FA23 – Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos. 4ª Edição Instituto Adolfo Lutz. Método 018/IV. Cinzas	550	Peso constante	Forno
12	FA23 – AOAC 19th ed. 2012, 923.03	560	Peso constante	Forno
	RC24 – AOAC 19th ed. 2012, 923.03	560	Peso constante	Forno
13	FA23 – Livro - Instituto Adolfo Lutz - Métodos Físico-químicos IV ed. Brasília 2005 P. 105 e 106	550	Peso constante	Forno
14	FA23 – Portaria 108 de 04 de setembro de 1991	550	Peso constante	Forno
	RC24 – Portaria 108 de 04 de setembro de 1991	550	Peso constante	Forno
15	FA23 – AOAC. Official methods of analysis of the Association Analytical Chemists. 18.ed. Gaithersburg, Maryland, 2005	550	Peso constante	Forno
	RC24 – AOAC. Official methods of analysis of the Association Analytical Chemists. 18.ed. Gaithersburg, Maryland, 2005	550	Peso constante	Forno
16	FA23 – AACC - American Association of Cereal Chemists International, Method 08-12.01, Ash in Farina and Semolina, Final approval 13 April 1961, Reapproval November 3, 1999.	600	Fixo: 2h	Forno
17	FA23 – INSTITUTO ADOLFO LUTZ 2008, MÉTODO 18/IV	550	Fixo: 3h05min	Forno
	RC24 – INSTITUTO ADOLFO LUTZ 2008, MÉTODO 18/IV	550	Fixo: 3h05min	Forno
18	FA23 – Normas Analíticas Instituto Adolpho Lutz, pagina 27.	600	Fixo: 3h	Forno
	RC24 – Normas Analíticas Instituto Adolpho Lutz, pagina 27.	600	Fixo: 3h	Forno
19	FA23 – AACC 08 -12.01/999, 11th ed, 03 Nov 2013	600	Fixo: 2h	Forno
20	FA23 – INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Métodos físico-químicos para análise de alimentos. 4a ed. 2005. Tec. 018/IV (Resíduo por incineração - Cinzas).	550	Peso constante	Forno

ANEXO 6

Informações dos Laboratórios sobre o método usado na determinação de Proteínas

Lab	Método	Equipamento							Controle
		Modificado		Tipo	KJELDAHL		Outro Equip.		
		Sim	Não		Digestão	Destilação			
Item de Ensaio – Referência do método			Catalisador	Tempo (h:min)	Recolhido em	Titulado com			
1	FA23 – INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz. v.1: Métodos químicos e físicos para análise de alimentos. 4 ed. São Paulo. IMESP, 2005. p.123 Método 036/IV	x		Micro	Na ₂ SO ₄ / CuSO ₄ .5H ₂ O	10:00	H ₃ BO ₃	HCl	Material de referência certificado
	RC24 – BRASIL. Ministério da Agricultura, Secretaria Nacional da Defesa Agropecuária. Laboratório Nacional de Referência Animal (LANARA). Portaria 108, de 04 de setembro de 1991.		x	Micro	Na ₂ SO ₄ / CuSO ₄ .5H ₂ O	10:00	H ₃ BO ₃	HCl	Material de referência certificado
2	FA23 – Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL, EUA. 19ª edição, 2012 Volume I e II Método 2001.11 (adaptado)	x		Auto	K ₂ SO ₄ / CuSO ₄ .5H ₂ O	4:00	H ₃ BO ₃	HCl	Utiliza branco, testa digestão e destilação
	RC24 – Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL, EUA. 19ª edição, 2012 Volume I e II Método 2001.11 (adaptado)	x		Auto	K ₂ SO ₄ / CuSO ₄ .5H ₂ O	4:00	H ₃ BO ₃	HCl	Utiliza branco, testa digestão e destilação
4	RC24 – PORTARIA MA 108/1991	x		Micro Auto	CuSO ₄ / Na ₂ SO ₄	4:00	H ₃ BO ₃	HCl	Utiliza branco, testa digestão e destilação
5	FA23 – ISO 1871-2009 (E)		x	Macro	CuSO ₄ .5H ₂ O / K ₂ SO ₄	2:30	H ₃ BO ₃	HCl	Utiliza branco, testa digestão e destilação
	RC24 – ISO 1871-2009 (E)			Macro	K ₂ SO ₄ / CuSO ₄ .5H ₂ O	2:30	H ₃ BO ₃	HCl	Utiliza branco, testa digestão e destilação
6	FA23 – Método Kjeldahl - Boletim de aplicação do Equipamento Buchi Kjelflex K 360		x	Macro	K ₂ SO ₄ / CuSO ₄ (10:1)	2:40	H ₃ BO ₃	HCl	Utiliza branco, testa digestão e destilação
7	FA23 – IN 20 MAPA / ISO 1871		x	Macro	CuSO ₄ .5H ₂ O / Na ₂ SO ₄	3:20	H ₃ BO ₃	HCl	Utiliza branco, testa digestão e destilação
	RC24 – IN 20 MAPA / ISO 1871		x	Macro	CuSO ₄ .5H ₂ O / Na ₂ SO ₄	3:20	H ₃ BO ₃	HCl	Utiliza branco, testa digestão e destilação
9	FA23 – AOAC nº 991.20/12016		x	Micro	CuSO ₄ / Na ₂ SO ₄ / (1:10)	4:00	H ₃ BO ₃	HCl	Utiliza branco e testa destilação
	RC24 – Portaria nº 108/MAPA		x	Micro	CuSO ₄ / Na ₂ SO ₄ / (1:10)	4:00	H ₃ BO ₃	HCl	Utiliza branco e testa destilação
10	FA23 – Compêndio Brasileiro de Alimentação Animal, 2013 – Método nº 46	x		Macro	CuSO ₄	1:18	H ₃ BO ₃	H ₂ SO ₄	Utiliza branco
	RC24 – Compêndio Brasileiro de Alimentação Animal, 2013 – Método nº 46	x		Macro	CuSO ₄	1:18	H ₃ BO ₃	H ₂ SO ₄	
12	FA23 – AOAC 19th ed 2012 – 928.08, 2001.11 e 991.20		x	Macro	CuSO ₄ / Na ₂ SO ₄	1:30	H ₃ BO ₃	H ₂ SO ₄	Utiliza branco
	RC24 – AOAC 19th 2012, 928.08, 2001.11 e 991.20		x	Macro	CuSO ₄ / Na ₂ SO ₄	1:30	H ₃ BO ₃	H ₂ SO ₄	Utiliza branco
13	FA23 – POP 15.2320.124 – Determinação do teor de protídeo em alimentos			Micro	K ₂ SO ₄ / CuSO ₄ / TiO ₂	1:45	H ₃ BO ₃	H ₂ SO ₄	Utiliza branco
14 14	FA23 – Portaria 108 de 04 de setembro de 1991			Macro	K ₂ SO ₄ / CuSO ₄		H ₃ BO ₃	HCl	Utiliza branco, testa digestão e destilação

Lab	Método			Equipamento						Controle	
				KJELDAHL				Outro Equip.			
	Modificado		Tipo	Digestão		Destilação					
Item de Ensaio – Referência do método		Sim		Não	Catalisador	Tempo (h:min)	Recolhido em	Titulado com			
	RC24 – Portaria 108 de 04 de setembro de 1991				Macro	K ₂ SO ₄ / CuSO ₄		H ₃ BO ₃	HCl		Utiliza branco, testa digestão e destilação
15	FA23 – AOAC. Official methods of analysis of the Association Analytical Chemists. 18.ed. Gaithersburg, Maryland, 2005			x	Micro	K ₂ SO ₄ (anidro) / CuSO ₄	6:00	H ₃ BO ₃	HCl		Utiliza branco
	RC24 – AOAC. Official methods of analysis of the Association Analytical Chemists. 18.ed. Gaithersburg, Maryland, 2005			x	Micro	K ₂ SO ₄ (anidro) / CuSO ₄	6:00	H ₃ BO ₃	HCl		Utiliza branco
16	FA23 – AACC-American Association of Cereal Chemists International, Method 46-12.01. Crude Protein– Kjeldahl Method, Boric Acid Modification. Final ap. Oct. 8, 1976; Reapproval Nov. 3 1999		x		Micro	K ₂ SO ₄ / CuSO ₄ .5H ₂ O	1:30	H ₃ BO ₃	H ₂ SO ₄		Utiliza branco, testa digestão e destilação
17	FA23 – ISO 1871/2009			x	Macro	CuSO ₄ / K ₂ SO ₄	2:00	H ₃ BO ₃	HCl		Utiliza branco
	RC24 – ISO 1871/2009			x	Macro	CuSO ₄ / K ₂ SO ₄	2:00	H ₃ BO ₃	HCl		Utiliza branco
18	FA23 – AACC International Method 46-12.01			x	Micro	K ₂ SO ₄ / CuSO ₄	1:30	H ₃ BO ₃	H ₂ SO ₄		
	RC24 – AACC International Method 46-12.01			x	Micro	K ₂ SO ₄ / CuSO ₄	1:30	H ₃ BO ₃	H ₂ SO ₄		
19	FA23 – AACC 46 -13.01/999, 11th ed, 03 Nov 2013			x	Micro	HgO / K ₂ SO ₄	4:00	H ₃ BO ₃	HCl		Utiliza branco
20	FA23 – INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Métodos físico-químicos para análise de alimentos. 4a ed. 2005. Tec. 037/IV (Protídios - Método de Kjeldahl modificado).		x		Macro	TiO ₂ / CuSO ₄ / K ₂ SO ₄ (1:10:100)	1:30	H ₃ BO ₃			Utiliza branco, testa destilação

ANEXO 7

Informações dos Laboratórios sobre o método usado na determinação de Gorduras totais

Lab	Método				Extração			Secagem			Controle	
	Referência	Modificado		Hidrólise		Extrator	Tempo (h:min)	Solvente (pureza)	Estufa	T°C		Tempo
		Sim	Não	Sim	Não							
1	FA23 – INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz. v.1: Métodos químicos e físicos para análise de alimentos. 4 ed. São Paulo. IMESP, 2005. p.117 Método 032/IV		x		x	Soxhlet	16:00	Éter de Petróleo (<= 100)	Convencional	105	Peso Constante	
	RC24 – BRASIL. Ministério da Agricultura, Secretaria Nacional da Defesa Agropecuária. Laboratório Nacional de Referência Animal (LANARA). Portaria 108, de 04 de setembro de 1991.		x		x	Soxhlet	16:00	Éter de Petróleo (<= 100)	Convencional	105	Peso Constante	
2	FA23 – IAL. v. 1: Métodos químicos e físicos para análise de alimentos. 4. ed. Brasília: 2005. Método 032/IV		x		x	Soxhlet	03:00	Éter de Petróleo	Ar forçado	105	Peso Constante	
	RC24 – IAL. v. 1: Métodos químicos e físicos para análise de alimentos. 4. ed. Brasília: 2005. Método 032/IV		x		x	Soxhlet	03:00	Éter de Petróleo	Ar forçado	105	Peso Constante	
4	RC24 – PORTARIA MA 108/1991	x		x		Soxhlet automatizado	1:50	Éter etílico (99,8)	Convencional	105	Fixo: 1h	
5	FA23 – AOAC 945.38		x		x	Soxhlet	16:00	Éter etílico anidro p.a. (99,5)	Ar forçado	105	Peso Constante	Branco
	RC24 – Instrução Normativa 20, 21/07/1999, MAPA		x		x	Soxhlet	16:00	Éter etílico p.a. (98)	Ar forçado	105	Peso Constante	Branco
6	FA23 – Métodos Físicos Químicos para Análise de Alimentos. - Instituto Adolfo Lutz, 4 ed. Brasília: Ministério da Saúde, 2005. Método 032/IV				x	Soxtec	1:30	Éter de Petróleo	Ar forçado	105	Peso Constante	
7	FA23 – AOAC 922.06 / 935.39		x	x		Mojonnier	5:00	Éter de petróleo / Éter etílico (p.a.)	Convencional	105	Peso Constante	Branco
	RC24 – IN 20 - MAPA		x	x		Soxhlet	2:00	Éter de petróleo (p.a.)	Convencional	105	Peso Constante	
9	FA23 – IAL, p. 119/2005		x	x		Tube reboiler	6:00	Éter de Petróleo (96-98)	Convencional	105	Fixo: 1h30min	
	RC24 – IAL, p. 119/2005			x		Tube reboiler	6:00	Éter de Petróleo (96-98)	Convencional	105	Fixo: 1h30min	
10	FA23 – Compêndio Brasileiro de Alimentação Animal, 2013 – Método nº 14		x		x	Goldfish	1:40	Hexano	Convencional	130	Fixo: 35min	
	RC24 – Compêndio Brasileiro de Alimentação Animal, 2013 – Método nº 14				x	Goldfish	1:40	Hexano	Convencional	130	Fixo: 35min	
12	FA23 – AOAC 19th ed, 2012 – 920.39		x		x	Ankon	1:45	Éter de petróleo	Convencional	105	Peso Constante	
	RC24 – AOAC 19th ed, 2012 – 920.39		x		x	Ankon	1:45	Éter de petróleo	Convencional	105	Peso Constante	
13	FA23 – Livro - Instituto Adolfo Lutz - Métodos Físico-químicos IV ed. Brasília 2005 P. 117 e 118		x		x	Soxhlet	16:00	Éter etílico p.a. - ACS (98%)	Convencional	105	Peso Constante	
14	FA23 – Portaria 108 de 04 de setembro de 1991				x	Soxhlet	8:00	Hexano (98%)	Convencional		Peso Constante	

Lab	Método				Extração			Secagem			Controle	
	Referência	Modificado		Hidrólise		Extrator	Tempo (h:min)	Solvente (pureza)	Estufa	T°C		Tempo
		Sim	Não	Sim	Não							
	RC24 – Portaria 108 de 04 de setembro de 1991				x	Soxhlet	8:00	Hexano (98%)	Convencional	105	Peso Constante	
15	FA23 – AOAC. Official methods of analysis of the Association Analytical Chemists. 18.ed. Gaithersburg, Maryland, 2005		x		x	Soxhlet	8:00	Éter de petróleo p.a. e evaporação em banho-maria	Convencional	105	Peso Constante	
	RC24 – AOAC. Official methods of analysis of the Association Analytical Chemists. 18.ed. Gaithersburg, Maryland, 2005		x		x	Soxhlet	8:00	Éter de petróleo p.a. e evaporação em banho-maria	Convencional	105	Peso Constante	
17	FA23 – INSTITUTO ADOLFO LUTZ 2008, MÉTODO 32/IV		x		x	Soxhlet	8:00	Éter de petróleo (98,5)	Convencional	105	Fixo: 1h	
	RC24 – INSTITUTO ADOLFO LUTZ 2008, MÉTODO 32/IV		x		x	Soxhlet	8:00	Éter de petróleo (98,5)	Convencional	105	Fixo: 1h	
18	FA23 – Velp SCIENTÍFICA, Manuale Ser 148, Métodos Físicos e Químicos de Análise – Ed. UFRGS/2002 – Método 3 Lipídios		x	x		extração a quente com solvente	00:15	Éter de petróleo (98%)	Ar forçado	130	Fixo: 1h	
	RC24 – Velp SCIENTÍFICA, Manuale Ser 148, Métodos Físicos e Químicos de Análise – Ed. UFRGS/2002 – Método 3 Lipídios			x		extração a quente com solvente	00:15	Éter de petróleo (98%)	Ar forçado	130	Fixo: 1h	
20	FA23 – INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Métodos físico-químicos para análise de alimentos. 4a ed.2005. Tec. 033/IV (Lipídios ou extrato etéreo com hidrólise ácida prévia - Método A)		x	x		Soxhlet	8:00	Éter de petróleo p.a.	Convencional	105	Peso Constante	

ANEXO 8

Informações dos Laboratórios sobre o método usado na determinação de Fibra alimentar

Lab	Método			Reagente tampão	Filtração - cadinho -			Secagem do resíduo com fibra		Calcinação do resíduo com fibra		Controle
	Item de Ensaio – Referência do método	Modificado			Enchimento	Tipo	Porosidade µm	T°C	Tempo	T°C	Tempo	
		sim	não									
1	FA23 – INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz. v.1: Métodos químicos e físicos para análise de alimentos. 4 ed. São Paulo. IMESP, 2005. p.137 Método 045/IV		x	Mes-Tris	Celite	Cadinho com placa de vidro sinterizado	40-60	105	8h	525	6h	Utiliza branco
2	FA23 – Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL, EUA. 19ª edição, 2012 Volume I e II Método 991.43 (adaptado)	x		Mes-Tris	Celite	Cadinho com placa de vidro sinterizado	40-60	105	2h	525	6h	Utiliza branco
5	FA23 – AOAC 991.43		x	Mes-Tris	Celite	Cadinho com placa de vidro sinterizado	40-60	105	12h	525	6h	Utiliza branco
6	FA23 – Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL, 19th ed, 2012 Método nº 985.29 (45.4.07)		x	Fosfato	Celite	Cadinho com placa de vidro sinterizado	40-60	70	16h	525	6h	Utiliza branco
7	FA23 – AOAC 991.43, 2005		x	Mes-Tris	Celite	Cadinho com placa de vidro sinterizado	40-60	105	15h	550	5h	Utiliza branco
12	FA23 – AOAC 19th ed. 2012 – 985.29, 993.19 e 991.42	x		Fosfato	Celite	Cadinho com placa de vidro sinterizado	40-60	105	8h	525	5h	Utiliza branco
14	FA23 – AOAC Official Method 991.43 Total, Soluble, and Insoluble Dietary Fiber in Foods Enzymatic–Gravimetric Method, MES–TRIS Buffer First Action 1991 Final Action 1994			Mes-Tris	Celite	Cadinho com placa de vidro sinterizado	40-60	105		550		Utiliza branco
15	FA23 – Asp, N.G.; Johansson, C.G.; Hallmer, H.; Siljestrom, M. 1983. Journal of Agricultural and Food Chemistry 31,476-482.		x	Fosfato	Lã de vidro	Cadinho com placa de vidro sinterizado	40-100 (2)	105	18h	550	5h	Utiliza branco
17	RC24 – AOAC 19 ED, VOL II 2012, METHOD 991.43		x	Mes-Tris	Celite	Cadinho com placa de vidro sinterizado	40-60	105	12h	550	5h	Utiliza branco

ANEXO 9**Informações dos Laboratórios sobre o método usado na determinação de Fibra bruta**

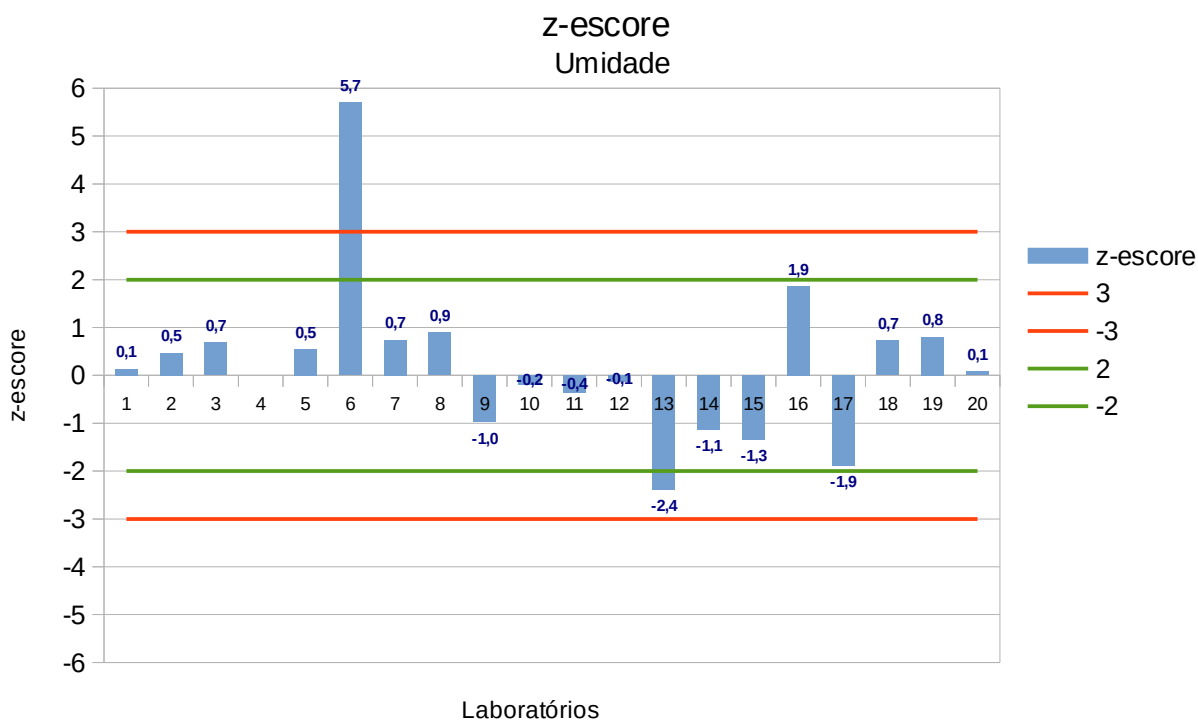
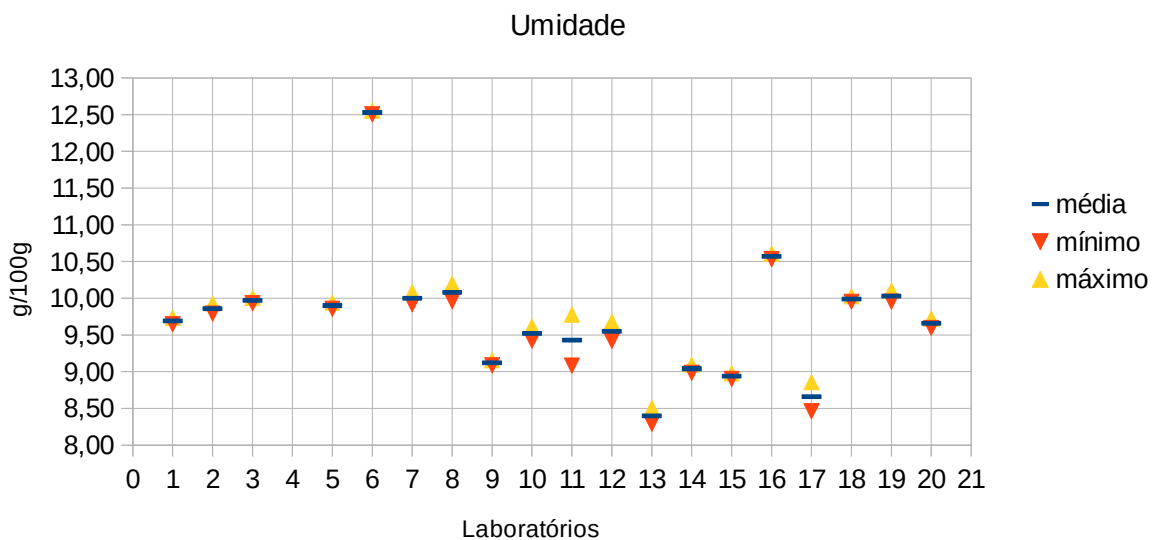
Lab	Método				Digestão Ácida		Digestão Básica		Secagem		Calcinação		Controle	
	Referência	Modificado		Extração Gordura		H ₂ SO ₄	Tempo	NaOH	Tempo	T °C	Tempo	T °C		Tempo
		Sim	Não	Sim	Não									
1	RC24 – BRASIL. Ministério da Agricultura, Secretaria Nacional da Defesa Agropecuária. Laboratório Nacional de Referência Animal (LANARA). Portaria 108, de 04 de setembro de 1991.	x			x	Sim	31 min	Sim	31 min	105	Peso constante	550	5h	
2	RC24 – COMPÊNDIO BRASILEIRO DE ALIMENTAÇÃO ANIMAL. Método nº 18 Fibra Bruta. São Paulo, SP. 2013. p-85-87		x		x	Sim	30 min	Sim	30 min	105	Peso constante	500	3h	
5	RC24 – Portaria 108, MAPA, 04/09/1991		x	x		Sim	30 min	Sim	30 min	105	1h	550	3h	
7	RC24 – Compendio Brasileiro de alimentação animal, 2009		x	x		Sim		Sim		105	6h	550	2h	
9	RC24 – Portaria nº 108/MAPA		x		x	Sim	30 min	Sim	30 min	105	Peso constante			
12	RC24 – Portaria 108 – Ministério da Agricultura – Métodos Analíticos para Controle de Alimentos para Uso Animal	x			x	Sim	30 min	Sim	30 min	105	8h	550	3h	
14	RC24 – IAL. Método 044/IV 4ª ed. Brasília, 2005.			x		outro				105	Peso constante	550	Peso constante	
17	RC24 – AOAC 978.10, 19 ED 2012		x		x	Sim	30 min	Sim	30 min	105	1h	550	1h	
18	RC24 – Velp Científica – Manuale FIWE		x		x	Sim	45 min	Sim	45 min	130	1h	600	2h	

ANEXO 10

Dispersão dos resultados e Distribuição dos z-escores – Umidade

FA23 – farinha de aveia

Dispersão de resultados



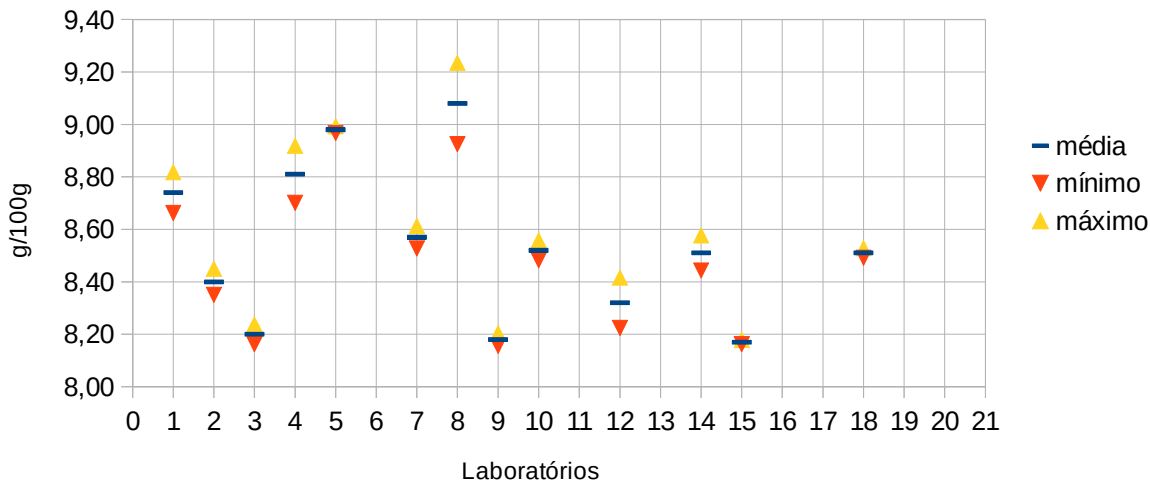
ANEXO 11

Dispersão dos resultados e Distribuição dos z-escores – Umidade

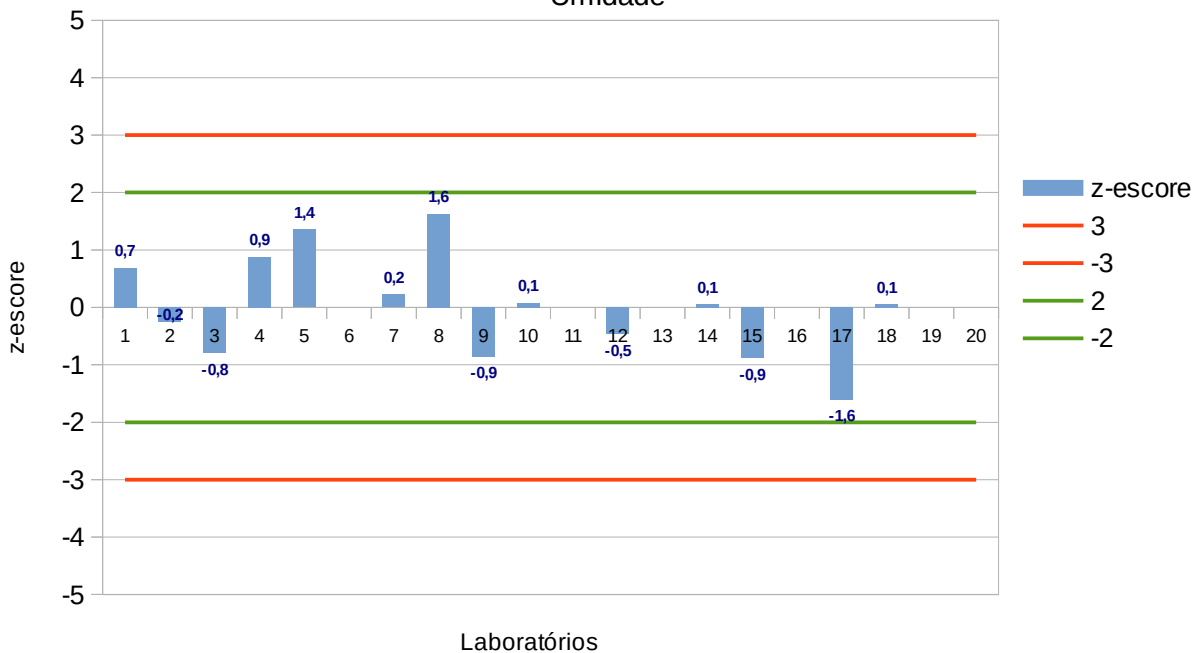
RC24 – ração para cães

Dispersão de resultados

Umidade



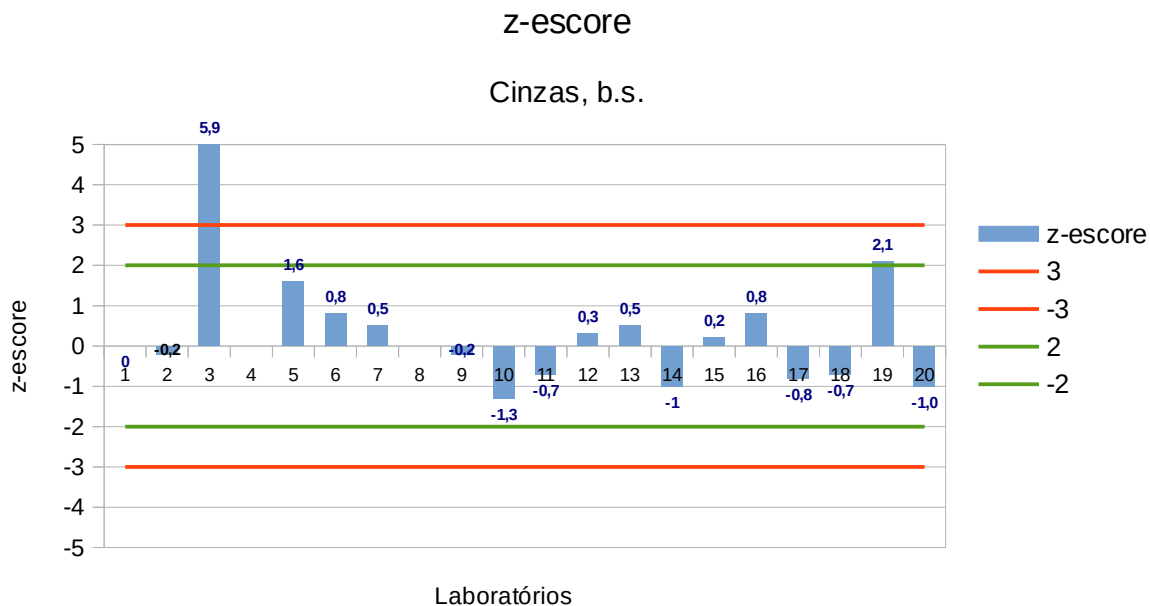
z-escore Umidade



ANEXO 12

Dispersão dos resultados - Cinzas e Distribuição dos z-escores - Cinzas b.s.

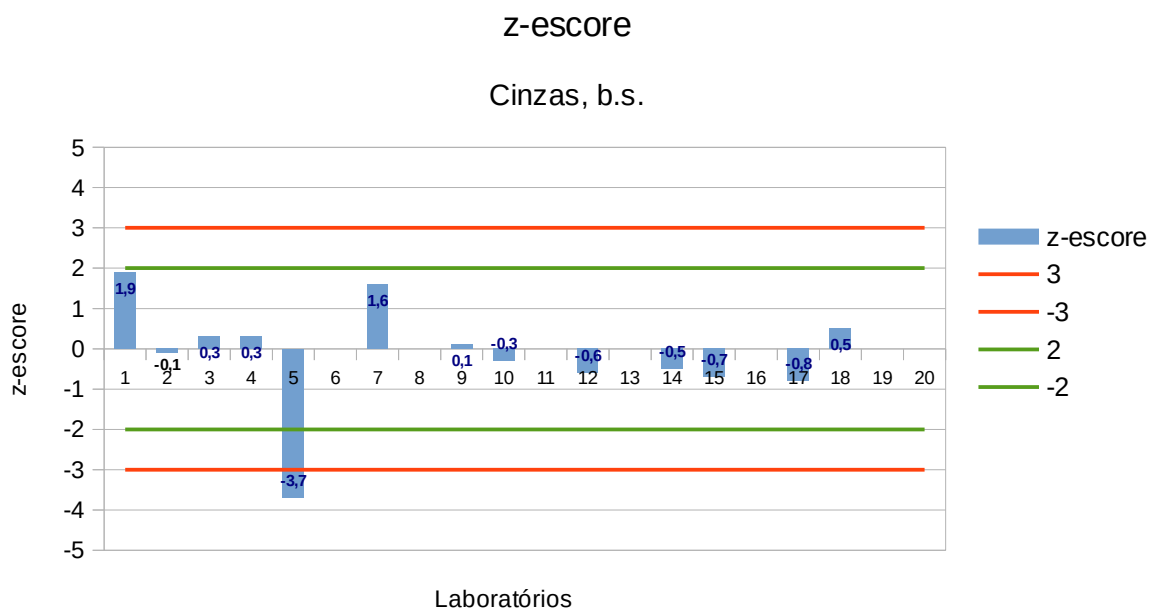
FA23 – farinha de aveia



ANEXO 13

Dispersão dos resultados - Cinzas e Distribuição dos z-escores - Cinzas b.s.

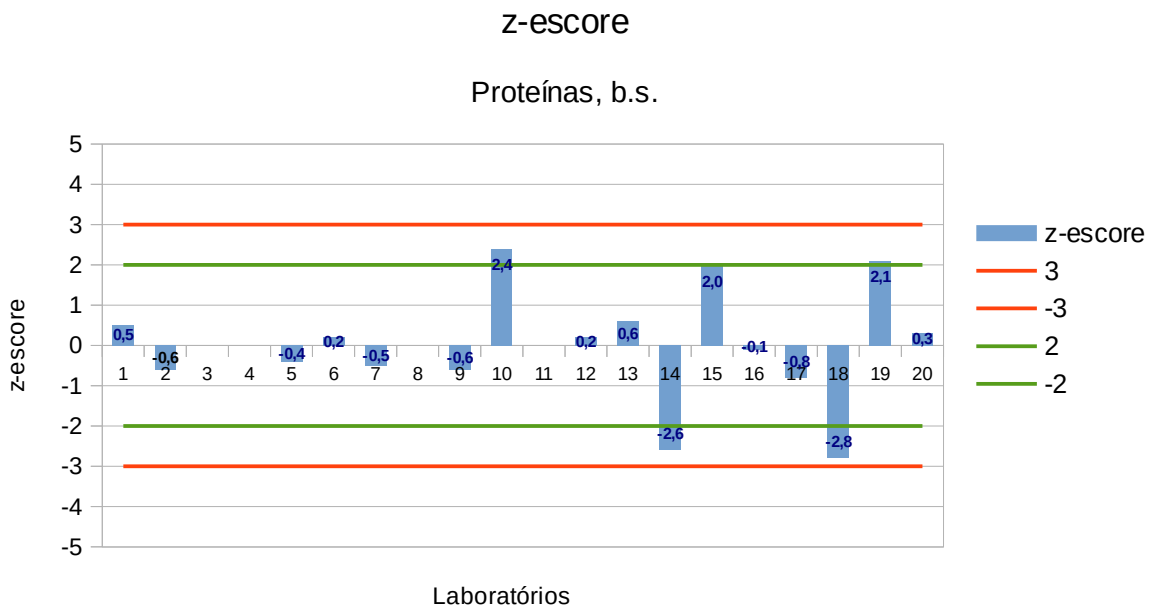
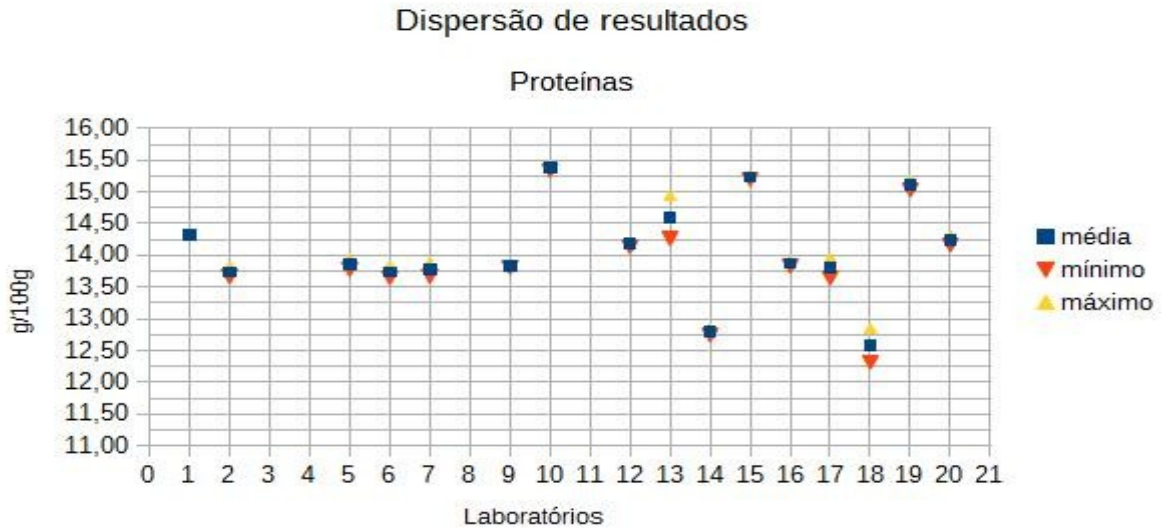
RC24 – ração para cães



ANEXO 14

Dispersão dos resultados - Proteínas e Distribuição dos z-escores - Proteínas b.s.

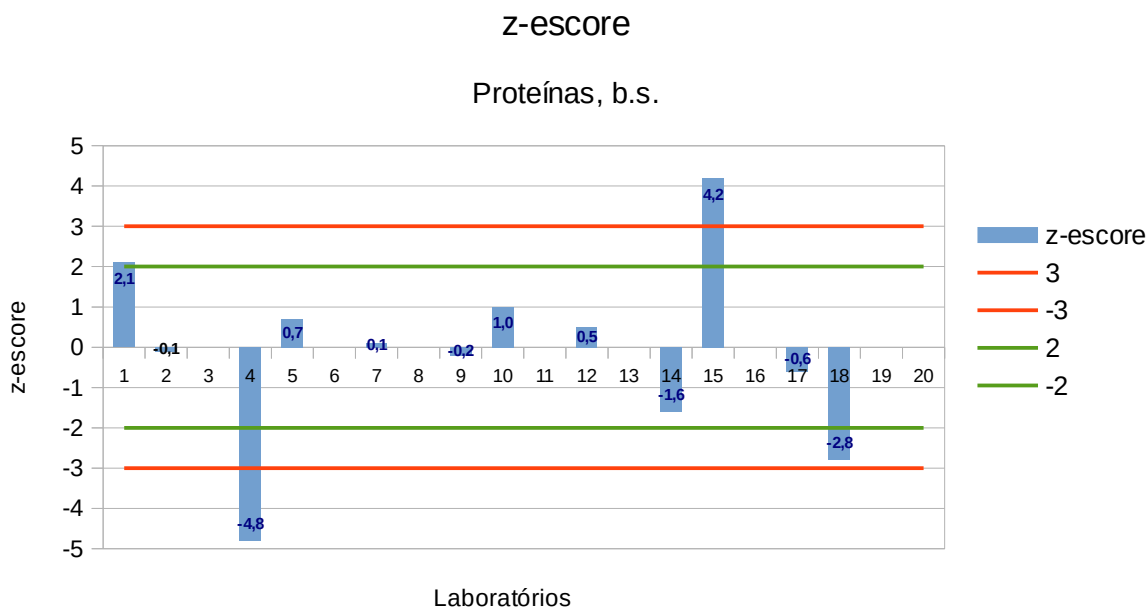
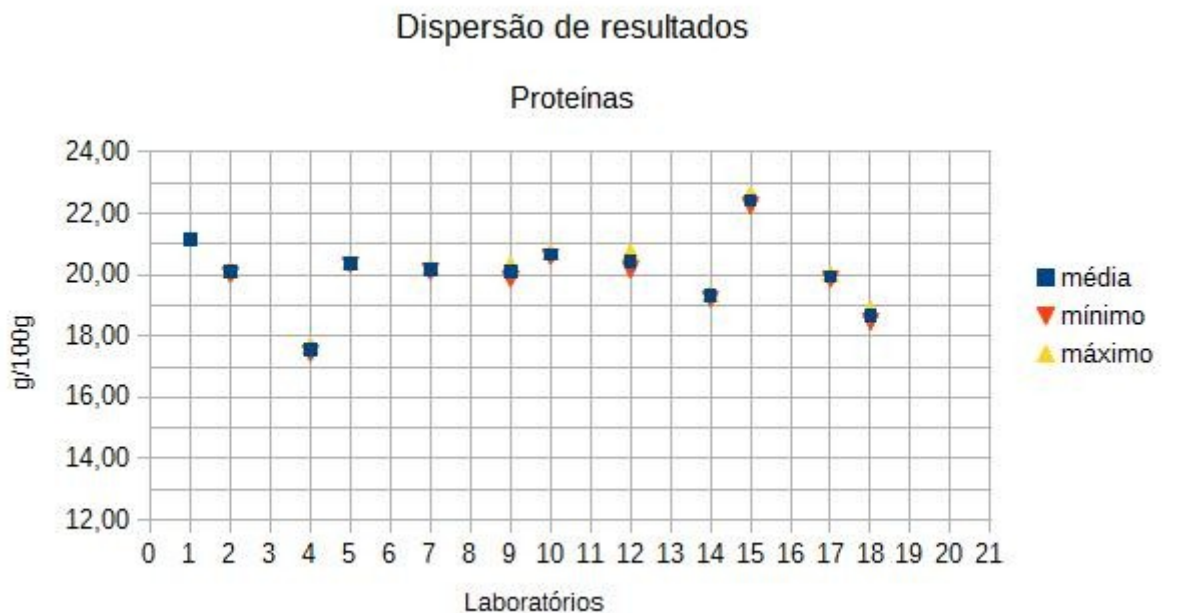
FA23 – farinha de aveia



ANEXO 15

Dispersão dos resultados - Proteínas e Distribuição dos z-escores - Proteínas b.s.

RC24 – ração para cães



ANEXO 16

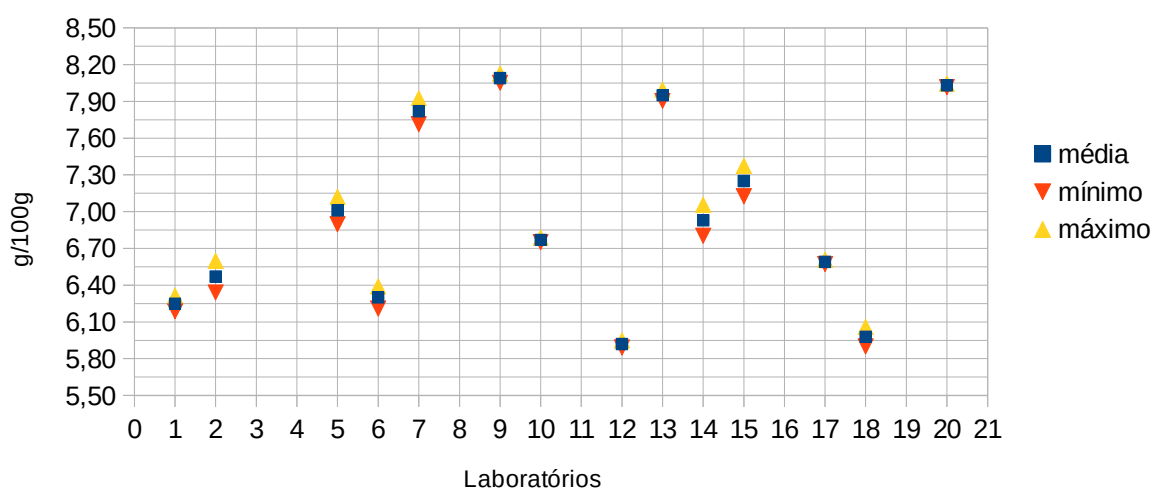
Dispersão dos resultados – Gorduras totais FA23 – farinha aveia

Extração Direta: Laboratórios 1, 2, 5, 6, 10, 12, 13, 14, 15, 17

Extração com Hidrólise Ácida prévia: Laboratórios 7, 9, 18, 20

Dispersão de resultados

Gorduras totais



ANEXO 17

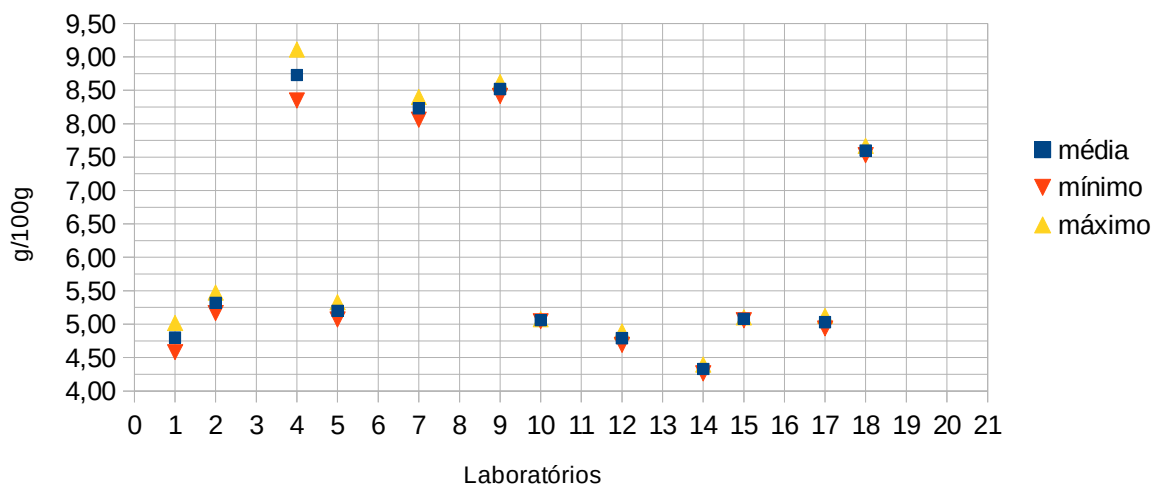
Dispersão dos resultados – Gorduras totais RC24 – ração para cães

Extração Direta: Laboratórios 1, 2, 5, 10, 12, 14, 15, 17

Extração com Hidrólise Ácida prévia: Laboratórios 4, 7, 9, 18

Dispersão de resultados

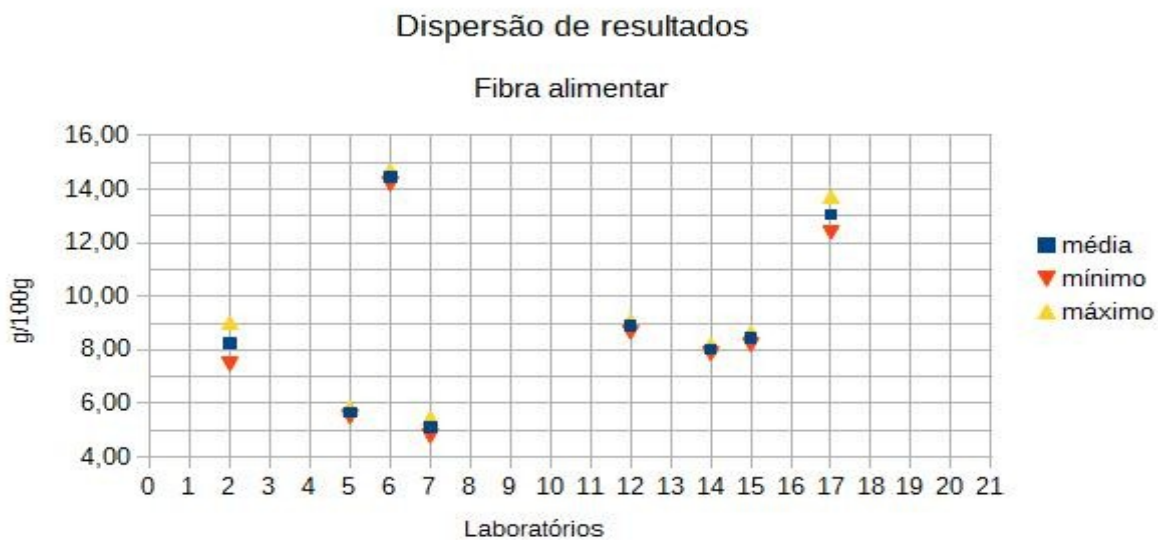
Gorduras totais



ANEXO 18

Dispersão dos resultados – Fibra alimentar

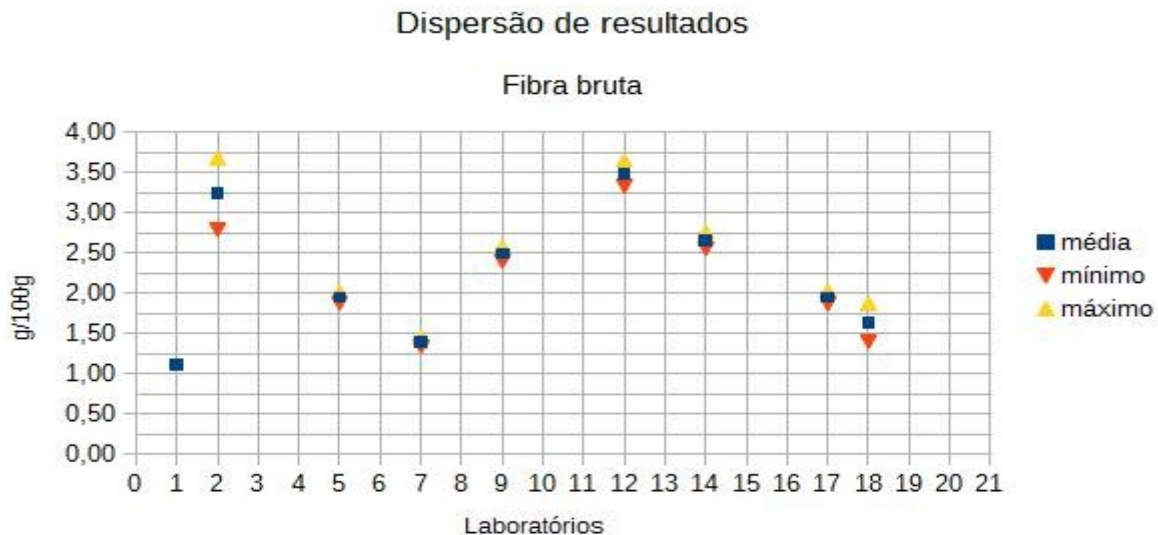
FA23 – farinha de aveia



ANEXO 19

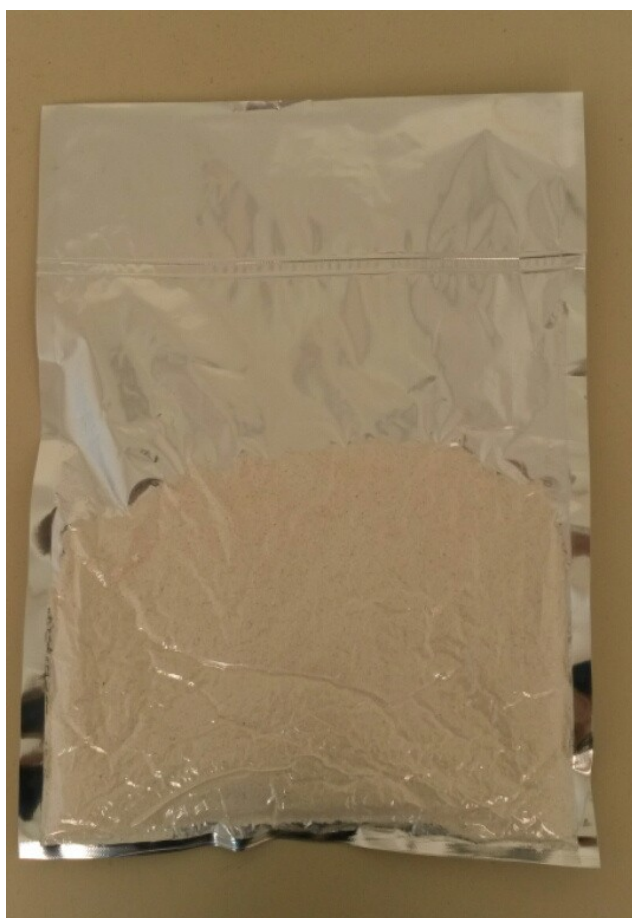
Dispersão dos resultados – Fibra bruta

RC24 – ração para cães



ANEXO 20

Itens de ensaio



FA23 – farinha de aveia



RC24 – ração para cães