



INTERLAB 2013 - I

PROGRAMA DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA

RELATÓRIO RODADA 2013 - I

UMIDADE, CINZAS, PROTEÍNAS, FIBRA ALIMENTAR

EM

FARINHA DE MANDIOCA E FARINHA DE SOJA

GORDURAS TOTAIS

EM

FARINHA DE SOJA

Julho / 2013

I N T E R L A B

PROGRAMA DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA

Cadastrado no EPTIS

RELATÓRIO RODADA 2013 - I

UMIDADE – CINZAS – PROTEÍNAS – FIBRA ALIMENTAR

FARINHA DE MANDIOCA – FARINHA DE SOJA

GORDURAS TOTAIS

FARINHA DE SOJA

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

Matheus Dillmann Lopes – Estagiário

Flávio Ricardo Pontes Pinent Macedo - Estagiário

COMITÊ CONSULTOR:

Iolanda Dill Fernandes

Jonathan Vaz Martins Silva

Lina Yamachita Oliveras

Maria Jorgina Silveira Soares

Norma Magalhães Duarte Mergel

Relatório autorizado em 02/07/2013

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.....	6
5.3.1 Ensaios para os Estudos da Homogeneidade e da Estabilidade.....	6
5.3.2 Estudo da Homogeneidade.....	6
5.3.3 Estudo da Estabilidade.....	6
6 Técnicas Estatísticas e Parâmetros utilizados na Análise dos Resultados.....	7
6.1 Desempenho dos Laboratórios.....	7
6.2 Determinação dos Valores Designados e Incertezas.....	7
6.3 Determinação dos Desvios Padrão.....	9
7 Informações sobre a Execução dos Ensaios pelos Laboratórios Participantes.....	9
7.1 Sistema de Gestão da Qualidade.....	9
7.2 Métodos utilizados.....	9
7.2.1 Cinzas.....	11
7.2.2 Proteínas.....	11
7.2.3 Gorduras totais.....	12
7.2.4 Fibra Alimentar.....	12
7.2.5 Umidade.....	13
8 Resultados e Avaliações de Desempenho dos Laboratórios Participantes.....	14
8.1 Cinzas.....	14
8.2 Proteínas.....	16
8.3 Gorduras totais.....	18
8.4 Fibra Alimentar.....	19
8.5 Umidade.....	21
9 Comentários e Recomendações.....	22
9.1 Cinzas.....	22
9.2 Proteínas.....	23
9.3 Gorduras Totais.....	24
9.4 Fibra Alimentar.....	25
9.5 Umidade.....	25
9.6 Recomendações Gerais.....	25
10 Referências Bibliográficas.....	27
Anexos.....	29

1 Introdução

A ABNT NBR ISO/IEC 17025(7) – 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 programas 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 – EP 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(18).

2 Objetivo

O Programa de Ensaio de Proficiência – INTERLAB, executado segundo requisitos da ABNT NBR ISO/IEC 17043(8) e ABNT NBR ISO/IEC 17025(7), 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 assim identificar possíveis problemas, a partir dos quais, poderá definir ações corretivas, preventivas e de melhoria. Além disto, pode verificar e validar os métodos utilizados, estimar a incerteza, 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. Esta rodada contou com 28 laboratórios participantes. Dentre estes laboratórios, foram identificados 12 com reconhecimento segundo ABNT NBR ISO/IEC 17025 (7), sendo 07 para os ensaios da rodada (destes, 05 possuem acreditação Cgcre/Inmetro) e 05 para outras técnicas analíticas e/ou outras matrizes. Foram considerados laboratórios especialistas, os 07 laboratórios cujo escopo de acreditação ou reconhecimento inclui os ensaios da rodada.

4 Comunicação e Confidencialidade

Anexados ao e-mail de divulgação desta rodada do INTERLAB, os laboratórios receberam o Protocolo 2013-I 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. 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 para o e-mail indicado pelo participante).

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

Os resultados apresentados neste relatório foram avaliados conforme recomendações e técnicas estatísticas descritas nas ISO 13528(22), ABNT NBR ISO/IEC 17043(8), ABNT ISO Guia 35(10), ISO 5725-2(20), ISO 5725-5(21) e Protocolo Internacional Harmonizado(25). O Laboratório Participante que tenha dúvidas ou não concorde com a avaliação de desempenho fornecida poderá solicitar esclarecimentos ou encaminhar apelação através do formulário F05/00 (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 mandioca e farinha de soja) foram adquiridos no mercado brasileiro e preparados pela CIENTEC. Após embalados, os itens de ensaio foram testados quanto à homogeneidade e à estabilidade.

A estabilidade na distribuição aos laboratórios (embalagem, manuseio e transporte) foi avaliada através do envio de itens de ensaio por sedex à região Nordeste e retorno para teste.

Na execução do programa, os itens de ensaio foram encaminhados pelo correio (sedex) conforme previsto, acompanhados do formulário de recebimento. Não foram registradas perdas da integridade das embalagens ou anormalidade no conteúdo dos itens recebidos pelos participantes que impliquem alteração dos parâmetros avaliados.

5.1 Preparação

A preparação dos itens de ensaio envolveu as seguintes etapas:

- Peneiração - Para verificar a granulometria requerida, a farinha de mandioca e a farinha de soja foram passadas em peneira malha 20 mesh (0,84 mm).
- Homogeneização - Para misturar as unidades de cada material adquirido, utilizou-se homogeneizador de aço inox em forma de Y (TE 200/20 – Tecnal). Quantidades retiradas alternadamente de cada saca compuseram bateladas sucessivas até todo o material ser misturado, no mínimo, 3 vezes. Cada batelada (de aproximadamente 10 kg) foi misturada por 15 minutos.
- Embalagem - Após pesagem em balança semi-analítica, quantidades individuais de 62±3g foram embaladas a vácuo em sacos (30x20 cm) de polietileno multicamadas com uma das faces aluminizada (Anexo 17).
- Amostragem para os estudos da homogeneidade e da estabilidade executada conforme procedimento PO 708.65.002(15), de acordo com a ISO 13528(22), Anexo B, item B1c .

5.2 Identificação

Cada item de ensaio foi identificado conforme matriz utilizada e ensaios ofertados.

ITEM DE ENSAIO	MATRIZ	ENSAIOS
CIENTEC - FD15	Farinha de Mandioca	umidade, cinzas, proteínas e fibra alimentar
CIENTEC - FS16	Farinha de Soja	umidade, cinzas, proteínas, gorduras totais e fibra alimentar

Tabela 1 – Identificação dos itens de ensaio e determinações do INTERLAB - Rodada 2013-I

5.3 Homogeneidade e Estabilidade

5.3.1 Ensaio para os Estudos da Homogeneidade e da Estabilidade

Os ensaios utilizados nos estudos da homogeneidade e estabilidade foram efetuados no Laboratório de Química de Alimentos (LQA), e constam no escopo de acreditação CRL 145 - Cgcre/Inmetro (16).

Item de Ensaio	Ensaio	Método de Ensaio
FD15 – Farinha de Mandioca	umidade	AOAC International, 945.38 B 2012 (4)
	proteínas	ISO 1871 2009 E (23)
FS16 – Farinha de Soja	umidade	AOAC International, 945.39 A 2012 (5)
	gorduras	AOAC International, 920.39 C 2012 (3)

Tabela 2 – Métodos de ensaios utilizados nos estudos da homogeneidade e estabilidade

5.3.2 Estudo da Homogeneidade

Os estudos foram conduzidos de acordo com o procedimento CIENTEC PO. 708.65.002 (15) 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). Os estudos da homogeneidade foram relativos a proteínas para o item de ensaio FD15 – Farinha de Mandioca e a gorduras totais para o item de ensaio FS16 – Farinha de Soja.

A homogeneidade intra (dentro) foi determinada pela execução de ensaio, em condições de repetibilidade, em 10 replicatas de uma 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, farinha de mandioca e farinha de soja apresentaram homogeneidade intra (Anexo 1).

No caso da homogeneidade entre unidades (inter), foram efetuados ensaios (duplicata) em 05 unidades de cada item de ensaio, escolhidas de forma estatisticamente aleatória.

Os resultados das determinações foram avaliados para cada um dos materiais através da análise de variância ANOVA - fator único com nível de confiança de 95%.

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

5.3.3 Estudo da Estabilidade

As condições da estabilidade dos itens preparados foram verificadas através dos mesmos ensaios do estudo da homogeneidade, abrangendo o período entre as datas da sua produção e do recebimento dos resultados dos Laboratórios Participantes. Os itens de ensaio para os estudos da estabilidade foram mantidos à temperatura ambiente em local seco e protegido da luz.

Os ensaios foram efetuados em 05 unidades de cada um dos materiais, escolhidos de forma estatisticamente aleatória no período de março a maio/2013.

Os resultados foram avaliados segundo o procedimento descrito na ISO 13528(22), Anexo B,

item B5, que considera a amostra adequadamente estável quando:

$$|x-y| \leq 0,3s$$

sendo,

x média obtida no estudo da homogeneidade (entre unidades)

y média geral obtida no estudo da estabilidade

s desvio padrão da rodada 2013-I (item 6.3)

Concluiu-se que os itens de ensaio, farinha de mandioca e farinha de soja, 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 da reprodutibilidade, estabelecidos para a rodada (item 6.3), foi efetuada através do z-escore dos resultados para cada item de ensaio, onde:

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

sendo,

x resultado do Laboratório Participante

X valor designado (item 6.2)

s desvio padrão da rodada 2013-I (item 6.3)

O desempenho individual do Laboratório Participante foi calculado para cada uma das determinações efetuadas por item de ensaio. 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

O valor designado de cada determinação foi definido como a média robusta dos resultados válidos informados pelos Laboratórios Participantes, calculado de acordo com o item 5.6.1 da ISO 13528 (22), utilizando o Algoritmo A do Anexo C.

Resultado com erro grosseiro foi excluído do cálculo da média robusta para a determinação do valor designado do EP. 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 da rodada.

Para confirmação do valor designado, 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.

Devido ao número de laboratórios que realizaram a determinação de fibra alimentar nas matrizes da rodada (no máximo, 9), o número de resultados não dá respaldo estatístico para que a média robusta possa ser definida como valor designado. O valor da média robusta deve ser considerado informativo, ficando a critério de cada Laboratório fazer a sua própria

avaliação. Para a matriz farinha de soja, esta avaliação deverá ser mais criteriosa, devido ao desvio padrão robusto elevado.

Item de Ensaio	Determinação	Média robusta, g/100g		VALOR DESIGNADO	Limite de reprodutibilidade (2,8 . s)
		Laboratórios Participantes	Laboratórios Especialistas		
FD15 Farinha de Mandioca	Cinzas, b.s.	0,65	0,67	0,65	0,13
	Proteínas, b.s.	0,91	0,98	0,91	0,30
	Fibra alimentar, b.s.	6,40	5,95	*	-
FS16 Farinha de Soja	Cinzas, b.s.	5,02	4,99	5,02	0,50
	Proteínas, b.s.	42,22	42,81	42,22	2,44
	Gorduras totais, b.s.	23,86	24,00	23,86	1,38
	Fibra alimentar, b.s.	15,71	15,93	*	-

* média robusta deve ser considerada valor informativo - avaliação a critério de cada Laboratório

Tabela 3 – Valor designado do INTERLAB - Rodada 2013 - I

A incerteza padrão do valor designado foi determinada segundo item 5.6.2 da ISO 13528(22). As incertezas que atenderam ao critério $u_{vd} \leq 0,3s$, portanto são consideradas negligenciáveis segundo item 4.2 da ISO 13528(22). Com relação as demais ($u_{vd} > 0,3s$), recomenda-se (item 9.3) que os laboratórios sejam criteriosos na emissão de resultados, verificando se a precisão e a incerteza são adequadas ao uso pretendido dos resultados.

Item de ensaio	FD15 – Farinha de Mandioca		
	Cinzas, b.s.	Proteínas, b.s.	Fibra alimentar, b.s
Ensaio			
Desvio padrão dos lab. Participantes (σ)	0,052	0,214	0,562
Nº lab. participantes* (p)	24	22	7
Incerteza: $u_{vd} = (1,25 \cdot \sigma) / \sqrt{p}$	0,013	0,057	0,270
Desvio padrão da rodada (s)	0,045	0,108	0,562
critério 0,3s	0,014	0,032	0,169
$U_{vd} \leq 0,3s$	atende	não atende	não atende
Conclusão	negligenciável	não negligenciável	não negligenciável

* excluídos os laboratórios com erros grosseiros

Tabela 4 – Avaliação da incerteza do INTERLAB 2013-I para o Item de Ensaio FD15

Item de ensaio	FS16 – Farinha de Soja			
	Cinzas, b.s.	Proteínas, b.s.	Gorduras totais, b.s	Fibra alimentar, b.s
Ensaio				
Desvio padrão dos lab. Participantes (σ)	0,190	1,190	0,493	3,391
Nº lab. participantes* (p)	24	21	19	8
Incerteza: $u_{vd} = (1,25 \cdot \sigma) / \sqrt{p}$	0,049	0,325	0,141	1,499
Desvio padrão da rodada (s)	0,179	0,871	0,493	3,391
critério 0,3s	0,054	0,261	0,148	1,017
$U_{vd} \leq 0,3s$	atende	não atende	atende	não atende
Conclusão	negligenciável	não negligenciável	negligenciável	não negligenciável

* excluídos os laboratórios com erros grosseiros

Tabela 5 – Avaliação da incerteza do INTERLAB - 2013-I para o Item de Ensaio FS16

6.3 Determinação dos Desvios Padrão

Os desvios padrão deste ensaio de proficiência foram determinados de acordo com o item 6 da ISO 13528(22).

Para cada determinação, 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 e da rodada anterior com matriz da mesma natureza, conforme prevê o item 6.6 da ISO 13528(22), considerando o valor teórico calculado por Thompson/Horwitz(25) e o critério HorRat igual a 1 para precisão interlaboratorial satisfatória, com limites de aceitabilidade de 0,5 a 2,0.

Item de Ensaio	Determinação	Desvio padrão			Desvio padrão Rodada 2013-I
		Laboratórios Participantes	Laboratórios Especialistas	Rodada 2012-II	
FD15 Farinha de Mandioca	Cinzas, b.s.	0,052	0,045	0,045	0,045
	Proteínas, b.s.	0,214	0,186	0,108	0,108
	Fibra alimentar, b.s.	0,562	0,271	-	-
FS16 Farinha de Soja	Cinzas, b.s.	0,190	0,179	-	0,179
	Proteínas, b.s.	1,190	0,871	-	0,871
	Gorduras totais, b.s.	0,493	0,548	-	0,493
	Fibra alimentar, b.s.	3,391	4,018	-	-

Tabela 6 – Desvio padrão do EP - Rodada 2013-I

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, incerteza, referência do método/procedimento, equipamentos, temperaturas/tempos, controles (Anexos 4, 5, 6, 7, 8).

7.1 Sistema de Gestão da Qualidade

Com relação à gestão da qualidade, dos 28 Laboratórios Participantes, 12 possuem algum tipo de reconhecimento segundo a ABNT NBR ISO/IEC 17025(7), sendo que 07 para os ensaios da rodada (destes, 05 possuem acreditação Cgcre/Inmetro), 21 informaram que adotam procedimentos para o controle de resultados; 19, que utilizam procedimentos para calibração de equipamentos e 13, que usam material de referência.

7.2 Métodos Utilizados

Os laboratórios foram orientados a realizar as determinações conforme rotina e, conforme solicitado, além da referência dos métodos utilizados, informaram sobre procedimentos específicos de algumas etapas. Pelas informações obtidas, observa-se a distribuição percentual aproximada de laboratório por tipo de método, apresentada nas tabelas a seguir.

Métodos utilizados – Item de ensaio FD15 - Farinha de Mandioca	% de Laboratórios por determinação	
Métodos de ensaios com dados de validação ou com resultados de programas interlaboratoriais publicados por organizações reconhecidas na área, tais como AOAC International, AACC International, ASTM e ISO	Cinzas	31
	Proteínas	41
	Fibra alimentar	75
	Umidade	33
Métodos de ensaios publicados por organizações da área, tais como Instituto Adolfo Lutz (IAL), Sindirações (CBAA)	Cinzas	54
	Proteínas	50
	Fibra alimentar	25
	Umidade	59
Métodos publicados por organismo regulamentador - MAPA	Cinzas	8
	Proteínas	5
	Fibra alimentar	0
	Umidade	4
Procedimento interno do laboratório, manual de fabricante de equipamentos	Cinzas	4
	Proteínas	5
	Fibra alimentar	0
	Umidade	4
Não informou	Cinzas	4
	Proteínas	0
	Fibra alimentar	0
	Umidade	0

Tabela 7 – Distribuição percentual – Laboratórios por tipo de método utilizado em FD15

Métodos utilizados – Item de ensaio FS16 - Farinha de Soja	% de Laboratórios por determinação	
Métodos de ensaios com dados de validação ou com resultados de programas interlaboratoriais publicados por organizações reconhecidas na área, tais como AOAC International, AACC International, ASTM e ISO	Cinzas	31
	Proteínas	36
	Fibra alimentar	67
	Umidade	30
	Gorduras Totais	28
Métodos de ensaios publicados por organizações da área, tais como Instituto Adolfo Lutz (IAL), Sindirações (CBAA)	Cinzas	58
	Proteínas	50
	Fibra alimentar	22
	Umidade	59
	Gorduras Totais	57
Métodos publicados por organismo regulamentador - MAPA	Cinzas	8
	Proteínas	9
	Fibra alimentar	11
	Umidade	7
	Gorduras Totais	5
Procedimento interno do laboratório, manual de fabricante de equipamentos	Cinzas	4
	Proteínas	5
	Fibra alimentar	0
	Umidade	4
	Gorduras Totais	5
Não informou	Cinzas	0
	Proteínas	0
	Fibra alimentar	0
	Umidade	0
	Gorduras Totais	5

Tabela 8 – Distribuição percentual – Laboratórios por tipo de método utilizado em FS16

7.2.1 Cinzas

Dentre os Laboratórios Participantes, 26 laboratórios efetuaram determinações de cinzas (Anexo 4 – Informação dos laboratórios sobre o método usado na determinação de Cinzas). 65% dos laboratórios utilizou a determinação de cinzas com tempo fixo. A maioria, independentemente da técnica, peso constante ou tempo fixo, utilizou a temperatura de 550°C. Um laboratório determinou cinzas utilizando equipamento automático de análise termogravimétrica (TGA).

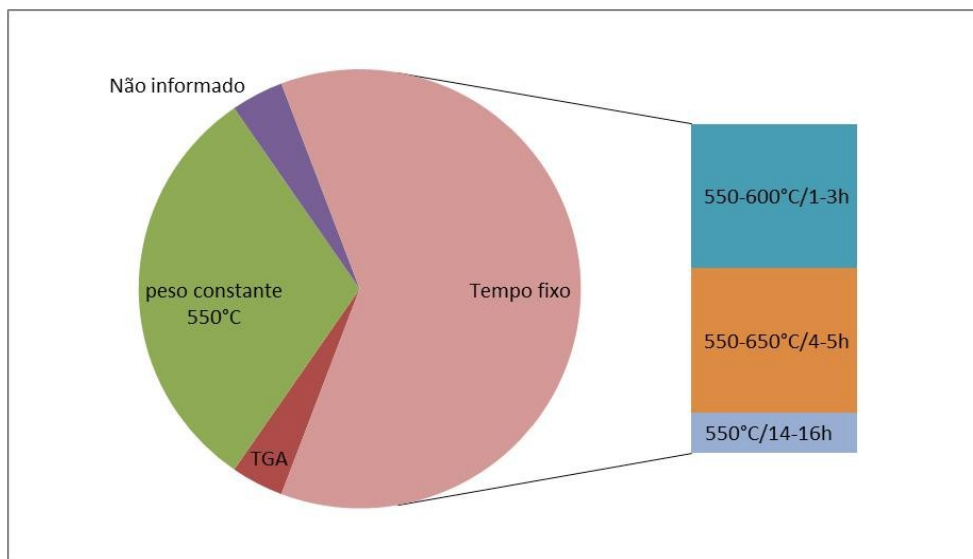


Figura 1 - Distribuição dos métodos utilizados pelos laboratórios para cinzas

7.2.2 Proteínas

Dentre os Laboratórios Participantes, 23 efetuaram determinações de proteínas (Anexo 5 – Informações dos Laboratórios sobre o método usado na determinação de Proteínas).

Os métodos utilizados calculam o valor de proteínas através da determinação de nitrogênio, a partir de fator de conversão específico. A maioria dos laboratórios (cerca de 95%) utilizou a técnica de determinação de nitrogênio pelo processo de digestão por Kjeldahl, seguido das etapas de destilação e titulação; enquanto um utilizou a técnica de combustão da amostra e determinação do nitrogênio com detector de condutividade térmica. Vale observar que as duas técnicas são descritas em métodos oficiais da AOAC International (2) e da AACC International (1), com reprodutibilidade menor que 2%. Dessa forma, a avaliação de desempenho dos laboratórios considerou os métodos sem distinção.

O fator de conversão de nitrogênio para proteínas para cada item de ensaio, definido de acordo com regulamento da ANVISA sobre rotulagem obrigatória (11), foi informado aos Laboratórios no formulário de "Registro de Resultados" (farinha de mandioca – 5,75; farinha de soja – 6,25).

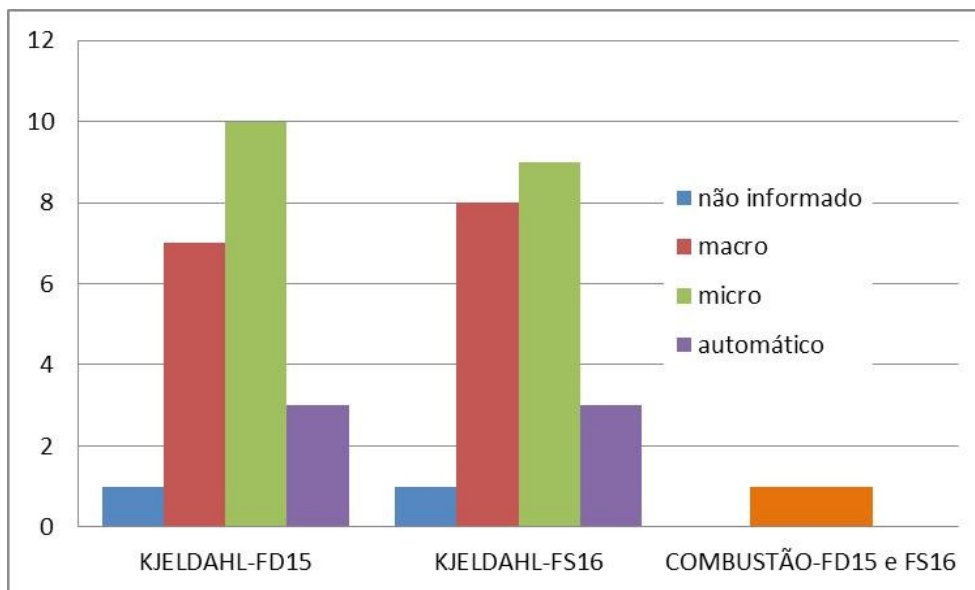


Figura 2 - Distribuição dos métodos utilizados pelos laboratórios para proteínas

7.2.3 Gorduras totais

Dos 21 Laboratórios que determinaram gorduras no item FS16-Farinha de Soja, 13 realizaram extração direta, 07 utilizaram hidrólise ácida (Anexo 6 – Informações dos Laboratórios sobre o método usado na determinação de Gorduras Totais).

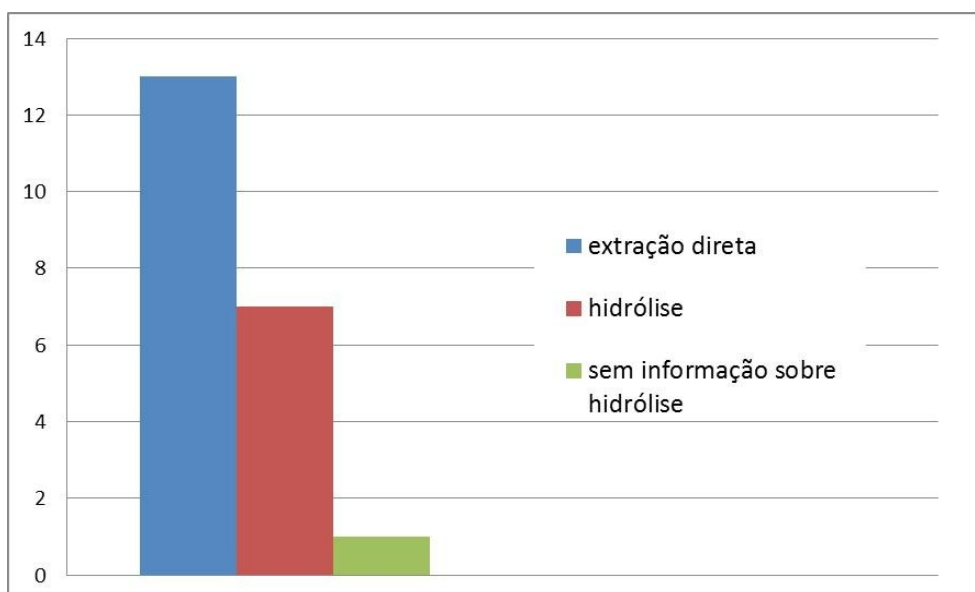


Figura 3 - Distribuição dos métodos utilizados pelos laboratórios para gorduras totais

7.2.4 Fibra Alimentar

Dentre os Laboratórios Participantes, 09 efetuaram determinação de fibra alimentar em farinha de soja e 08 em farinha de mandioca. Foi utilizado o método enzimático-gravimétrico com tratamento enzimático tampão MES-TRIS ou tampão fosfato (Anexo 7 – Informações dos Laboratórios sobre o método usado na determinação de Fibra Alimentar).

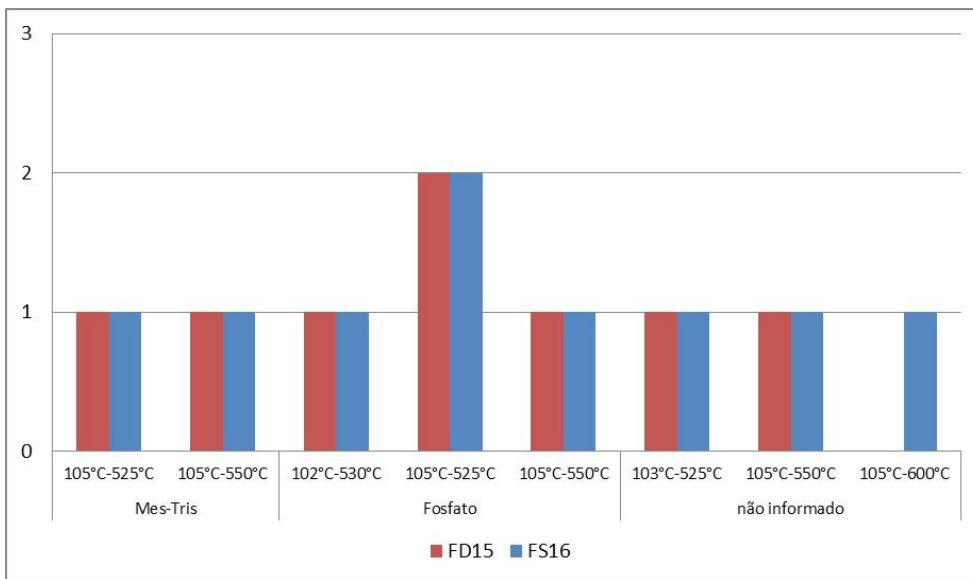


Figura 4 - Distribuição dos métodos utilizados pelos laboratórios para fibra alimentar

7.2.5 Umidade

Os 28 Laboratórios Participantes efetuaram determinação de umidade (Anexo 8 – Informações dos laboratórios sobre o método usado na determinação de Umidade). Destes, 25 realizaram a determinação em estufa, 13 utilizando peso constante e 12, tempo fixo. As temperaturas máximas e mínimas utilizadas foram 130°C e 105°C. Os laboratórios que utilizaram tempo fixo relataram tempos variados.

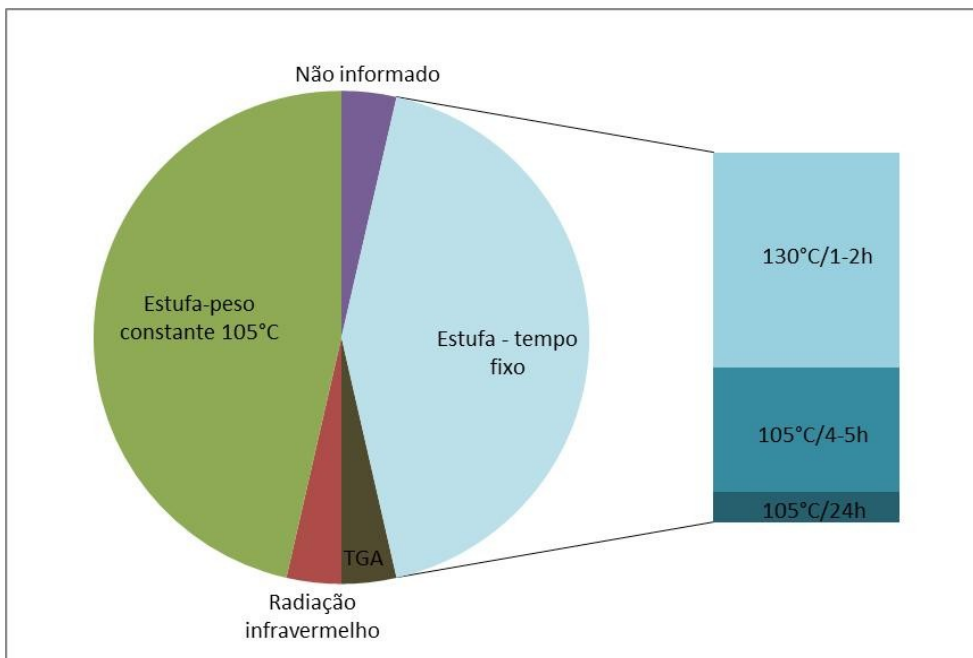


Figura 5 - Distribuição dos métodos utilizados pelos laboratórios para umidade

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 ($|z| \leq 2$: 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 Cinzas

As Tabelas 9 e 10 apresentam os resultados z-escores referentes a cinzas b.s. nos itens de ensaio FD15 - Farinha de Mandioca e FS16 - Farinha de Soja respectivamente.

A Tabela 9 apresenta os resultados de cinzas referentes ao item de ensaio FD15 - Farinha de Mandioca, sendo:

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

X = 0,65 g/100g (valor designado - cinzas, b.s. - FD15 - Farinha de Mandioca)

s = 0,045 (desvio padrão da rodada - cinzas, b.s. - FD15 - Farinha de Mandioca)

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

Código Lab.	Cinzas - FD15				Desvio padrão	Resultado g/100g	Umidade g/100g	Resultado b.s. g/100g	z-escore $(x-x)/s$
	Replicatas g/100g								
1	0,45	0,59	0,63	0,53	0,08	0,55	9,11	0,61	-0,9
2	0,49	0,50	0,44	0,74	0,13	0,54	8,77	0,59	-1,3
3	0,27	0,25	0,31	0,17	0,06	0,25	8,39	0,27	-8,4
4	0,68	0,62	0,61	0,62	0,03	0,63	8,49	0,69	0,9
5	0,59	0,57	0,57	0,58	0,01	0,58	9,16	0,64	-0,2
6	0,63	0,62	0,61	0,63	0,01	0,62	8,25	0,68	0,7
7	0,64	0,54	0,61	0,66	0,05	0,61	9,63	0,68	0,7
8	0,57	0,59	0,56	0,55	0,02	0,56	7,12	0,60	-1,1
9	0,58	0,48	0,57	0,50	0,05	0,53	8,84	0,58	-1,6
10	0,60	0,61	0,62	0,64	0,02	0,62	8,38	0,68	0,7
11	0,40	0,51	0,52	0,20	0,15	0,41	8,53	0,45	-4,4
12	0,61	0,57	0,67	0,67	0,05	0,63	8,69	0,69	0,9
13	0,64	0,65	0,65	0,67	0,01	0,65	8,19	0,71	1,3
14	*	*	*	*	*	*	-	*	*
15	0,55	0,54	0,57	0,55	0,01	0,56	8,44	0,61	-0,9
16	0,52	0,52	0,54	0,56	0,02	0,54	8,55	0,59	-1,3
17	0,62	0,67	0,63	0,60	0,03	0,63	7,77	0,68	0,7
18	0,67	0,68	0,71	0,65	0,02	0,68	9,15	0,75	2,2
19	0,59	0,59	0,57	0,62	0,02	0,60	9,03	0,66	0,2
20	0,61	0,62	0,68	0,67	0,04	0,64	8,89	0,70	1,1
21	*	*	*	*	*	*	-	*	*
22	0,60	0,61	0,60	0,57	0,02	0,60	8,19	0,65	0,0
23	0,90	0,91	0,93	0,90	0,01	0,91	7,66	0,99	7,6
24	*	*	*	*	*	*	-	*	*
25	0,61	0,61	0,60	0,63	0,01	0,61	8,75	0,67	0,4
26	0,51	0,47	0,48	0,49	0,02	0,49	8,64	0,54	-2,4
27	0,60	0,63	0,56	0,60	0,03	0,60	7,87	0,65	0,0
28	0,64	0,66	0,63	0,61	0,02	0,64	8,64	0,70	1,1
29	0,67	0,68	0,68	0,69	0,01	0,68	8,16	0,74	2,0

* não determinou cinzas no item de ensaio

Tabela 9 – Resultados de cinzas dos Laboratórios Participantes (FD15 – Farinha de Mandioca)

A Tabela 10 apresenta os resultados de cinzas referentes ao item de ensaio FS16 – Farinha de soja, sendo:

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

X = 5,02 g/100g (valor designado - cinzas, b.s. - FS16 – Farinha de soja)

s = 0,190 (desvio padrão da rodada - cinzas, b.s. - FS16 – Farinha de soja)

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

Código Lab.	Cinzas - FS16				Desvio padrão	Resultado g/100g	Umidade g/100g	Resultado b.s. g/100g	z-escore $(x-X)/s$
	Replicatas g/100g								
1	4,62	5,00	4,69	5,05	0,22	4,84	6,86	5,20	1,0
2	5,00	4,80	4,52	4,56	0,22	4,72	6,22	5,03	0,1
3	4,03	4,09	4,18	4,09	0,06	4,10	5,90	4,36	-3,7
4	4,72	4,54	4,68	4,55	0,09	4,62	6,35	4,93	-0,5
5	4,95	4,67	4,81	4,59	0,16	4,76	7,14	5,13	0,6
6	4,44	4,51	4,45	4,50	0,04	4,48	6,22	4,78	-1,3
7	5,18	4,76	4,72	5,00	0,22	4,92	17,14	5,94	5,1
8	5,93	5,92	5,84	5,88	0,04	5,89	4,33	6,16	6,4
9	0,58	0,48	0,57	0,50	0,05	0,53	4,78	0,56	-24,9
10	4,70	4,60	4,68	4,66	0,04	4,67	6,10	4,97	-0,3
11	5,28	4,83	4,93	5,05	0,19	5,02	7,25	5,41	2,2
12	4,74	-	4,83	-	0,06	4,80	6,67	5,14	0,7
13	4,78	4,80	4,81	4,83	0,02	4,80	6,16	5,12	0,6
14	*	*	*	*	*	*	-	*	*
15	4,92	4,90	4,87	4,89	0,02	4,89	6,10	5,21	1,1
16	4,85	4,56	4,60	4,75	0,13	4,69	6,29	5,00	-0,1
17	4,70	4,83	4,79	4,68	0,07	4,75	4,92	5,00	-0,1
18	4,82	5,12	4,59	4,52	0,27	4,76	7,02	5,12	0,6
19	4,63	4,65	4,55	4,68	0,06	4,62	6,96	4,97	-0,3
20	4,54	4,60	4,65	4,58	0,05	4,59	6,19	4,89	-0,7
21	4,67	5,16	5,58	4,76	0,42	5,04	5,66	5,34	1,8
22	4,72	4,82	4,65	4,76	0,07	4,74	5,73	5,03	0,1
23	*	*	*	*	*	*	-	*	*
24	*	*	*	*	*	*	-	*	*
25	4,54	4,47	4,53	4,53	0,03	4,52	6,43	4,83	-1,1
26	4,49	4,43	4,48	4,42	0,04	4,45	6,00	4,73	-1,6
27	4,61	4,62	4,57	4,58	0,02	4,59	5,39	4,85	-0,9
28	4,83	4,76	4,76	4,86	0,05	4,80	6,02	5,11	0,5
29	4,66	4,65	4,63	4,62	0,02	4,64	5,27	4,90	-0,7

* não determinou cinzas no item de ensaio

Tabela 10 – Resultados de cinzas dos Laboratórios Participantes (FS16 – Farinha de soja)

Os Anexos 9 e 10 apresentam os gráficos da dispersão dos resultados de cinzas dos Laboratórios Participantes, considerando os valores das replicatas e o valor de desvio padrão calculado a partir das replicatas.

Na avaliação de desempenho, considerando o valor designado (item 6.2), o desvio padrão para proficiência (item 6.3) e o resultado (informado pelo Laboratório) de cada determinação, calculado em base seca (Tabelas 9 e 10), observa-se a distribuição dos z-escores dos Laboratórios Participantes (Anexos 9 e 10).

8.2 Proteínas

As Tabelas 11 e 12 apresentam os resultados e z-escores referentes a proteínas b.s. nos itens de ensaio FD15– Farinha de Mandioca e FS16 – Farinha de Soja respectivamente.

A Tabela 11 apresenta os resultados de proteínas referentes ao item de ensaio FD15 – Farinha de Mandioca, sendo:

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

X = 0,91 g/100g (valor designado - proteínas, b.s. - FD15 – Farinha de Mandioca)

s = 0,108 (desvio padrão da rodada - proteínas, b.s. - FD15 – Farinha de Mandioca)

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

Código Lab.	Proteínas - FD15				Desvio padrão	Resultado g/100g	Umidade g/100g	Resultado b.s. g/100g	z-escore $(x-X)/s$
	Replicatas g/100g								
1	0,70	1,06	1,42	0,75	0,33	0,98	9,11	1,08	1,6
2	0,52	0,45	0,22	0,15	0,18	0,33	8,77	0,36	-5,1
3	0,89	0,89	0,87	0,88	0,01	0,88	8,39	0,96	0,5
4	*	*	*	*	*	*	-	*	*
5	0,76	0,81	0,81	0,81	0,03	0,80	9,16	0,88	-0,3
6	0,90	0,88	0,89	0,85	0,02	0,88	8,25	0,96	0,5
7	0,71	0,66	0,70	0,68	0,02	0,69	9,63	0,76	-1,4
8	1,37	1,37	1,38	1,39	0,01	1,37	7,12	1,48	5,3
9	0,59	0,63	0,59	0,59	0,02	0,60	8,84	0,66	-2,3
10	0,90	0,86	0,86	0,83	0,03	0,86	8,38	0,94	0,3
11	1,13	1,00	0,99	0,97	0,07	1,02	8,53	1,12	1,9
12	0,71	0,72	0,72	0,71	0,01	0,71	8,69	0,78	-1,2
13	*	*	*	*	*	*	-	*	*
14	*	*	*	*	*	*	-	*	*
15	0,61	0,61	0,65	0,61	0,02	0,62	8,44	0,68	-2,1
16	1,06	1,06	0,98	1,06	0,04	1,04	8,55	1,14	2,1
17	0,87	0,82	0,82	0,81	0,03	0,83	7,77	0,90	-0,1
18	1,15	1,19	1,15	1,11	0,03	1,15	9,15	1,27	3,3
19	1,07	1,04	1,16	1,09	0,05	1,09	9,03	1,20	2,7
20	0,94	0,91	0,94	0,98	0,03	0,94	8,89	1,03	1,1
21	*	*	*	*	*	*	-	*	*
22	*	*	*	*	*	*	-	*	*
23	0,80	0,80	0,80	0,80	0,00	0,80	7,66	0,87	-0,4
24	*	*	*	*	*	*	-	*	*
25	*	*	*	*	*	*	-	*	*
26	0,76	0,73	0,78	0,72	0,03	0,75	8,64	0,82	-0,8
27	0,52	0,52	0,52	0,52	0,00	0,52	7,87	0,56	-3,2
28	0,81	0,79	0,85	0,83	0,03	0,82	8,64	0,90	-0,1
29	0,78	0,78	0,79	0,79	0,01	0,79	8,16	0,86	-0,5

* não determinou proteínas

Tabela 11 – Resultados de proteínas dos Laboratórios Participantes (FD15 – Farinha de Mandioca)

A Tabela 12 apresenta os resultados de proteínas referentes ao item de ensaio FS16 – Farinha de Soja, sendo:

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

X = 42,22 g/100g (valor designado - proteínas, b.s. - FS16 – Farinha de Soja)

s = 0,871 (desvio padrão da rodada - proteínas, b.s. - FS16 – Farinha de Soja)

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

Código Lab.	Proteínas - FS16				Desvio padrão	Resultado g/100g	Umidade g/100g	Resultado b.s. g/100g	z-escore $(x-X)/s$
	Replicatas g/100g								
1	39,82	39,66	40,52	39,85	0,38	39,96	6,86	42,90	0,8
2	39,30	38,92	37,32	38,95	0,89	38,62	6,22	41,18	-1,2
3	39,86	40,03	39,99	40,06	0,09	39,99	5,90	42,50	0,3
4	*	*	*	*	*	*	-	*	*
5	40,61	40,44	40,61	40,16	0,21	40,46	7,14	43,57	1,5
6	39,79	39,83	39,74	39,18	0,31	39,64	6,22	42,27	0,1
7	39,60	39,60	39,40	39,60	0,10	39,55	17,14	47,73	6,3
8	39,37	39,40	39,42	39,38	0,02	39,39	4,33	41,17	-1,2
9	37,21	38,17	38,92	37,45	0,77	37,94	4,78	39,84	-2,7
10	39,43	39,44	39,41	39,38	0,03	39,41	6,10	41,97	-0,3
11	39,33	39,56	37,98	37,87	0,88	38,69	7,25	41,71	-0,6
12	39,10	39,24	39,07	39,10	0,08	39,13	6,67	41,93	-0,3
13	*	*	*	*	*	*	-	*	*
14	*	*	*	*	*	*	-	*	*
15	49,97	49,55	48,97	49,89	0,45	49,59	6,10	52,81	12,2
16	40,89	40,80	40,71	40,50	0,17	40,73	6,29	43,46	1,4
17	36,93	36,93	37,10	36,79	0,13	36,94	4,92	38,85	-3,9
18	40,38	40,44	40,29	40,36	0,06	40,36	7,02	43,41	1,4
19	40,10	40,09	40,38	40,03	0,16	40,15	6,96	43,15	1,1
20	39,46	40,11	40,54	40,73	0,56	40,21	6,19	42,86	0,7
21	41,98	38,49	41,10	38,66	1,75	40,06	5,66	42,46	0,3
22	*	*	*	*	*	*	-	*	*
23	*	*	*	*	*	*	-	*	*
24	*	*	*	*	*	*	-	*	*
25	*	*	*	*	*	*	-	*	*
26	39,22	39,49	39,24	39,66	0,21	39,40	6,00	41,91	-0,4
27	38,14	39,45	37,91	38,43	0,68	38,48	5,39	40,67	-1,8
28	38,92	38,94	38,95	39,10	0,08	38,98	6,02	41,48	-0,8
29	40,75	40,78	40,77	40,72	0,03	40,76	5,27	43,03	0,9

* não determinou proteínas

Tabela 12 – Resultados de proteínas dos Laboratórios Participantes (FS16 – Farinha de Soja)

Os Anexos 11 e 12 apresentam os gráficos da dispersão dos resultados de proteínas dos Laboratórios Participantes, considerando os valores das replicatas e o valor de desvio padrão calculado a partir das replicatas.

Na avaliação de desempenho, considerando o valor designado (item 6.2), o desvio padrão para proficiência (item 6.3) e o resultado (informado pelo Laboratório) de cada determinação, calculado em base seca (Tabelas 11 e 12), observa-se a distribuição dos z-escores dos Laboratórios Participantes (Anexos 11 e 12).

8.3 Gorduras totais

A Tabela 13 apresenta os resultados e z-escores referentes a gorduras totais b.s. no item de ensaio FS16 – Farinha de Soja.

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

X = 23,86 g/100g (valor designado - gorduras totais, b.s. - FS16 – Farinha de Soja)

s = 0,493 (desvio padrão da rodada - gorduras totais, b.s. - FS16 – Farinha de Soja)

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

Código Lab.	Gorduras - FS16				Desvio padrão	Resultado g/100g	Umidade g/100g	Resultado b.s. g/100g	z-escore $(x-X)/s$
	Replicatas g/100g								
1	21,27	20,72	22,32	21,55	0,67	21,46	6,86	23,04	-1,7
2	21,63	21,94	22,08	22,32	0,29	21,99	6,22	23,45	-0,8
3	22,53	22,49	22,54	22,49	0,03	22,51	5,90	23,92	0,1
4	*	*	*	*	*	*	-	*	*
5	21,77	22,18	22,25	22,27	0,23	22,12	7,14	23,82	-0,1
6	21,70	21,06	20,42	20,81	0,54	20,99	6,22	22,38	-3,0
7	24,02	23,51	23,49	23,62	0,25	23,66	17,14	28,55	9,5
8	22,65	22,59	22,58	22,60	0,03	22,60	4,33	23,62	-0,5
9	12,70	13,28	15,90	13,06	1,46	13,74	4,78	14,43	-19,1
10	21,43	21,85	22,12	22,31	0,38	21,93	6,10	23,35	-1,0
11	23,15	20,44	23,06	21,58	1,30	22,06	7,25	23,78	-0,2
12	22,40	23,23	21,78	22,49	0,59	22,47	6,67	24,08	0,4
13	23,40	23,51	23,47	23,45	0,05	23,46	6,16	25,00	2,3
14	*	*	*	*	*	*	-	*	*
15	*	*	*	*	*	*	-	*	*
16	21,97	22,32	21,97	22,20	0,17	22,12	6,29	23,60	-0,5
17	22,42	22,36	22,41	22,32	0,05	22,38	4,92	23,54	-0,6
18	23,38	23,43	23,56	23,52	0,08	23,47	7,02	25,24	2,8
19	*	*	*	*	*	*	-	*	*
20	22,72	23,17	23,06	23,00	0,19	22,99	6,19	24,51	1,3
21	22,47	29,14	18,65	-	5,31	23,42	5,66	24,83	2,0
22	*	*	*	*	*	*	-	*	*
23	*	*	*	*	*	*	-	*	*
24	*	*	*	*	*	*	-	*	*
25	23,54	23,25	23,22	23,25	0,15	23,32	6,43	24,92	2,2
26	22,35	22,21	22,37	22,33	0,07	22,31	6,00	23,73	-0,3
27	22,68	22,69	22,84	22,88	0,10	22,77	5,39	24,07	0,4
28	*	*	*	*	*	*	-	*	*
29	22,58	22,63	22,50	22,56	0,05	22,57	5,27	23,83	-0,1

* não determinou gorduras totais

Tabela 13 – Resultados de gorduras totais dos Laboratórios Participantes (FS16 – Farinha de Soja)

O Anexo 13 apresenta o gráfico da dispersão dos resultados de gorduras totais dos Laboratórios Participantes, considerando os valores das replicatas e o valor de desvio padrão calculado a partir das replicatas.

Na avaliação de desempenho, considerando o valor designado (item 6.2), o desvio padrão para proficiência (item 6.3) e o resultado (informado pelo Laboratório) de cada determinação, calculado em base seca (Tabela 13), observa-se a distribuição dos z-escores dos Laboratórios Participantes (Anexos 13).

8.4 Fibra Alimentar

As Tabelas 14 e 15 apresentam os resultados referentes a fibra alimentar b.s. nos itens de ensaio FD15– Farinha de Mandioca e FS16 – Farinha de Soja respectivamente.

Código Lab.	Fibra Alimentar - FD15				Desvio padrão	Resultado g/100g	Umidade g/100g	Resultado b.s. g/100g
	Replicatas g/100g							
1	*	*	*	*	*	*	-	*
2	*	*	*	*	*	*	-	*
3	6,13	6,18	6,13	6,02	0,07	6,12	8,39	6,68
4	*	*	*	*	*	*	-	*
5	*	*	*	*	*	*	-	*
6	6,24	6,23	6,48	6,39	0,12	6,34	8,25	6,91
7	*	*	*	*	*	*	-	*
8	1,75	1,71	1,74	1,73	0,02	1,73	7,12	1,86
9	*	*	*	*	*	*	-	*
10	5,26	5,49	5,09	5,13	0,18	5,24	8,38	5,72
11	*	*	*	*	*	*	-	*
12	5,54	5,46	5,49	5,51	0,03	5,50	8,69	6,02
13	*	*	*	*	*	*	-	*
14	*	*	*	*	*	*	-	*
15	*	*	*	*	*	*	-	*
16	*	*	*	*	*	*	-	*
17	5,88	6,12	5,96	6,41	0,23	6,09	7,77	6,60
18	5,26	5,27	5,18	5,36	0,07	5,27	9,15	5,80
19	*	*	*	*	*	*	-	*
20	*	*	*	*	*	*	-	*
21	*	*	*	*	*	*	-	*
22	*	*	*	*	*	*	-	*
23	*	*	*	*	*	*	-	*
24	*	*	*	*	*	*	-	*
25	*	*	*	*	*	*	-	*
26	6,20	6,22	6,39	6,57	0,17	6,35	8,64	6,95
27	*	*	*	*	*	*	-	*
28	*	*	*	*	*	*	-	*
29	*	*	*	*	*	*	-	*

* não determinou fibra alimentar

Tabela 14 – Resultados de fibra alimentar dos Laboratórios Participantes (FD15 – Farinha de Mandioca)

Código Lab.	Fibra Alimentar - FS16				Desvio padrão	Resultado g/100g	Umidade g/100g	Resultado b.s. g/100g
	Replicatas g/100g							
1	*	*	*	*	*	*	-	*
2	*	*	*	*	*	*	-	*
3	20,19	20,24	20,20	20,28	0,04	20,23	5,90	21,50
4	*	*	*	*	*	*	-	*
5	*	*	*	*	*	*	-	*
6	15,00	15,60	14,22	15,77	0,70	15,15	6,22	16,15
7	*	*	*	*	*	*	-	*
8	22,90	23,10	22,60	22,80	0,21	22,85	4,33	23,88
9	*	*	*	*	*	*	-	*
10	16,99	15,94	16,30	14,56	1,02	15,95	6,10	16,99
11	*	*	*	*	*	*	-	*
12	13,12	12,72	13,00	12,84	0,18	12,92	6,67	13,84
13	*	*	*	*	*	*	-	*
14	*	*	*	*	*	*	-	*
15	*	*	*	*	*	*	-	*
16	*	*	*	*	*	*	-	*
17	12,56	13,48	13,19	13,53	0,45	13,19	4,92	13,87
18	11,97	11,69	11,64	11,12	0,35	11,60	7,02	12,48
19	*	*	*	*	*	*	-	*
20	*	*	*	*	*	*	-	*
21	1,73	1,76	1,63	1,75	0,06	1,72	5,66	1,82
22	*	*	*	*	*	*	-	*
23	*	*	*	*	*	*	-	*
24	*	*	*	*	*	*	-	*
25	*	*	*	*	*	*	-	*
26	11,66	11,69	12,07	12,15	0,25	11,89	6,00	12,65
27	*	*	*	*	*	*	-	*
28	*	*	*	*	*	*	-	*
29	*	*	*	*	*	*	-	*

* não determinou fibra alimentar

Tabela 15 – Resultados de fibra alimentar dos Laboratórios Participantes (FS16 - Farinha de Soja)

Os Anexos 14 e 15 apresentam os gráficos da dispersão dos resultados de fibra alimentar dos Laboratórios Participantes, considerando os valores das replicatas e o valor de desvio padrão calculado a partir das replicatas.

Na avaliação de desempenho, considerando o valor designado (item 6.2), o desvio padrão para proficiência (item 6.3) e o resultado (informado pelo Laboratório) de cada determinação, calculado em base seca (Tabelas 14 e 15), observa-se a distribuição dos z-escores dos Laboratórios Participantes (Anexos 14 e 15).

8.5 Umidade

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

As Tabelas 16 e 17 apresentam os resultados referentes à umidade nos itens de ensaio FD15 – Farinha de Mandioca e FS16 – Farinha de Soja respectivamente.

Código Lab.	Umidade - FD15				Desvio padrão	Resultado g/100g
	Replicatas g/100g					
1	9,13	9,15	9,25	9,19	0,05	9,11
2	8,74	8,75	8,82	8,78	0,04	8,77
3	8,35	8,33	8,40	8,47	0,06	8,39
4	8,49	8,52	8,48	8,49	0,02	8,49
5	9,15	9,17	9,14	9,17	0,01	9,16
6	8,31	8,16	8,23	8,29	0,07	8,25
7	9,82	9,51	9,84	9,36	0,24	9,63
8	7,12	7,09	7,13	7,14	0,02	7,12
9	8,81	8,87	8,92	8,78	0,06	8,84
10	8,30	8,27	8,41	8,55	0,13	8,38
11	8,25	8,13	8,24	9,51	0,65	8,53
12	8,70	8,65	8,73	8,67	0,04	8,69
13	8,21	8,22	8,16	8,16	0,03	8,19
14	*	*	*	*	*	*
15	8,36	8,48	8,44	8,50	0,06	8,44
16	8,54	8,55	8,52	8,58	0,03	8,55
17	7,69	7,78	7,91	7,68	0,11	7,77
18	9,21	9,22	9,13	9,06	0,08	9,15
19	9,04	9,01	9,03	9,02	0,01	9,03
20	8,93	8,83	8,93	8,87	0,05	8,89
21	*	*	*	*	*	*
22	8,20	8,16	8,18	8,23	0,03	8,19
23	7,66	7,69	7,66	7,66	0,02	7,66
24	8,89	8,89	8,90	8,88	0,01	8,89
25	8,67	8,77	8,78	8,76	0,05	8,75
26	8,70	8,60	8,55	8,72	0,08	8,64
27	7,83	7,82	7,99	7,83	0,08	7,87
28	8,66	8,64	8,66	8,66	0,01	8,64
29	8,21	8,14	8,14	8,15	0,03	8,16

* não determinou umidade

Tabela 16 – Resultados de umidade (FD15 – Farinha de Mandioca)

Código Lab.	Umidade - FS16				Desvio padrão	Resultado g/100g
	Replicatas g/100g					
1	6,90	6,89	6,68	6,99	0,13	6,86
2	6,29	6,44	6,15	6,00	0,19	6,22
3	5,88	5,95	5,81	5,94	0,06	5,90
4	6,38	6,33	6,35	6,35	0,02	6,35
5	7,03	7,10	7,15	7,28	0,11	7,14
6	6,21	6,31	6,18	6,18	0,06	6,22
7	16,44	17,95	15,63	18,54	1,34	17,14
8	4,33	4,31	4,36	4,34	0,02	4,33
9	4,88	4,76	4,74	4,74	0,07	4,78
10	6,04	5,83	6,30	6,26	0,22	6,10
11	7,22	7,26	7,25	7,25	0,02	7,25
12	6,63	6,68	6,68	6,71	0,03	6,67
13	6,12	6,12	6,15	6,24	0,06	6,16
14	*	*	*	*	*	*
15	6,01	6,11	6,00	6,23	0,11	6,10
16	6,25	6,29	6,33	6,29	0,03	6,29
17	4,88	4,94	4,95	4,94	0,03	4,92
18	7,06	7,03	6,98	7,03	0,03	7,02
19	6,95	6,96	6,97	6,97	0,01	6,96
20	6,15	6,20	6,30	6,10	0,09	6,19
21	5,69	5,70	5,68	5,58	0,06	5,66
22	5,73	5,76	5,75	5,69	0,03	5,73
23	*	*	*	*	*	*
24	6,46	6,47	6,44	6,43	0,02	6,45
25	6,40	6,41	6,50	6,42	0,05	6,43
26	5,94	6,10	5,90	6,04	0,09	6,00
27	5,36	5,37	5,43	5,41	0,03	5,39
28	6,04	6,02	6,01	5,99	0,02	6,02
29	5,29	5,23	5,28	5,27	0,03	5,27

* não determinou umidade

Tabela 17 – Resultados de umidade (FS16 - Farinha de Soja)

O Anexo 16 apresenta os gráficos da dispersão dos resultados de umidade, considerando os valores das replicatas e o valor de desvio padrão calculado a partir das replicatas.

9 Comentários e Recomendações

9.1 Cinzas

Nesta rodada, 26 laboratórios relataram resultados de cinzas em farinha de mandioca-FD15 e farinha de soja-FS16. Destes, em FD15, 21(81%) obtiveram desempenho satisfatório, 02 (8%) questionáveis e 03 (11%) não satisfatório; enquanto que, em FS16, 21 (81%), 01(4%) e 04 (15%) respectivamente.

Com relação a desempenhos questionáveis e insatisfatórios relativos a cinzas, observa-se que resultados menores que o valor designado podem ser decorrentes de perdas de material, como, por exemplo, por projeção durante a calcinação ou erro na pesagem, enquanto que resultados maiores sugerem queima incompleta da matéria orgânica.

Relacionando as informações e os resultados dos laboratórios com os desempenhos obtidos, sugere-se 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;
- verificar a calibração 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;
- verificar o material do dissecante (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.

9.2 Proteínas

Os resultados de proteínas foram obtidos através da determinação de nitrogênio total e conversão por fator relacionado à natureza do item de ensaio. Os métodos utilizados pelos Laboratórios Participantes foram Kjeldahl (95%) e Dumas – automático (5%). O método Kjeldahl envolve as etapas de digestão da amostra, liberação e titulação da amônia, enquanto que o método Dumas-automático envolve a combustão da amostra e quantificação por detector de condutividade térmica.

O laboratório que utilizou o método Dumas-automático obteve desempenho satisfatório. Dos 23 laboratórios que utilizaram Kjeldahl, 64%, 18% e 18% obtiveram respectivamente resultados satisfatórios, questionáveis e insatisfatórios para proteínas, b.s. na farinha de mandioca. Com relação a farinha de soja, os percentuais foram de 82%, 4% e 14%. Valores menores que o valor designado geralmente estão relacionados a perdas de nitrogênio na destilação, digestão insuficiente, 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, instrumentos e 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 valor do branco, o arraste do hidróxido de sódio no destilado, o procedimento de determinação do ponto final (de viragem), o percentual de recuperação do nitrogênio (99 a 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.

Com relação a determinação de nitrogênio por combustão, vale ressaltar a importância dos seguintes procedimentos:

- utilizar método validado para a matriz;
- utilizar material de referência certificado de matriz compatível com a natureza do item de ensaio para a verificação da operação do equipamento e avaliação dos resultados obtidos;
- verificar a pureza dos gases utilizados, tais como, hélio (99,9%), oxigênio (99,9%) e ar comprimido sintético (99,5% e isento de óleo);
- não utilizar hidróxido de sódio e perclorato de magnésio saturados;
- utilizar aparas de cobre na granulometria indicada pelo fabricante do equipamento;
- controlar as condições ambientais, umidade e temperatura, para o funcionamento adequado do equipamento;
- observar os avisos de alerta do equipamento para o controle das condições de ensaio, tais como, vazamento, saturação dos absorsores, saturação das aparas de cobre.

9.3 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, benzeno e álcoois. Estes solventes apolares extraem a fração lipídica neutra que incluem ácidos graxos livres, mono, di e triacilgliceróis, e alguns mais polares como fosfolipídeos e glicolipídeos.

Dos 21 Laboratórios que determinaram gorduras no item FS16 - Farinha de Soja, 15 (71%) obtiveram resultado satisfatório, sendo que 13 realizaram extração direta, 07 utilizaram hidrólise ácida e 01 não informou.

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, 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 está ocorrendo perdas devido a vazamento ou resfriamento insuficiente.

9.4 Fibra alimentar

Dos 09 laboratórios que determinaram fibra alimentar, apenas 02 (22%) 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.

Sugere-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 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.

9.5 Umidade

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

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

Relacionando os resultados de umidade e informações fornecidas pelos Laboratórios Participantes com os desempenhos obtidos para proteínas e cinzas em base seca, sugerem-se algumas ações a seguir:

- verificar a escolha do método, considerando faixa de umidade esperada, natureza da amostra, forma a qual a água está 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.

9.6 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 (Tabela 18), valem ser observados os seguintes procedimentos:

- verificar se os métodos utilizados são apropriados para faixa de trabalho, 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 linearidade, seletividade, recuperação, precisão, exatidão, 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 os dados brutos dos resultados quanto a casas decimais, cálculos, transcrições, diluições, arredondamentos e erros registrados nas calibrações dos equipamentos;
- verificar os procedimentos e registros de controle da qualidade durante a execução do ensaio, como por exemplo, uso de branco, uso de material de referência certificado, calibração e verificação de instrumentos/equipamentos/vidraria;
- avaliar a estimativa e a expressão da incerteza segundo publicações como da Eurachem (12) e do IPAC (19);
- 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.
- verificar a transcrição do resultado (média) e replicatas.

Após efetuar todas as verificações e ações pertinentes, aos laboratórios que não obtiveram desempenho satisfatório, recomenda-se:

- a execução do ensaio em material de referência certificado preferencialmente de produtor acreditado segundo requisitos da ABNT ISO Guia 34(9) e da ABNT NBR ISO/IEC 17025 (7);
- a participação em outras rodadas de Ensaio de Proficiência, com a mesma matriz ou matriz semelhante na mesma faixa de trabalho, organizadas, preferencialmente, por provedor que atenda aos requisitos da ABNT NBR ISO/IEC 17043(8).

Ensaio		Item de Ensaio	Laboratórios		z-escore		
			nº	% (*)	satisfatório	questionável	não satisfatório
					nº	nº	nº
Cinzas	Peso constante	FD15	8	31	6	1	1
		FS16	7	27	5	0	2
	Tempo fixo	FD15	16	61	13	1	2
		FS16	17	65	14	1	2
	TGA	FD15	1	4	1	0	0
		FS16	1	4	1	0	0
	Não informou	FD15	1	4	1	0	0
		FS16	1	4	1	0	0
Proteínas	Kjeldahl	FD15	21	95	13	4	4
		FS16	21	95	17	1	3
	Combustão	FD15	1	5	1	0	0
		FS16	1	5	1	0	0
Gorduras totais	Hidrólise ácida	FS16	7	33	4	3	0
	Extração direta		13	62	11	0	2
	Não informou		1	5	0	0	1

(*) em relação ao número de laboratórios que realizaram o ensaio

Tabela 18 – Distribuição dos Laboratórios, métodos e avaliação z-escore

10 Referências Bibliográficas

- (1) AACC International. Approved Methods of Analysis. 11^a ed. (disponível em www.aaccnet.org/ApprovedMethods).
- (2) AOAC International. Official Methods of Analysis of AOAC International. 19 ed. Gaithersburg, MD, USA, 2012.
- (3) AOAC International. Method 920.39C. Animal Feed. Fat. Official Methods of Analysis of AOAC International. 19 ed. Gaithersburg, MD, USA, 2012.
- (4) AOAC International. Method 945.38B. Grains. Moisture. Official Methods of Analysis of AOAC International. 19 ed. Gaithersburg, MD, USA, 2012.
- (5) AOAC International. Method 945.39A. Soybean Flour. Moisture. Official Methods of Analysis of AOAC International. 19 ed. Gaithersburg, MD, USA, 2012.
- (6) ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR ISO/IEC 17000 - Avaliação de conformidade - Vocabulário e princípios gerais. 2005. 18p.
- (7) ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR ISO/IEC 17025 - Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração. 2005. 31p.
- (8) ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR ISO/IEC 17043 – Avaliação de conformidade – Requisitos gerais para ensaios de proficiência. 2011. 46p.
- (9) ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT ISO Guia 34. Requisitos gerais para a competência de produtores de material de referência. 2012. 41p.
- (10) ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT ISO Guia 35. Materiais de referência – Princípios gerais e estatísticos para certificação. 2012. 73p.
- (11) BRASIL. Resolução RDC ANVISA/MS nº. 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.
- (12) EURACHEM/CITAC. Guide CG 4 – Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement. Third Edition. Ellison, UK, Rosslein, Switzerland, Williams. UK, 2012. 141p.
- (13) FUNDAÇÃO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA - CIENTEC. Interlab 2012, Relatório – Rodada II. Porto Alegre, janeiro 2013. 44p.
- (14) FUNDAÇÃO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA - CIENTEC. Procedimento interno PO.708.65.001 - Preparação, Embalagem, armazenamento e transporte, revisão 02. Porto Alegre, 2006. 7p.
- (15) FUNDAÇÃO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA - CIENTEC. Procedimento interno PO.708.65.002 - Testes de Homogeneidade e de Estabilidade, revisão 04. Porto Alegre, 2007. 9p.
- (16) 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 <http://www.inmetro.gov.br/laboratorios/rble/docs/CRL0145.pdf>)
- (17) 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).
- (18) 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, rev08. Rio de Janeiro, 2011. 9p.
- (19) INSTITUTO PORTUGUÊS DE ACREDITAÇÃO – IPAC. Guia para a quantificação de incerteza em ensaios químicos – OGC 007. 2007. 19p.

- (20) 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. 43p.
- (21) 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.
- (22) INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. ISO 13528 - Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons. 2005. 66p.
- (23) INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. ISO 1871 – Food and feed products – General guidelines for the determination of nitrogen by the Kjeldahl method. 2009. 8p.
- (24) SINDICATO NACIONAL DA INDÚSTRIA DE ALIMENTAÇÃO ANIMAL. Compêndio Brasileiro de Alimentação Animal – 2009. Guia de Métodos Analíticos. Maio 2009. 383p.
- (25) 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 Cinzas

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

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

Anexo 7 – Informações dos Laboratórios sobre o método usado na determinação de Fibra alimentar

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

Anexo 9 – Gráfico da dispersão dos resultados de Cinzas / FD15 - Farinha de Mandioca

Gráfico da distribuição do z-score para Cinzas b.s. / FD15 - Farinha de Mandioca

Anexo 10 – Gráfico da dispersão dos resultados de Cinzas / FS16 – Farinha de Soja

Gráfico da distribuição do z-score para Cinzas b.s. / FS16 – Farinha de Soja

Anexo 11 – Gráfico da dispersão dos resultados de Proteínas / FD15 - Farinha de Mandioca

Gráfico da distribuição do z-score para Proteínas b.s. / FD15 - Farinha de Mandioca

Anexo 12 – Gráfico da dispersão dos resultados de Proteínas / FS16 - Farinha de Soja

Gráfico da distribuição do z-score para Proteínas b.s. / FS16 - Farinha de Soja

Anexo 13 – Gráfico da dispersão dos resultados de Gorduras totais / FS16 – Farinha de Soja

Gráfico da distribuição do z-score para Gorduras totais b.s./ FS16 – Farinha de Soja

Anexo 14 – Gráfico da dispersão dos resultados de Fibra Alimentar / FD15 - Farinha de Mandioca

Anexo 15 – Gráfico da dispersão dos resultados de Fibra Alimentar / FS16 – Farinha de Soja

Anexo 16 – Gráfico da dispersão dos resultados de Umidade / FD15 - Farinha de Mandioca

Gráfico da dispersão dos resultados de Umidade / FS16 – Farinha de Soja

Anexo 17 – Itens de ensaio – fotos

ANEXO 1**HOMOGENEIDADE - INTRA**

Item de EP	Determinação	Desvio padrão da repetibilidade S_r	Limite de repetibilidade z	Maior Diferença entre resultados	Alíquota mínima (1)
FD15 – Farinha de Mandioca	proteínas	0,05	0,14	0,03	0,2 g
FS16 – Farinha de Soja	gorduras	0,37	1,03	0,60	5 g

(1) quantidade mínima de amostra por replicata

ANEXO 2**HOMOGENEIDADE – INTER****FD15 – Farinha de Mandioca – proteínas b.s.**

Anova: fator único

RESUMO

<i>Grupo</i>	<i>Contagem</i>	<i>Soma</i>	<i>Média</i>	<i>Variância</i>
1a via	6	5,264286	0,877381	1,40E-04
2a via	6	5,272618	0,87877	2,37E-05

ANOVA

<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	5,78E-06	1	5,78E-06	0,070649	0,795793	4,964603
Dentro dos grupos	0,000819	10	8,19E-05			
Total	0,000825	11				

FS16 – Farinha de Soja – gorduras totais b.s.

Anova: fator único

RESUMO

<i>Grupo</i>	<i>Contagem</i>	<i>Soma</i>	<i>Média</i>	<i>Variância</i>
1a via	6	143,2184	23,86973	4,63E-003
2a via	6	143,3897	23,89829	3,29E-002

ANOVA

<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	2,45E-003	1	2,45E-03	0,130474	0,725456	4,964603
Dentro dos grupos	0,187563	10	1,88E-02			
Total	0,19001	11				

ANEXO 3

ESTABILIDADE

Item de EP	Determinação	Desvio padrão do Ensaio de Proficiência (s)	Critério 0,3.s	Maior Diferença entre médias dos resultados	Avaliação
FD15 Farinha de Mandioca	proteínas, b.s.	0,108	0,03	0,03	estável
FS16 Farinha de Soja	gorduras, b.s.	0,493	0,15	0,14	estável

b.s. : base seca

ANEXO 4**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	FD15, FS16 – Compêndio Bras. de Alimentação 2009 - RV2005	600	Tempo fixo: 3h	Forno
2	FD15, FS16 – AOCS Ba 5a-49, 2009	600	Tempo fixo: 2h	Forno
3	FD15, FS16 – Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz V.1: Métodos Químicos e Físicos para análises de alimentos, IV. ed. São Paulo. IMESP, 2005. p. 105-106	550	Até peso constante	Forno
4	FD15, FS16 – Instituto Adolfo Lutz – IV Edição – 018/IV – resíduo por incineração-cinzas	550	Até peso constante	Forno
5	FD15 – AOAC 945.38	550	Até peso constante	Forno
	FS16 – AOAC 945.39	600	Tempo fixo: 1h	
6	FS16 – A.O.A.C. 4ª ed.	550		Forno
	FD15 – Não informou			
7	FD15, FS16 – Método 018/IV do Instituto Adolfo Lutz, IV ed, 2005	550	Até peso constante	Forno
8	FD15, FS16 – 36	550	Tempo fixo: 3h 15min	Forno
9	FD15, FS16 – 018/IV Resíduo por Incineração- Cinzas Bras. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos – Instituto Adolfo Lutz, IV Ed. p. 105, Brasília, 2005	650	Tempo fixo: 6h	Forno
10	FD15, FS16 – Compendio Brasileiro de Alimentação Animal 2009	550	Tempo fixo: 16h	Forno
11	FD15, FS16 – 942.05 AOAC	540	Tempo fixo: 4h 30min	Forno
12	FD15, FS16 – Métodos analíticos Instituto Adolfo Lutz – Métodos Químicos e Físicos para análise de alimentos 4ª Edição. Brasília, 2005.	550	Até peso constante	Forno
13	FD15, FS16 – Métodos Físico-químicos para análise de alimentos. Ministério da Saúde. ANVISA 2005. p. 105, 4ª ED.	550	Tempo fixo: 14h	Forno
15	FD15, FS16 – BRASIL, Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Métodos Físico-químicos para análise de alimentos. IV Edição. Brasília, 2005	550	Até peso constante	Forno
16	FD15, FS16 – Compendio Brasileiro de Alimentação Animal. São Paulo, 2009. Método n°36	560±10	Tempo fixo: 5h	Forno
17	FD15, FS16 – IAL, 4ª ed., Capítulo IV – Determinações Gerais: 018/IV Resíduo por incineração	550	Tempo fixo: 5h	Forno
18	FD15, FS16 – Instituto Adolfo Lutz. Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz. Métodos físico-químicos para a análise de alimentos, IV ed. Brasília: MS, 2005. p. 105	550	Tempo fixo: 5h	Forno
19	FD15, FS16 – AACC – American Association of Cereal Chemists International, Method 08-12, Ash in Farina and Semolina, Approval April, 1961; Reapproval November, 1999. www.aacnet.org	600	Tempo fixo: 2h	Forno
20	FD15, FS16 – AACC 08-12 (revisão 1999)	600	Tempo fixo: 3h	Forno
21	FS16 – BRASIL. Ministério da Agricultura. Pecuária e Abastecimento. Portaria 108 de 04/09/1991. Métodos Analíticos para controle de alimentos para uso animal. Brasília: Diário Oficial da União 17/09/1991, Seção 1.	600	Tempo fixo: 3h	Forno
22	FD15, FS16	600	Até peso constante	TGA 701 LECO
23	FD15 – AOCS Ba 5-49, 10ª Edição 1965	600	Tempo fixo: 2h 30min	Forno
25	FD15 – AOAC 923.03 18ª Ed 2005-4ª Rev. 2011	550±10	Até peso constante	Forno
	FS16 – AOAC 930.22 18ªEd. 2005-4ª Rev. 2011			
26	FD15, FS16 - Instituto Adolfo Lutz. Métodos físico-químicos para análise de alimentos 4ª ed. 2005. Tec. 018/IV	550	Até peso constante	Forno

Lab	Item de Ensaio - Referência do Método usado	Temperatura de queima °C	Tempo	Equipamento
27	FD15, FS16 – Livro: Instituto Adolfo Lutz. Met. F. Químico de Alimentos. 4ª Ed. Tec. 018. pag. 105	550	Tempo fixo: 3h	Forno
28	FD15, FS16 – AOCS Ba 5-49 (2009)	600	Tempo fixo: 2h	Forno
29	FD15, FS16 – N° 12 – Portaria N° 108 MAPA	570	Tempo fixo: 4h	Forno

ANEXO 5

Informações dos Laboratórios sobre o método usado na determinação de Proteínas

Lab	Método			Equipamento					Controle
				KJELDAHL				Outro Equip.	
	Item de Ensaio – Referência do método	Modificado		Tipo	Digestão		Destilação		
		Sim	Não		Catalisador	Tempo (h:min)	Recolhido em	Titulado com	
1	FD15, FS16 – Compêndio Bras. e Alimentação Animal 2009 – RV:2005			Micro	Na ₂ SO ₄ / CuSO ₄	1:30	H ₃ BO ₃	HCl	Utiliza branco
2	FD15, FS16 – AOCs Ba 4d – 90, 2011	x		Macro	Na ₂ SO ₄ / CuSO ₄	1:00	H ₂ SO ₄	NaOH	Utiliza branco
3	FD15, FS16 - Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz V.1: Métodos Químicos e Físicos para análises de alimentos, IV. ed. São Paulo. IMESP, 2005. p. 122		x	Micro	K ₂ SO ₄ / CuSO ₄	4:00	H ₃ BO ₃	H ₂ SO ₄	Utiliza branco
5	FD15 – ISO 1871 – 2009 (E)		x	Macro	K ₂ SO ₄ / CuSO ₄	2:30	H ₃ BO ₃	HCl	Utiliza branco
6	FD15, FS16 – A.O.A.C. 4ª ed.				Tabletes kjeldahl	2:17			
7	FD15, FS16 – Método Kjeldahl – Boletim de aplicação do equipamento Kjelflex K306 BUCHI		x	Auto	CuSO ₄ .5H ₂ O / K ₂ SO ₄		H ₃ BO ₃	HCl	Utiliza branco, testa digestão e destilação
8	FD15, FS16 - 48		x	Micro	Na ₂ SO ₄ / CuSO ₄	2:50	H ₃ BO ₃	HCl	Utiliza branco
9	FD15, FS16 – 036/IV Protídios – Métodos de Kjeldahl clássico. Brasil. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Métodos Físico-químicos para Análise de alimentos – Instituto Adolfo Lutz, IV Ed. p. 123, Brasília, 2005.	x		Macro	K ₂ SO ₄ / CuSO ₄ TiO ₂	4:00	H ₂ SO ₄	NaOH	
10	FD15, FS16 – Compêndio Brasileiro de Alimentação Animal 2009, método 47		x	Micro	CuSO ₄	5:00	CuSO ₄	HCl	Utiliza branco, testa digestão e destilação; Carta controle
11	FD15, FS16 – AOAC 12.1.07		x	Micro	Na ₄ SeO ₃ / CuSO ₄ / Na ₂ SO ₄	4:00	H ₃ BO ₃	HCl	Utiliza branco
12	FD15, FS16 – BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária. Portaria nº108, de 04 de setembro de 1991. Métodos analíticos para controle de alimentos para uso animal – métodos físicos, químicos e microbiológicos. Diário Oficial da União Brasília, DF, 17 de setembro de 1991	x		Micro	CuSO ₄ .5H ₂ O		H ₃ BO ₃	H ₂ SO ₄	Utiliza branco, Controle interno de amostra conhecida
15	FD15, FS16 – Association of Official and Agricultural Chemists, Official methods of analysis. 10 th ed. Washington 1965. p. 744 – 745	x		Micro	CuSO ₄ / Na ₂ SO ₄	5:00	H ₃ BO ₃	HCl	Utiliza branco
16	FD15, FS16 – Compêndio Brasileiro de Alimentação Animal. São Paulo, 2009. Método nº48	x		Macro	K ₂ SO ₄ / CuSO ₄	2:30	H ₃ BO ₃	HCl	Utiliza branco, testa digestão
17	FD15, FS16 – IAL, 4ªed., Capítulo IV – Determinações Gerais: Protídios – Método de Kjeldahl modificado – 037/IV		x	Micro		4:00	H ₃ BO ₃	HCl	Utiliza branco
18	FD15, FS16 – Instituto Adolfo Lutz. Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz. Métodos físico-químicos para a análise de alimentos, IV ed. Brasília: MS, 2005. - 036/IV Protídios		x	Micro	CuSO ₄ / Na ₂ SO ₄ / K ₂ SO ₄	Digestão total	H ₂ SO ₄	NaOH	testa digestão e destilação, Glicina / Sulfato de Amônia

Lab	Método			Equipamento						Controle		
				KJELDAHL				Outro Equip.				
	Item de Ensaio – Referência do método		Modificado		Tipo	Digestão			Destilação			
			Sim	Não		Catalisador	Tempo (h:min)	Recolhido em	Titulado com			
19	FD15, FS16 – AACC International – American Association of Cereal Chemists International, AACCI Method 46-11A, Crude Protein Improved Kjeldahl Method, Copper Catalyst Modification, Final approval October 8, 1976; Reapproval November 3, 1999.			x		Micro			H ₂ SO ₄	NaOH		Utiliza branco, testa digestão
20	FD15, FS16 – AACC 46-11A (revisão 1999)				x	Auto	15g K ₂ SO ₄ + 0,04g CuSO ₄ + 0,5g Se(pó)	1:30	H ₂ SO ₄	NaOH		Utiliza branco
21	FS16 - BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária. Portaria n°108, de 04/09/1991. Métodos analíticos para controle de alimentos para uso animal. Brasília: Dária Oficial da União Brasília, DF, 17 /09/1991. Seção 1				x	Macro	CuSO ₄ / Na ₂ SO ₄	1:15	H ₃ BO ₃	H ₂ SO ₄		Utiliza branco, testa digestão e destilação
23	FD15 – AACC 46-12. Aprov. 1976; Revisada em 1982, 1983, 1986				x	Macro	CuSO ₄ / K ₂ SO ₄	2:00	H ₃ BO ₃	H ₂ SO ₄		Utiliza branco
26	FD15, FS16 – Instituto Adolfo Lutz. Métodos físico-químicos para análise de alimentos. 4a ed. 2005. Tec. 037/IV			x		Macro	K ₂ SO ₄ / CuSO ₄ / TiO ₂	1:30	H ₃ BO ₃	H ₂ SO ₄		Utiliza branco
27	FD15, FS16 – Livro: Instituto Adolfo Lutz. Métodos físico-químicos, IV Ed. Brasília. 2005. p. 123-124			x		Macro Auto	K ₂ SO ₄ / CuSO ₄ / TiO ₂	1:10	H ₃ BO ₃	H ₂ SO ₄		Utiliza branco
28	FD15, FS16 – AACC 46-12 (1999)			x		Macro	K ₂ SO ₄ / CuSO ₄ .5H ₂ O	1:10	H ₃ BO ₃	HCl		Utiliza branco, testa digestão e destilação
29	FD15, FS16 – N°990.03 – AOAC Method				x						Leco F528 Dumas	Utiliza branco, EDTA (padrão)

ANEXO 6

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

Lab	Método				Extração			Secagem			Controle	
	Item de Ensaio – Referência do método	Modificado		Hidrólise		Extrator	Tempo	Solvente (pureza)	Estufa	T °C		Tempo
		Sim	Não	Sim	Não							
1	FS16 - Compêndio Bras. Alimentação Animal 2009 – RV: 2005 (Adaptado)			x		SOXHLET	1h30m	HEXANO (98,5%)	Convencional	130	Tempo fixo: 30min	
2	FS16 – AOCS Ba 3-38, 2009	x			x	SOXHLET	4h	HEXANO (98,5%)	Convencional	130	Tempo fixo: 2h	
3	FS16 – Compêndio Brasileiro de alimentação animal 2009, Método nº14, p. 62-63		x		x	SOXHLET	3h	Éter de Petróleo (PA)	Banho de areia	105	Até peso constante	Utiliza branco
5	FS15 – AOAC 945.39	x			x	SOXHLET	16h	Éter etílico anidro (99,5%)	Convencional	100	Até peso constante	Utiliza branco
6	FS16 – A.O.A.C. 4ª ed.					ANKOM XT15	1h	Éter de Petróleo		103	Tempo fixo: 3h	
7	FS16 – Método 033/IV do Instituto Adolfo Lutz, IV ed., 2005.		x		x	SOXHLET	6h	Éter Etílico (99,5%)	Convencional	105	Até peso constante	
8	FS16		x		x		5h15m	Éter de Petróleo	Convencional	105	Tempo fixo: 2h	Utiliza branco
9	FS16 – 032/IV Lipídios ou extrato etéreo – Extração direta em Soxhlet. Brasil. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Métodos Físico-Químicos para Análise de Alimentos		x		x	SOXHLET	4h	Éter Etílico (99,5%)	Convencional		Até peso constante	
10	FS16 - Métodos físico-químicos para análise de alimentos – IAL 2005		x		x	TECNAL TE44	5h	Éter de Petróleo (99,9%)	Ar forçado	102	Tempo fixo: 2h	Carta controle
11	FS16 – 920.39 AOAC	x			x	SOXHLET	6h	Éter de Petróleo (PA)	Convencional	105	Tempo fixo: 1h	Utiliza branco
12	FS16 – Métodos analíticos Instituto Adolfo Lutz – Métodos Químicos e Físicos para análise de alimentos. 4ª Edição. Brasília, 2005.		x		x	SOXHLET	8h	Éter de Petróleo (99,95%)	Convencional	105	Até peso constante	Utiliza branco, controle interno de amostra conhecida
13	FS16 – Boletim de aplicação equipamento Buchi – B811. Método Weibull–Stoldt. AOAC 963				x		2h20m	Éter de Petróleo	Convencional	100	Tempo fixo: 8h	Utiliza branco
16	FS16 – Compêndio Brasileiro de Alimentação Animal, São Paulo, 2009, Método nº14	x			x	SOXHLET Mergulhão	1h30m	HEXANO P.A (98,5%)	Convencional	105	Tempo fixo: 1h30min	Utiliza branco
17	FS16 – IAL, 4ª ed., Capítulo IV – Determinações Gerais: 032/IV Lipídios ou extrato etéreo – Extração direta em Soxhlet.		x		x	SOXHLET	7h	Éter de Petróleo (99,5%)	Convencional	105	Tempo fixo: 2h	Utiliza branco
18	FS16 – LUTZ, Adolfo: “Normas Analíticas do Instituto” - IV Ed. 032/IV e 034/IV, 2005		x		x	SOXHLET	3h	Éter de Petróleo	Convencional	105	Tempo fixo: 1h	Achocolatado
20	FS16 – Manuale Ser 148 (Velp. Scientifica) // Métodos Físico-químicos de Análise Ed. UFRGS/2002 Mét. 3 – Lipídios				x	Automático Velp. Scientifica	1h30m	Éter de Petróleo	Convencional	105	Tempo fixo: 30min	

Lab	Método Item de Ensaio – Referência do método	Modificado				Hidrólise				Extração			Secagem			Controle
		Sim		Não		Sim		Não		Extrator	Tempo	Solvente (pureza)	Estufa	T °C	Tempo	
21	FS16 – Extração Etérea conforme: BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Portaria 108 de 04/09/1991. Métodos Analíticos para controle de alimentos para uso animal. Brasília: Dária Oficial da União 17/09/1991. Seção 1. Hidrólise ácida conforme: Instituto Adolfo Lutz. Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz. Métodos químicos e físicos para a análise de alimentos, v. 1.4. ed. São Paulo: PROL, 2005			x		x			SOXHLET	4h	Éter de Petróleo (99,5%)	Conven- cional	105	Tempo fixo: 30min		
25	FS16 – AOAC 922.06 18ª Ed. 2005 – 4ª Rev. 2011			x		x			Extrator de gordura	6h30m	Éter de Petróleo (99%)	Conven- cional	105	Até peso constante		
26	FS16 – Instituto Adolfo Lutz. Métodos físico-químicos para análise de alimentos. 4a ed. 2005. Tec. 032/IV			x			x		SOXHLET	12h	Éter Etílico (P.A.)	Conven- cional	105	Tempo fixo: 2h		
27	FS16 – Livro: Instituto Adolfo Lutz. Métodos F. Químicos. IV Ed. Brasília. 2005. p. 117 – 118.			x			x		SOXHLET	16h	Éter Etílico (99,99%)	Conven- cional	105	Até peso constante		
29	FS16 – N°10 – Portaria N° 108 MAPA			x			x		Velp – Semi- automático	2h15m	HEXANO (99%)	Conven- cional	105	Tempo fixo: 2h		

ANEXO 7**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									
3	FD15, FS16 – Delwiche, S. (Ed.). Cereal Foods. IN: Horwitz, W. (Ed.). Official Methods of Analysis of AOAC International. 18 th ed. 4 rev. Gaithersburg: AOAC, 2010 Chap. 32, Official Method 991.43 (32.1.17)			Mes-Tris	Celite	Cadinho com placa de vidro sinterizado	60	105	1h	550	4h	Utiliza branco
6	FD15, FS16 – A.O.A.C. 4ª Ed.					Cadinho com placa de vidro sinterizado	40-60	103	3h	525	5h	
8	FD15, FS16 - 19				Lã de vidro	Gooch		105	4h30m	550	2h	Utiliza branco
10	FD15, FS16 – AOAC 19 Edição, 2012		x	Fosfato	Celite	Cadinho com placa de vidro sinterizado		102	14h	530	5h	Utiliza branco, carta controle
12	FD15, FS16 – AOAC Official Methods of the Analysis of the Association of Official Analytical Chemists, 16 th Ed. 1997			Fosfato	Celite	Cadinho com placa de vidro sinterizado	2	105	12h	525	5h	Utiliza branco
17	FD15, FS16 – AOAC. Official Methods of Analysis. 15 th ed. 1990 – 985.29 – Fibra Alimentar Solúvel e Insolúvel: Método enzimático gravimétrico			Fosfato	Celite	Cadinho com placa de vidro sinterizado	2	105	20h	550	5h	Utiliza branco
18	FD15, FS16 – Official Methods of Analysis of AOAC International (2005) 19 th Ed. (revista em 2012) , AOAC international, Gaithersburg, MD, Methods 991.42, 991.43, 992.16, 993.19.			Fosfato	Celite	Cadinho com placa de vidro sinterizado	2	105	9h	525	5h	Utiliza branco
21	FS16 – BRASIL. Ministério da Agricultura. Pecuária e Abastecimento. Portaria 108 de 04/09/1991. Métodos Analíticos para controle de alimentos para uso animal. Brasília: Dária Oficial da União 17/09/1991, Seção 1.				Fiber bag	Sistema de digestão e filtração automatizado		105	4h	600	4h	Utiliza branco
26	FD15, FS16 – Instituto Adolfo Lutz. Métodos físico-químicos para análise de alimentos. 4a ed. 2005. Tec. 045/IV			Mes-Tris	Filtro analítico AP40 em microfibras de vidro Millipore	Cadinho com placa de vidro sinterizado	40-60	105	12h	525	4h	Utiliza branco

ANEXO 8**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	FD15, FS16 – Compendio Bras. De Alimentação Animal 2009 – RV:2005 (Adaptado)		x	Estufa Convencional	130	Tempo fixo: 2h
2	FD15, FS16 – AOCS Ba 2a-38, 39 edição, 1997		x	Estufa Convencional	130	Tempo fixo: 2h
3	FD15, FS16 – Instituto Adolfo Lutz. Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz. V.1: Métodos Químicos e Físicos para análise de alimentos, IV ed. São Paulo. IMESP, 2005. p. 98-99		x	Estufa Convencional	105	Até peso constante
4	FD15, FS16 – Instituto Adolfo Lutz – IV Edição – 012/IV – Perda por dessecação – umidade		x	Estufa Convencional	105±1	Até peso constante
5	FD15 – AOAC 945.38.B		x	Estufa Vácuo 735mmHg	100	Até peso constante
	FS16 – AOAC 945.39.A			Estufa Convencional	130	Tempo fixo: 1h
6	FD15, FS16 – A.O.A.C. 4ª ed.				103	
7	FD15, FS16 – Método 012/IV do Instituto Adolfo Lutz, IV ed., 2005		x	Estufa Ar forçado	105	Até peso constante
8	FD15, FD16 – 56		x	Estufa Convencional	105	Tempo fixo: 4h
9	FD15, FS16 – Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos – Instituto Adolfo Lutz, IV Ed. p. 98 Brasília, 2005	x		Estufa Convencional	110	Até peso constante
10	FD15, FS16 – Compendio Brasileiro de Alimentação Animal 2009, SindiRações, - Guia de Métodos Analíticos		x	Estufa Ar forçado	102	Até peso constante
11	FD15, FS16 – 950-01 – AOAC		x		105	Tempo fixo: 24h
12	FD15, FS16 – Métodos analíticos Instituto Adolfo Lutz – Métodos Químicos e Físicos para análises de Alimentos. 4ª Edição. Brasília, 2005.		x	Estufa Convencional	105	Até peso constante
13	FD15, FS16 – Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos. Ministério da Saúde. ANVISA 2005. pg. 98. 4ª Ed.			Estufa Convencional	105	Até peso constante
15	FD15, FS16 – BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Métodos físico-químicos para análise. IV Edição, Brasília 2005.		x	Estufa Convencional	105	Até peso constante
16	FD15, FS16 – Compendio Brasileiro de Alimentação Animal, São Paulo, 2009, Método n°56	x		Estufa Ar forçado	105±2	Tempo fixo: 4h
17	FD15, FS16 – IAL, 4ª ed., Capítulo IV – Determinações Gerais: 013/IV Perda por dessecação (umidade)		x	Estufa Convencional	105	Tempo fixo: 5h
18	FD15, FS16 – Instituto Adolfo Lutz. Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz. Métodos físico-químicos para análise de alimentos, IV ed. Brasília: MS, 2005 p.98		x		130	Tempo fixo: 1h
19	FD15, FS16 – AACC International – American Association of Cereal Chemists International, AACCI Method 44-15.02 Moisture Air-Oven Methods – Approved Methods of Analysis. Final approval October 30, 1975; Reapproved November 3, 1999. 11ª Edition.		x	Estufa Ar forçado	130	Tempo fixo: 1h
20	FD15, FS16 – AACC 44-15A (revisão 1999)		x	Estufa Ar forçado	130	Tempo fixo: 1h
21	FS16 – BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Portaria 108 de 04/09/1991. Métodos Analíticos para controle de alimentos para uso animal. Brasília: Dária Oficial da União 17/09/1991, Seção 1.		x	Estufa Convencional	105	Até peso constante
22	FD15, FS16 – Análise Termogravimétrica			Analizador Termogravimétrico TGA 701 LECO Corporation	100	Até peso constante

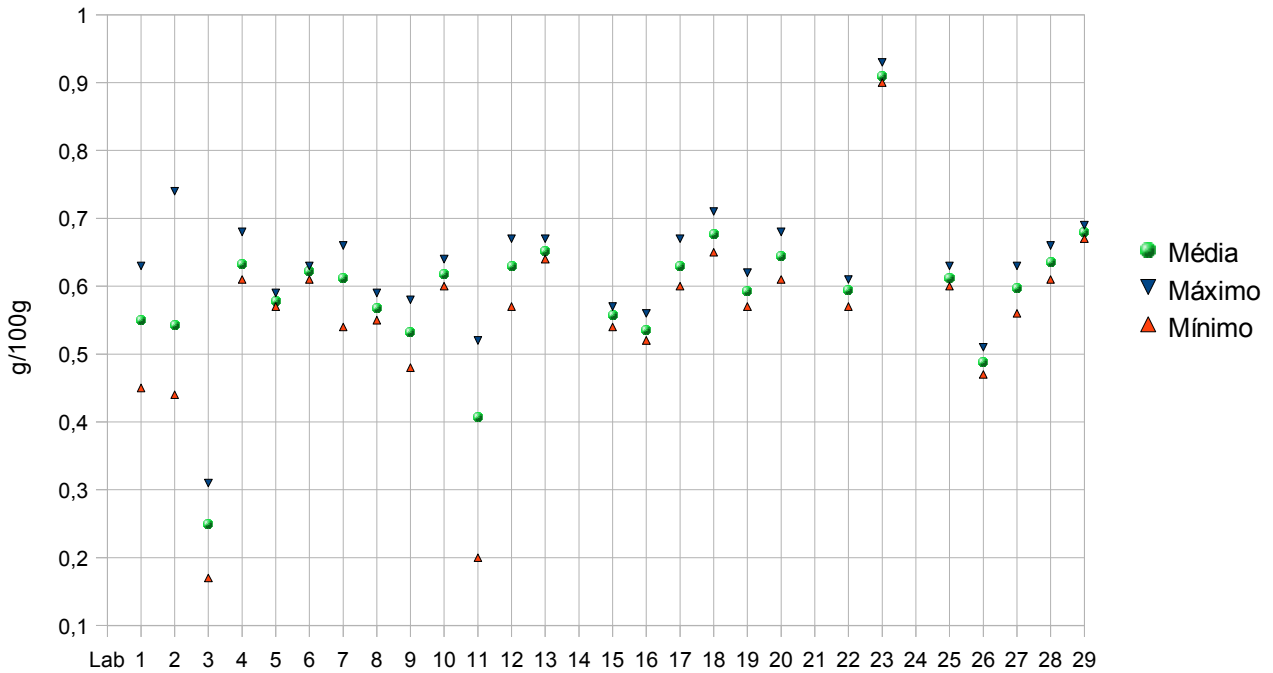
Lab	Item de Ensaio – Referência do método	Modificado		Equipamento	T °C	Tempo
		Sim	Não			
23	FD15 – 2c-25, Modificado 10ª Edição de 1965 – AOCS		x	Estufa Convencional	130	Tempo fixo: 2h
24	FD15, FS16 – Métodos físico-químicos para análise de alimentos, Ed. IV, Instituto Adolfo Lutz, cap. IV pag. 98, 2005.			Analizador de Umidade por Infra-Vermelho	105	Até peso constante
25	FD15, FS16 – AOAC – 925.10 18ª Ed. 2005 – 4ª Rev 2011		x	Estufa Convencional	105	Até peso constante
26	FD15, FS16 - Instituto Adolfo Lutz. Métodos físico-químicos para análise de alimentos. 4ª ed. 2005. Tec. 414/IV e 12/IV.		x	Estufa Convencional	105	Até peso constante
27	FD15, FS16 – LIVRO: Instituto Adolfo Lutz, Met. F. Químico de Alimentos, 4ª Ed. Brasília. 2005 Tec. 012/ Pag. 98		x	Estufa Convencional	105	Até peso constante
28	FD15, FS16 – AOCS Ba 2a-38 (2009)		x	Estufa Ar forçado	130	Tempo fixo: 2h
29	FD15, FS16 – N° 02 – Portaria N° 108 MAPA		x	Estufa Convencional	105	Tempo fixo: 4h

ANEXO 9

Dispersão e z-escore – cinzas b.s. / Farinha de Mandioca – FD15

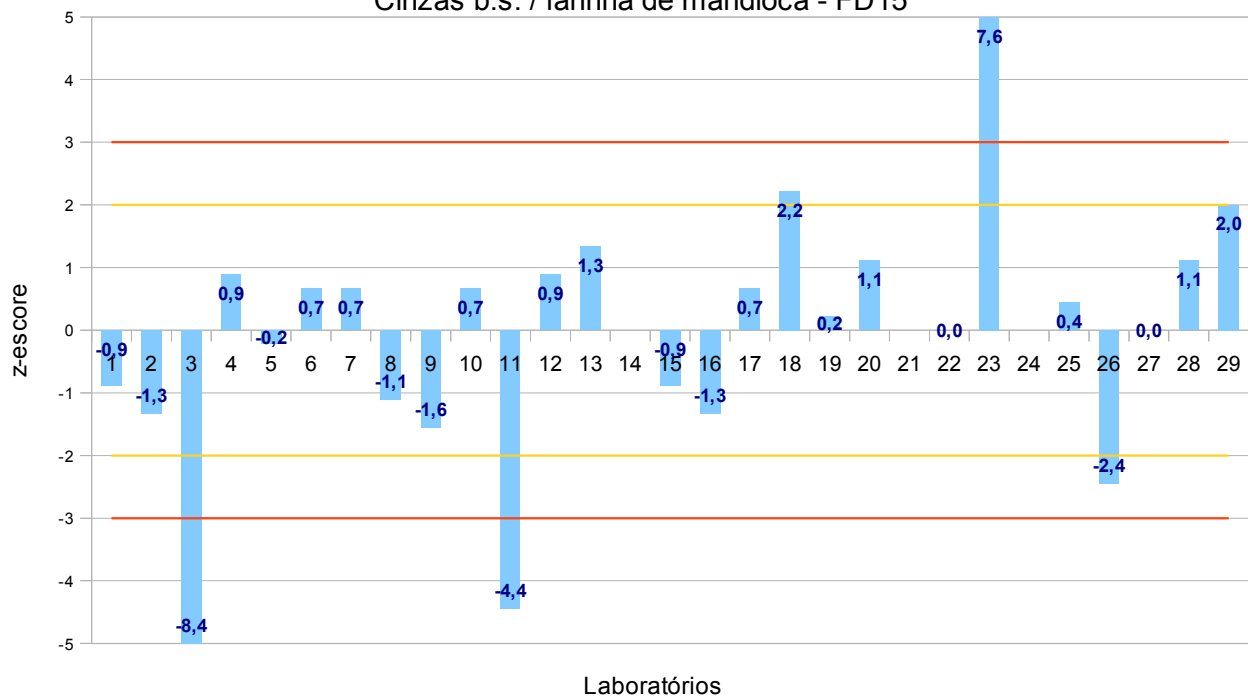
Dispersão de resultados

Cinzas / farinha de mandioca - FD15



z-escore

Cinzas b.s. / farinha de mandioca - FD15

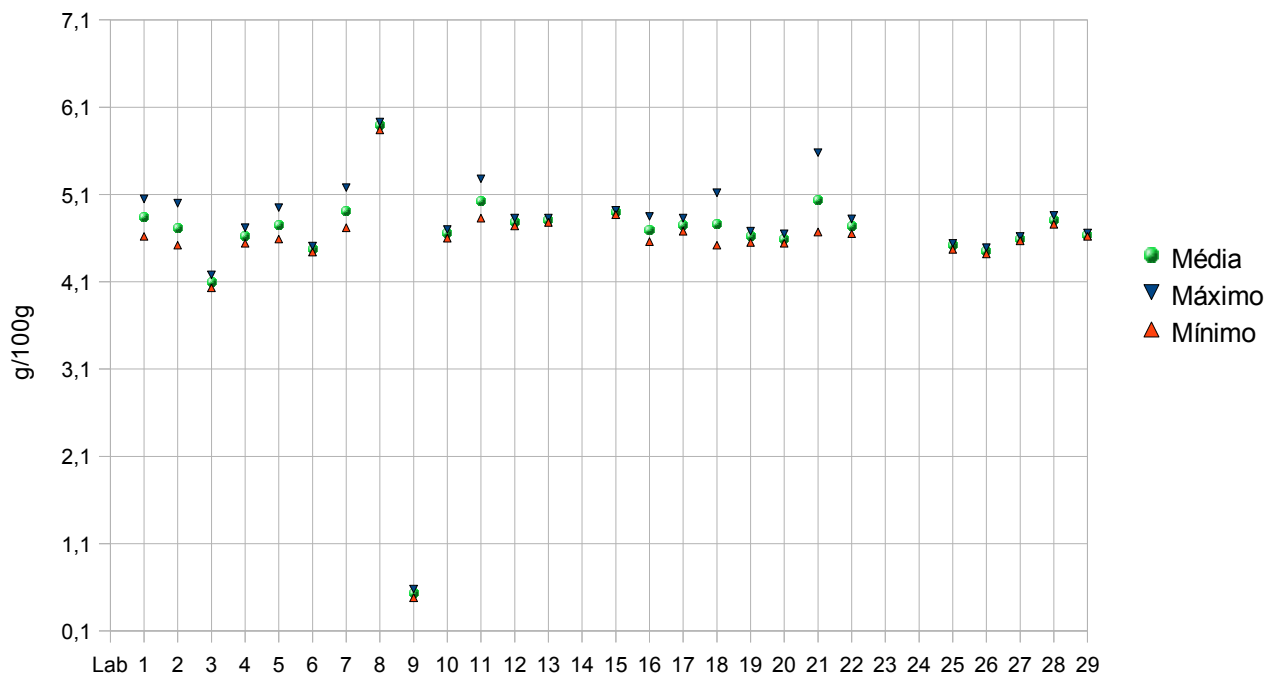


ANEXO 10

Dispersão e z-escore – cinzas b.s. / Farinha de Soja – FS16

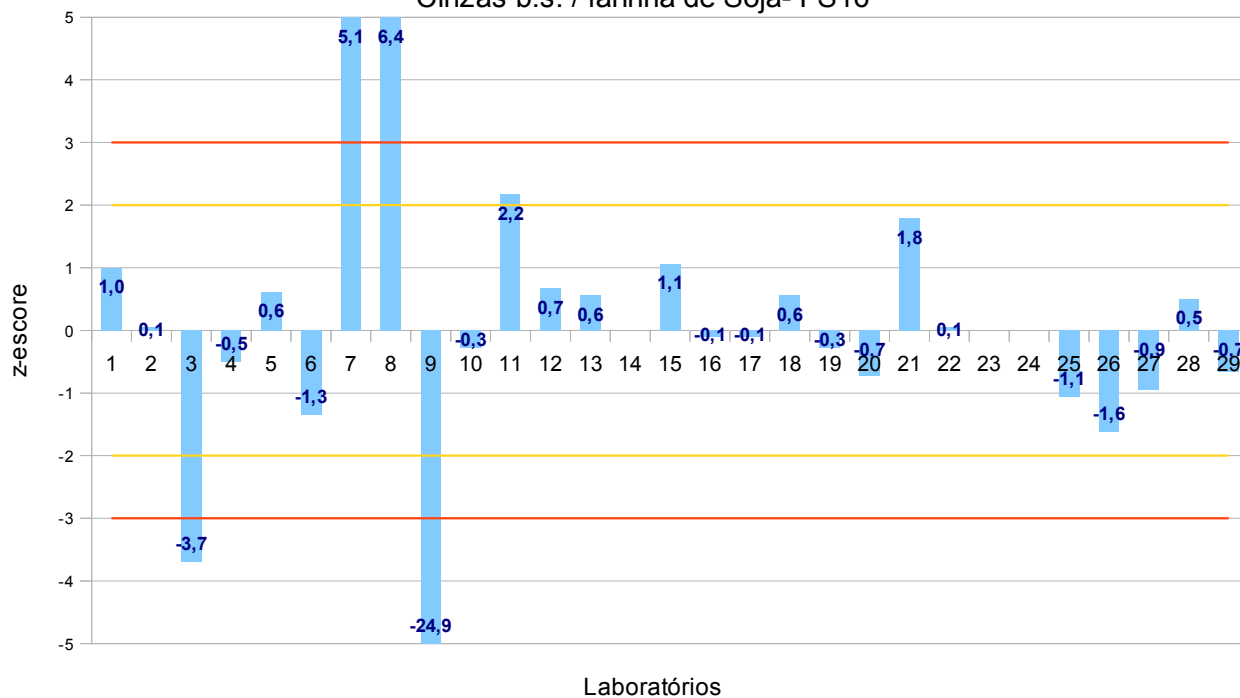
Dispersão de resultados

Cinzas / farinha de soja - FS16



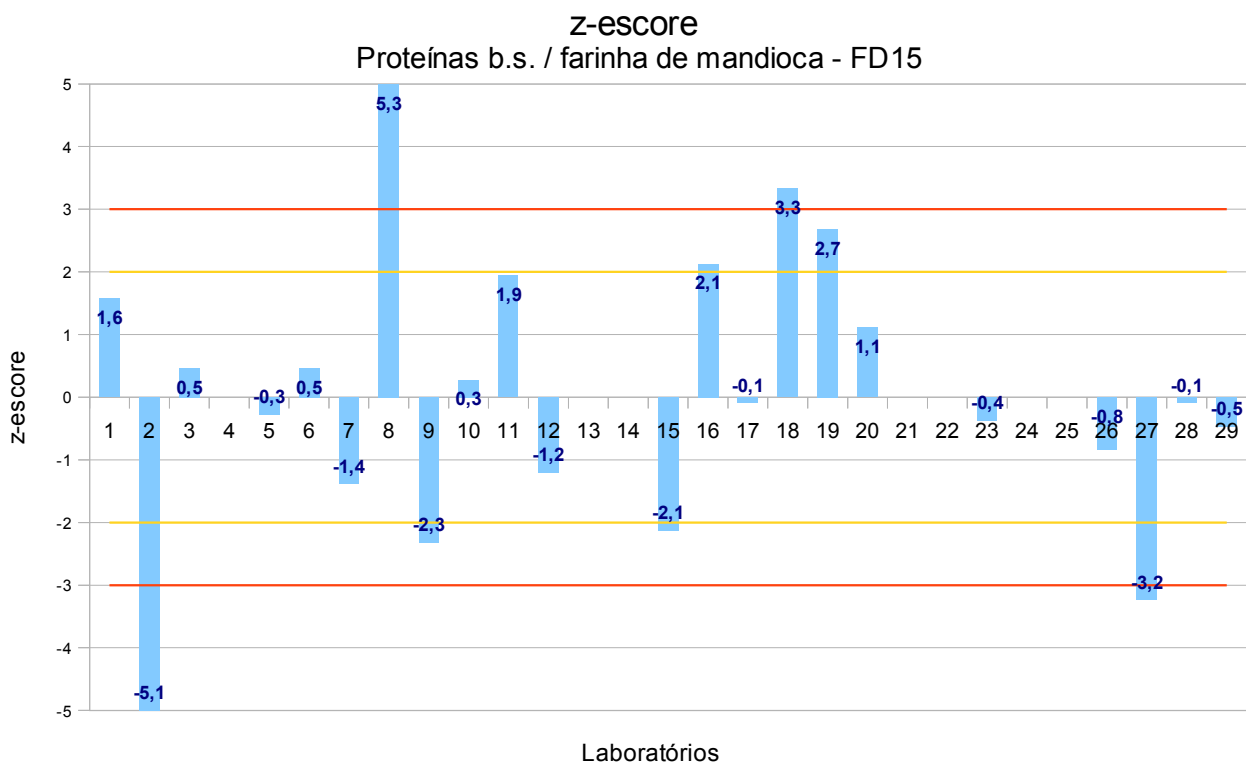
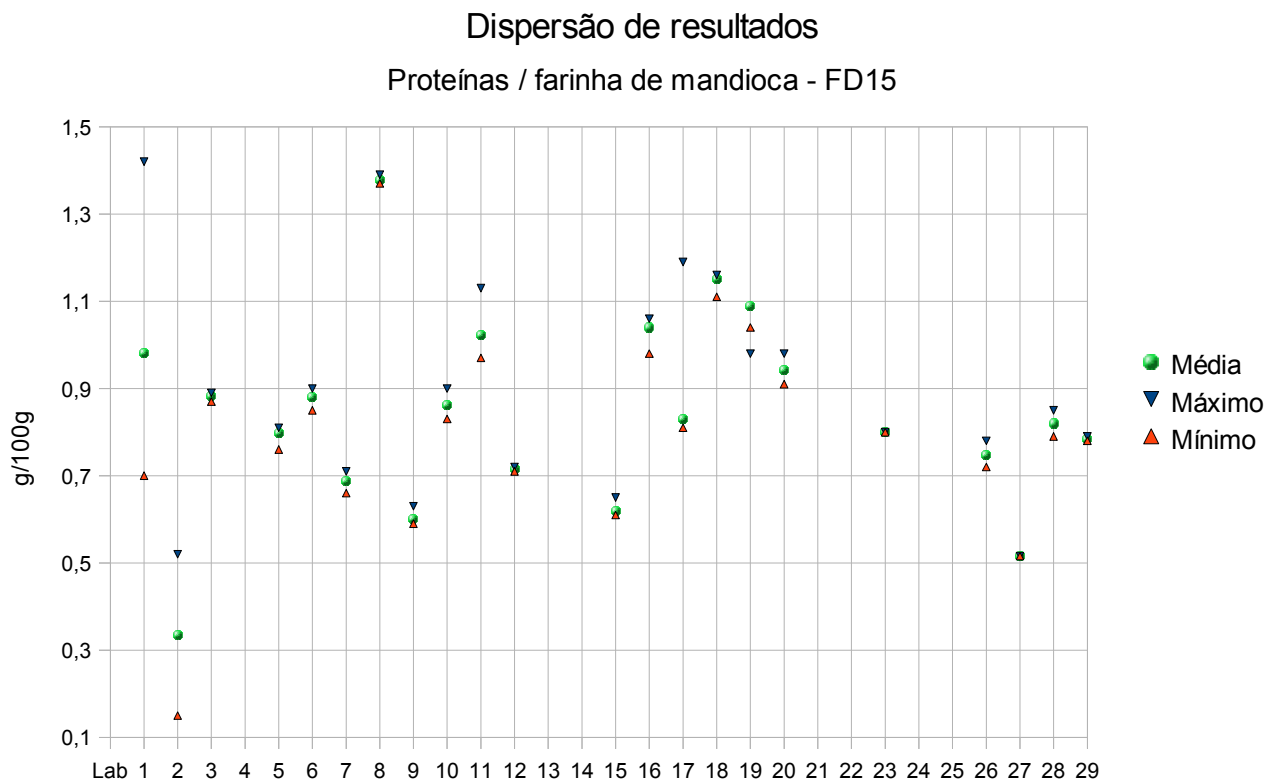
z-escore

Cinzas b.s. / farinha de Soja- FS16



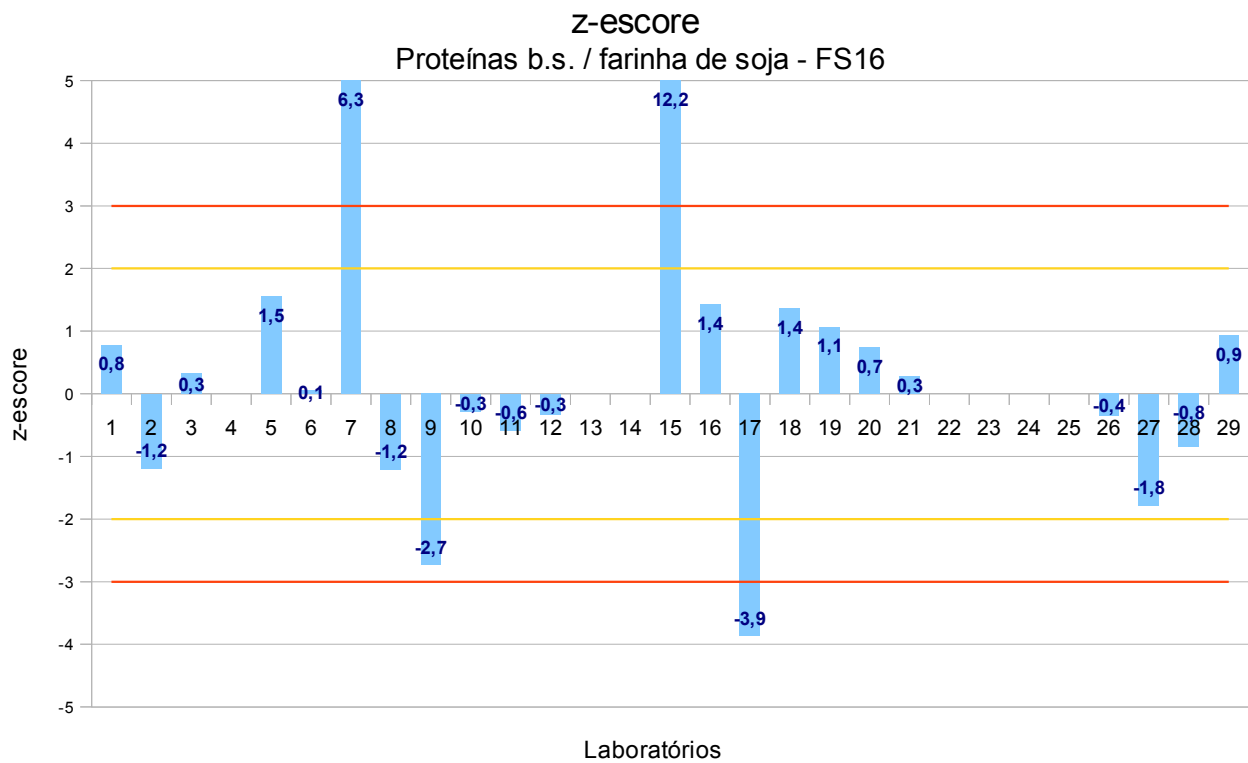
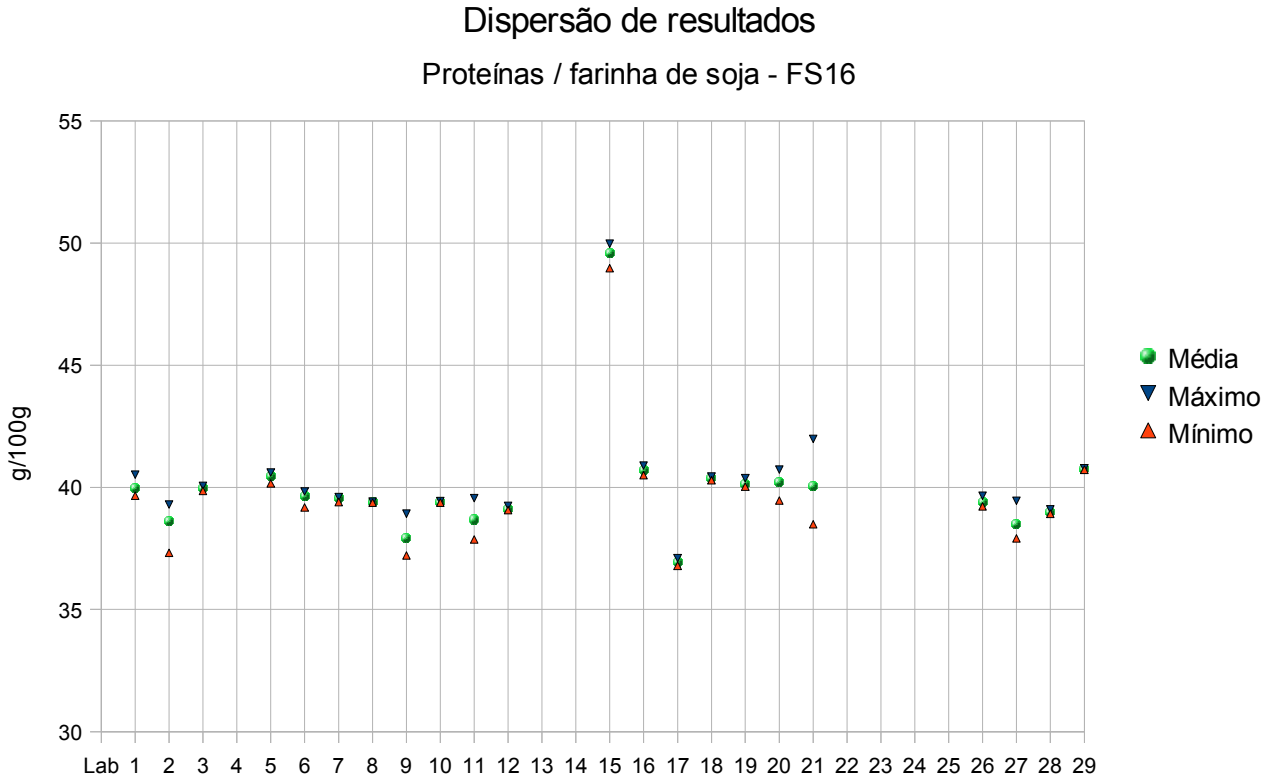
ANEXO 11

Dispersão e z-escore – proteínas b.s. / Farinha de Mandioca - FD15



ANEXO 12

Dispersão e z-escore – proteínas b.s. / Farinha de Soja – FS16

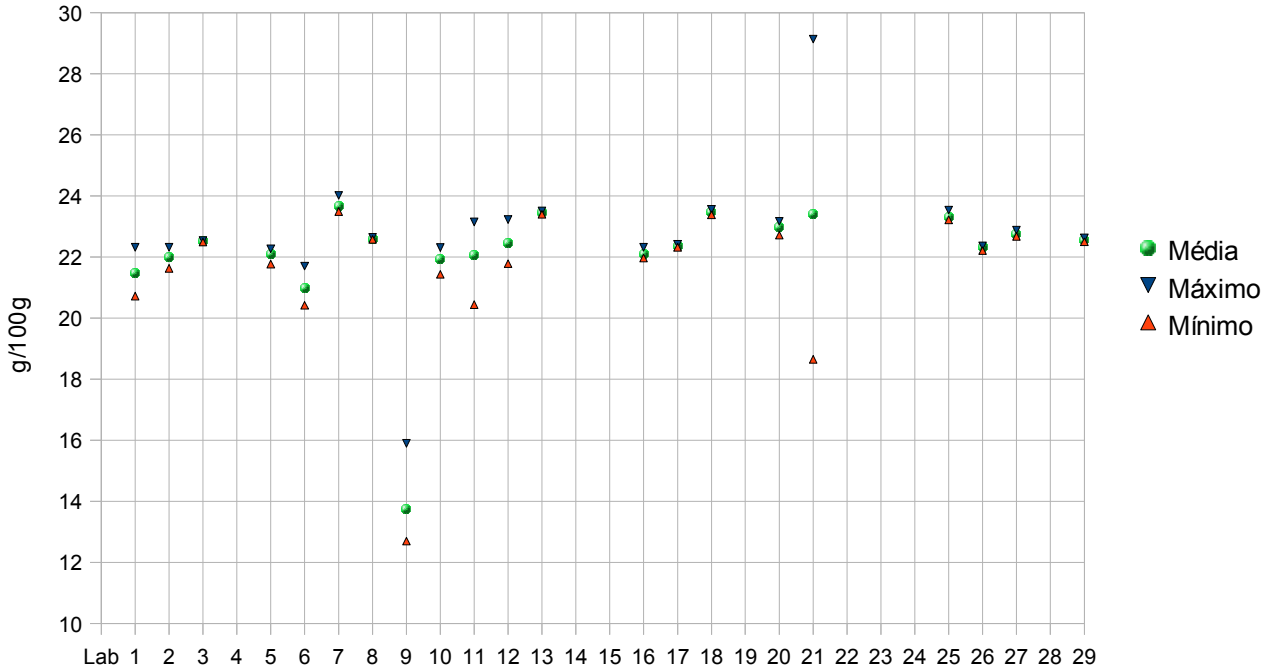


ANEXO 13

Dispersão e z-escore – gorduras totais b.s. / Farinha de Soja - FS16

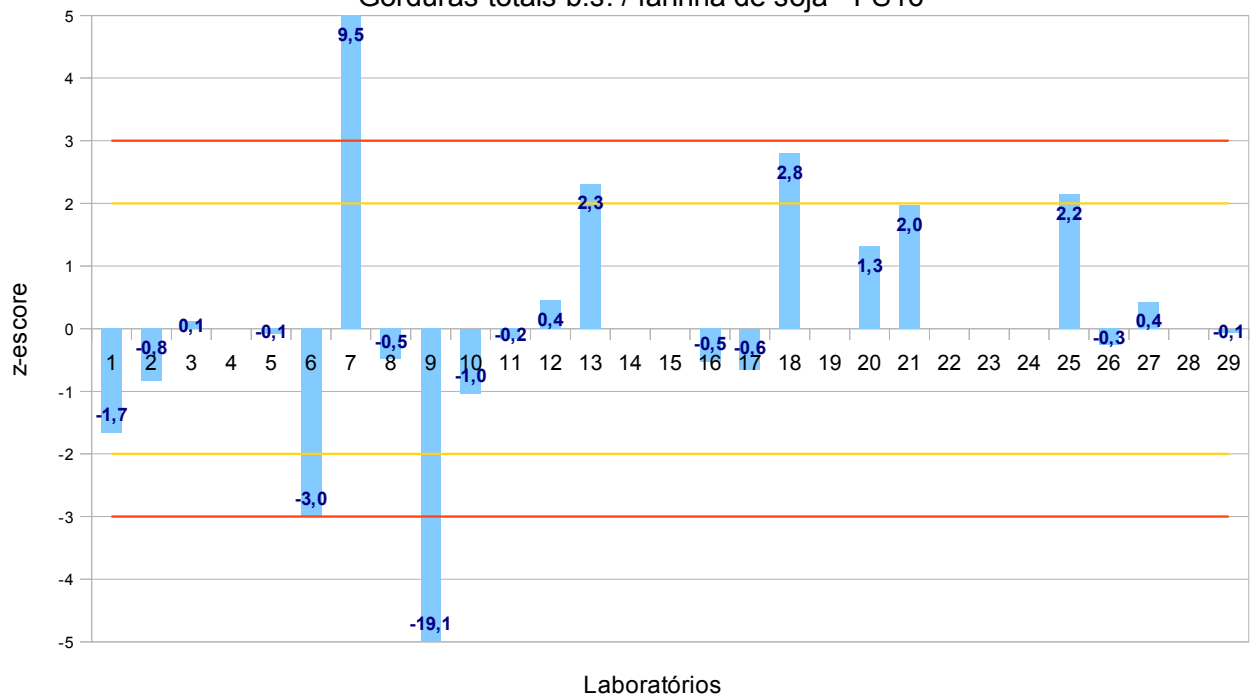
Dispersão de resultados

Gorduras totais / farinha de soja - FS16



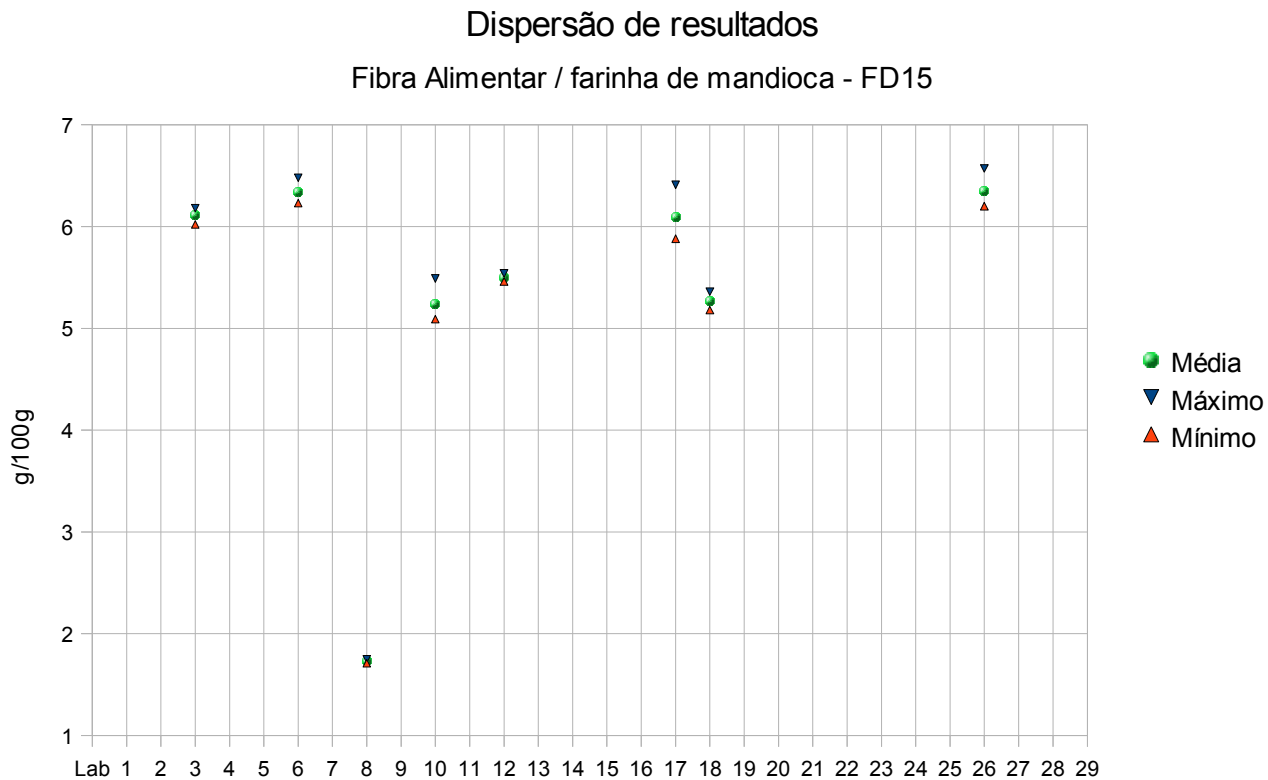
z-escore

Gorduras totais b.s. / farinha de soja - FS16



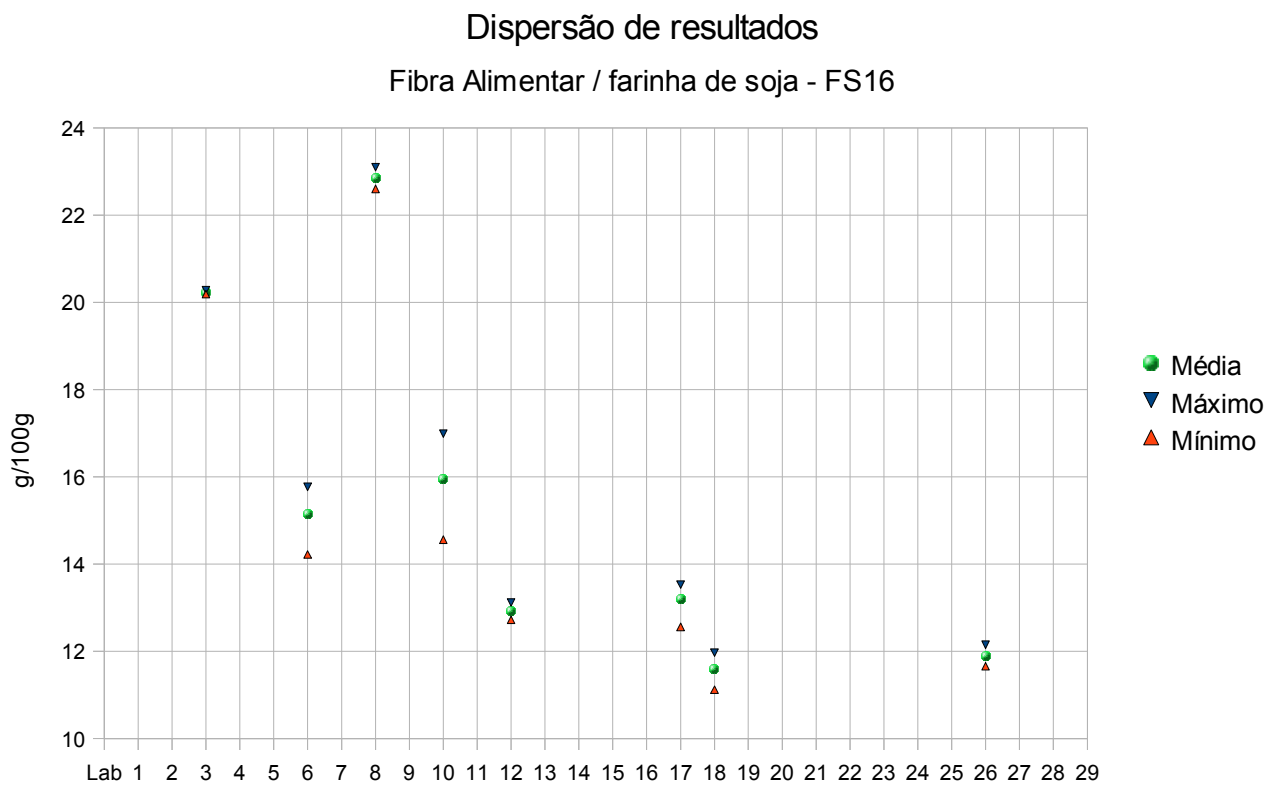
ANEXO 14

Dispersão – fibra alimentar b.s. / Farinha de Mandioca – FD15



ANEXO 15

Dispersão – fibra alimentar b.s. / Farinha de Soja – FS16

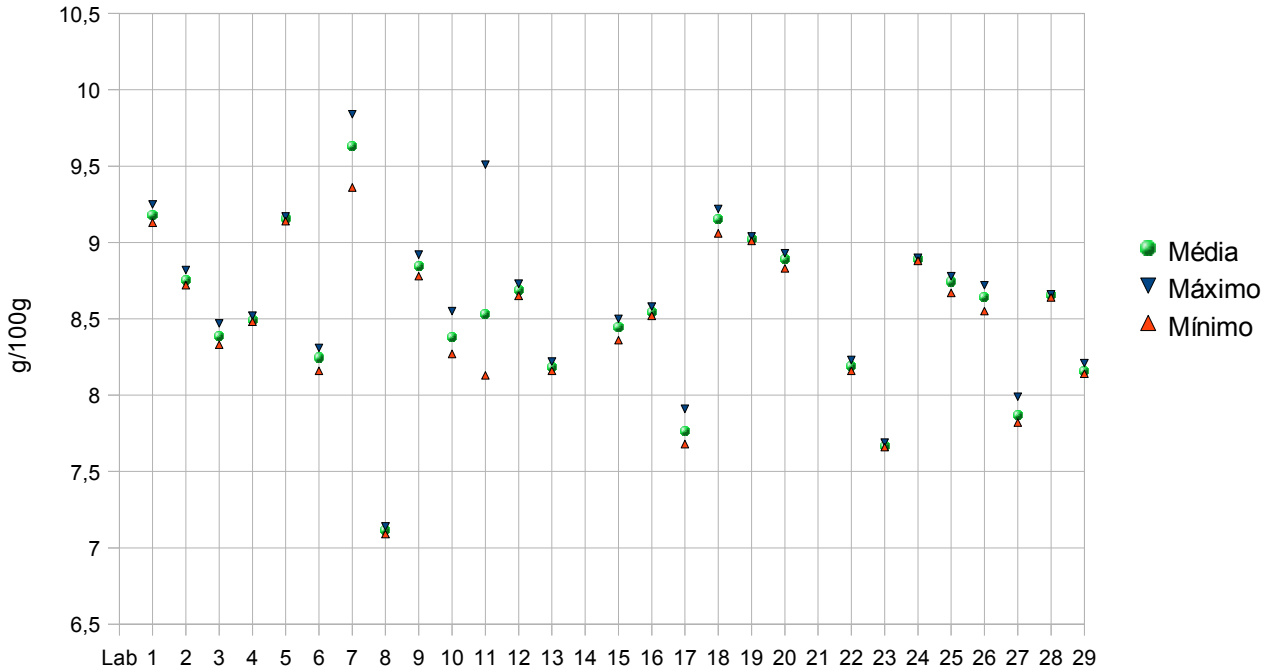


ANEXO 16

Dispersão – umidade / Farinha de Mandioca – FD15

Dispersão de resultados

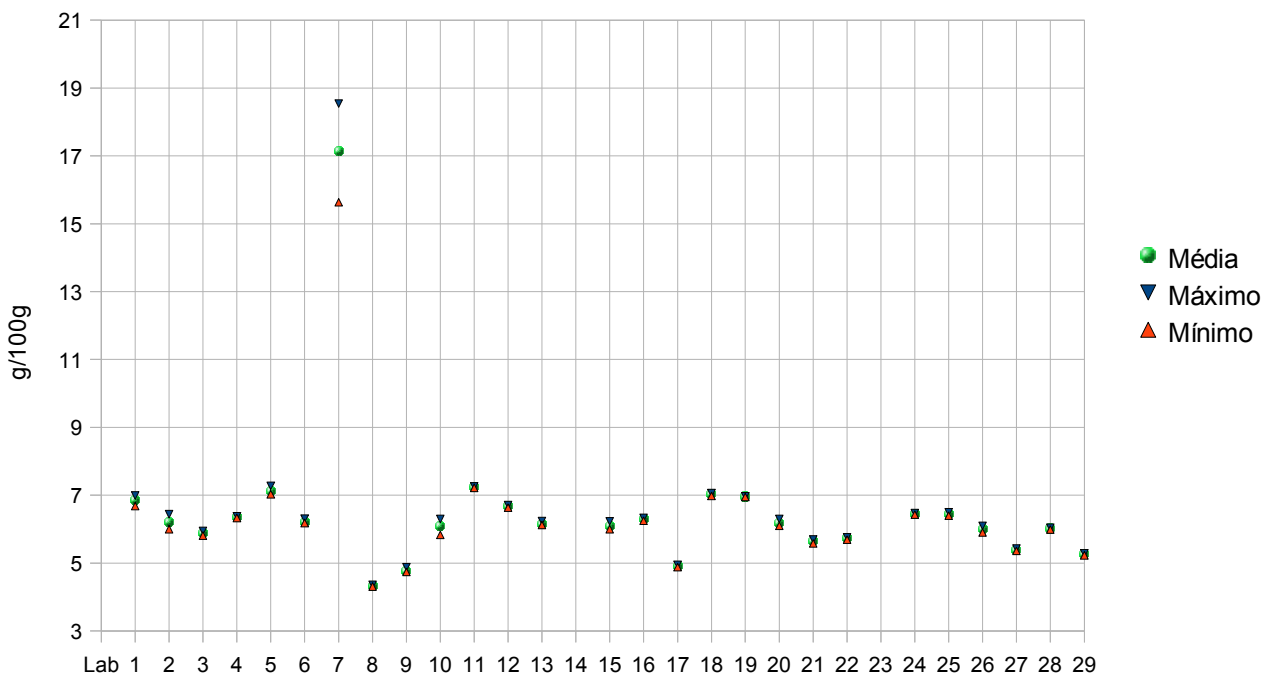
Umidade / farinha de mandioca - FD15



Dispersão – umidade / Farinha de Soja – FS16

Dispersão de resultados

Umidade / farinha de soja - FS16



ANEXO 17

ITENS DE ENSAIO

FD15 Farinha de Mandioca	FS16 Farinha de Soja
	