



INTERLAB

PROGRAMA DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA

**RELATÓRIO
RODADA 2017**

**UMIDADE, CINZAS, PROTEÍNAS, GORDURAS TOTAIS, FIBRA BRUTA,
SOLUBILIDADE PROTEICA, ATIVIDADE UREÁTICA**

em

farelo de soja

Outubro / 2017

I N T E R L A B

PROGRAMA DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA

Cadastrado no EPTIS

RELATÓRIO

RODADA 2017

**UMIDADE, CINZAS, PROTEÍNAS, GORDURAS TOTAIS, FIBRA BRUTA,
SOLUBILIDADE PROTEICA, ATIVIDADE UREÁTICA em farelo 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

Francisco Schneider Neto

Liandra da Rosa Damazio - estagiária

COMITÊ CONSULTOR:

Filipe de Medeiros Albano

Iolanda Dill Fernandes

Lina Yamachita Oliveras

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.....	5
5.3.3	Estudo da Estabilidade.....	6
6	Técnicas Estatísticas e Parâmetros utilizados na Análise dos Resultados.....	6
6.1	Avaliação de desempenho dos Laboratórios.....	6
6.2	Determinação dos Valores Designados.....	7
6.2.1	Umidade.....	7
6.2.2	Cinzas, Proteínas, Gorduras totais e Fibra bruta.....	7
6.2.3	Solubilidade proteica em KOH 2% e Atividade ureática.....	7
6.3	Determinação dos Desvios Padrão.....	8
6.4	Determinação das Incertezas.....	8
6.5	Resumo dos Parâmetros para a Avaliação da Proficiência – Rodada 2017.....	9
7	Informações sobre a Execução dos Ensaio pelos Laboratórios Participantes.....	9
7.1	Sistema de Gestão da Qualidade.....	9
7.2	Métodos utilizados.....	9
7.2.1	Umidade.....	10
7.2.2	Cinzas.....	10
7.2.3	Proteínas.....	11
7.2.4	Gorduras totais.....	11
7.2.5	Fibra bruta.....	12
7.2.6	Solubilidade proteica em KOH 0,2%.....	12
7.2.7	Atividade ureática	12
8	Resultados e Avaliações de Desempenho dos Laboratórios Participantes.....	12
8.1	Umidade.....	13
8.2	Cinzas.....	15
8.3	Proteínas.....	17
8.4	Gorduras totais.....	19
8.5	Fibra bruta.....	21
8.6	Solubilidade proteica em KOH 0,2%.....	23
8.7	Atividade ureática.....	24
9	Comentários e Recomendações.....	25
9.1	Umidade.....	25
9.2	Cinzas.....	26
9.3	Proteínas.....	26
9.4	Gorduras totais.....	27
9.5	Fibra bruta.....	27
9.6	Solubilidade proteica em KOH 0,2%.....	27
9.7	Atividade ureática.....	28
9.8	Recomendações Gerais.....	28
10	Referências Bibliográficas.....	29
	Anexos.....	31

1 Introdução

A ABNT NBR ISO/IEC 17025(5) – 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 (17).

2 Objetivo

O Programa de Ensaio de Proficiência – INTERLAB, executado segundo requisitos da ABNT NBR ISO/IEC 17043(6), ABNT NBR ISO/IEC 17025(5), ISO 13528(20) e Protocolo Internacional Harmonizado para Ensaaios de Proficiência de Laboratórios Analíticos (21), 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 disto, 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 Ensaaios de Proficiência – INTERLAB é divulgado, através de correio eletrônico, a laboratórios brasileiros, públicos e privados, que executam ensaios químicos em alimentos na sua rotina. Essa rodada contou com 25 participantes, abrangendo 12 estados do Brasil.

4 Comunicação e Confidencialidade

Anexados ao e-mail de divulgação desta rodada do INTERLAB, os laboratórios receberam o Protocolo 2017 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 do Item de Ensaio” e formulário de “Registro de Resultados” (também enviados por e-mail).

Os Laboratórios Participantes foram orientados a devolverem os formulários “Recebimento do Item de Ensaio” 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(20), ABNT NBR ISO/IEC 17043(6), ABNT ISO Guia 35(8), ISO 5725-2(18), ISO 5725-5(19) e Protocolo Internacional Harmonizado(21).

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

O material para a obtenção do item de ensaio disponibilizado nesta rodada (farelo de soja tostado) foi preparado pela Cientec. Após embalado, o item de ensaio foi testado quanto à homogeneidade e à estabilidade.

Na execução do programa, o item de ensaio foi enviado a cada laboratório participante pelo correio (Sedex), conforme consta no Protocolo da Rodada, acompanhado 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:

- Moagem e peneiração - o material foi moído em moinho de disco oscilante e passado em peneira malha 35 mesh (0,50 mm).
- Homogeneização – o material resultante foi misturado em homogeneizador de aço inox em forma de Y.
- Embalagem - após pesagem em balança semi-analítica, quantidades individuais de 140±5g foram embaladas a vácuo em sacos (30x20 cm) de polietileno multicamadas com uma das faces aluminizada (Anexo 10).
- Amostragem - A amostragem para os estudos da homogeneidade e da estabilidade foi executada, conforme ISO 13528, Anexo B (20).

5.2 Identificação

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

Tabela 1 – Identificação do item de ensaio e determinações do INTERLAB - Rodada 2017

ITEM DE ENSAIO	ESCOPO DA RODADA	
	MATRIZ	ENSAIOS
FR25	farelo de soja tostado	umidade, cinzas, proteínas, gorduras totais, fibra bruta, solubilidade proteica em KOH 0,2%, atividade ureática

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
FR25	umidade, cinzas	ASTM D7582 (1)

5.3.2 Estudo da Homogeneidade

Os estudos foram conduzidos 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 a cinzas em base seca (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 09 unidades, escolhidas de forma estatisticamente aleatória, no período de julho a setembro de 2017.

Os resultados foram avaliados segundo o procedimento descrito na ISO 13528, Anexo B, item B5 (20), 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 Avaliação de Desempenho dos Laboratórios

A avaliação do desempenho de cada Laboratório quanto à exatidão do resultado foi efetuada através do z-score, onde:

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

x resultado do Laboratório Participante (média aritmética das replicatas em base seca, b.s.)

X valor designado (item 6.2)

s desvio padrão da rodada (item 6.3)

Os valores obtidos são interpretados segundo os seguintes critérios:

$|z| \leq 2$ - Resultado satisfatório

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

$|z| \geq 3$ - Resultado insatisfatório

Para cada laboratório foi calculado o desvio padrão das replicatas (vias) e o decorrente coeficiente de variação (desvio padrão relativo), onde:

$$CV_{\text{Lab}} (\%) = (s_{\text{Lab}} / \bar{x}) \times 100$$

\bar{x} resultado do Laboratório Participante (média aritmética das replicatas)

s_{Lab} desvio padrão das replicatas (vias)

Cabe ao Laboratório fazer a análise crítica quanto a sua repetibilidade (precisão), considerando o método e uso pretendido do resultado do ensaio.

6.2 Determinação dos Valores Designados

Os valores designados foram determinados através de Estatística Robusta (valor de consenso). 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.

A média robusta de cada parâmetro do escopo foi considerada valor designado nos casos em que o conjunto de resultados fornece respaldo estatístico e os métodos utilizados sejam equivalentes.

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 resultado da umidade reportado pelo laboratório foi utilizado para a conversão dos parâmetros cinzas, proteínas, gorduras totais e fibra bruta à base seca.

O z-escore não foi apresentado, uma vez que a estabilidade e a homogeneidade entre os itens de ensaio distribuídos não podem ser garantidas quanto à umidade após as embalagens serem abertas, em especial, devido a diferenças ambientais regionais e do laboratório. A média robusta desta determinação deve ser considerada informativa, ficando a avaliação a critério de cada Laboratório.

6.2.2 Cinzas, Proteínas, Gorduras totais e Fibra bruta

Para cinzas, proteínas, gorduras totais e fibra bruta, o valor designado corresponde à média robusta dos resultados convertidos à base seca, utilizando a correspondente média da umidade informada pelos laboratórios.

6.2.3 Solubilidade proteica e Atividade ureática

Com relação à solubilidade proteica e à atividade ureática, o número de laboratórios que realizaram estas determinações não fornece respaldo para aplicação da estatística robusta. Desta forma, foi calculada a média aritmética dos resultados como valor informativo, ficando a avaliação a critério de cada Laboratório.

A Tabela 3 apresenta 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 FR25 – farelo de soja

Determinação	Média robusta	VALOR DESIGNADO	Unidade
Umidade	11,54	*	g/100g
Cinzas, b.s.	6,51	6,51	g/100g
Proteínas, b.s.	51,16	51,16	g/100g
Gorduras totais, b.s.	2,83	2,83	g/100g
Fibra bruta, b.s.	4,49	4,49	g/100g
	Média aritmética		
Solubilidade proteica	76,11	**	g/100g
Atividade ureática	0,03	**	pH

* média robusta deve ser considerada valor informativo (item 6.2.1) – avaliação a critério de cada Laboratório

**média aritmética (calculada devido ao número de resultados não ser adequado para a aplicação da estatística robusta) deve ser considerada valor informativo (item 6.2.3) - avaliação a critério de cada Laboratório

6.3 Determinação dos Desvios Padrão

Os desvios padrão deste ensaio de proficiência foram determinados de acordo com diretrizes da ISO 13528(20).

Para cada determinação, o desvio padrão do ensaio de proficiência foi definido a partir do desvio padrão robusto dos Laboratórios Participantes da rodada, comparado a valores de desvio padrão de estudos referentes à matriz da mesma natureza e ao desvio padrão estimado pela equação Horwitz, considerando o desvio padrão relativo (coeficiente de variação, %CV) correspondente.

Tabela 4 – Desvios padrão para o Item de Ensaio FR25 – farelo de soja

Determinação	Média robusta	Desvio padrão robusto	unidade	Desvio padrão relativo (CV _{Grupo})	Rodada 2017	
					Desvio Padrão (s)	Desvio padrão relativo (CV)
Umidade	11,54	0,522	g/100g	4,5%	*	*
Cinzas, b.s.	6,51	0,176	g/100g	2,7%	0,176	2,7%
Proteínas, b.s.	51,16	1,215	g/100g	2,4%	1,215	2,4%
Gorduras totais, b.s.	2,83	0,405	g/100g	14,3%	0,226	8,0%
Fibra bruta, b.s.	4,49	0,333	g/100g	7,4%	0,333	7,4%
	Média aritmética	Desvio padrão				
Solubilidade proteica	76,11	4,100	g/100g	5,4%	**	**
Atividade ureática	0,03	0,014	pH	46,7%	**	**

* valores de desvio padrão robusto e %CV_{Grupo} devem ser considerados informativos (item 6.2.1) – avaliação a critério de cada Laboratório

**valores de desvio padrão e %CV_{Grupo} relativos à média aritmética devem ser considerados informativos (item 6.2.3) - avaliação a critério de cada Laboratório

6.4 Determinação das Incertezas

A incerteza de medição padrão (valor de consenso do grupo), estimada segundo item 7.7.3 da ISO 13528(20), pode ser considerada negligenciável quando atende ao critério $u_{vd} \leq 0,3s$, segundo item 9.2 da ISO 13528(20).

Tabela 5 – Avaliação da incerteza padrão referente aos parâmetros com valores designados

	Cinzas b.s.	Proteínas b.s.	Gorduras b.s.	Fibra bruta b.s.
Desvio padrão robusto (σ)	0,176	1,215	0,405	0,333
Nº Lab. Participantes (p)	22	18	21	10
Incerteza padrão: $u_{vd} = (1,25 \cdot \sigma) / \sqrt{p}$	0,047	0,358	0,110	0,132
Desvio padrão rodada (s)	0,176	1,215	0,226	0,333
Incerteza negligenciável se $u_{vd} \leq 0,3s$	0,047 < 0,053	0,358 > 0,365	0,110 > 0,068	0,132 > 0,100
Conclusão	negligenciável	negligenciável	não-negligenciável	não-negligenciável

Tabela 6 – Avaliação da incerteza padrão referente aos parâmetros com valores informativos

	Umidade	Solubilidade proteica	Atividade ureática
Desvio padrão (σ)*	0,522	4,100	0,014
Nº Lab. Participantes** (p)	25	4	4
Incerteza padrão: $u_{vi} = (1,25 \cdot \sigma) / \sqrt{p}$	0,131	2,562	0,009
Incerteza negligenciável se $u_{vi} \leq 0,3\sigma$	0,131 < 0,157	2,562 > 1,230	0,009 > 0,004
Conclusão	negligenciável	não-negligenciável	não-negligenciável

* para umidade, desvio padrão robusto; para solubilidade proteica e atividade ureática, desvio padrão da média aritmética dos resultados

** excluído laboratório com erro grosseiro

6.5 Resumo dos parâmetros para a avaliação da proficiência – Rodada 2017

Tabela 7 – Parâmetros da Rodada 2017 – Farelo de Soja FR25

Determinação	Média robusta	Desvio padrão robusto	unidade	Rodada 2017	
				Valor Designado	Desvio padrão
Umidade	11,54	0,522	g/100g	*	*
Cinzas, b.s.	6,51	0,176	g/100g	6,51	0,176
Proteínas, b.s.	51,16	1,215	g/100g	51,16	1,215
Gorduras totais, b.s.	2,83	0,405	g/100g	2,83	0,226
Fibra bruta, b.s.	4,49	0,333	g/100g	4,49	0,333
	Média aritmética	Desvio padrão			
Solubilidade proteica	76,11	4,100	g/100g	**	**
Atividade ureática	0,03	0,014	pH	**	**

* Média robusta e correspondente desvio padrão robusto devem ser considerados informativos (item 6.2.1) – avaliação a critério de cada Laboratório

** Média aritmética e correspondente desvio padrão devem ser considerados informativos (item 6.2.3) - avaliação a critério de cada Laboratório

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 dos resultados, informações sobre os métodos utilizados (Anexos 4, 5, 6, 7, 8 e 9).

7.1 Sistema de Gestão da Qualidade

Com relação à gestão da qualidade, os Laboratórios Participantes informaram que adotam procedimentos para o controle de resultados, utilizam procedimentos para calibração de equipamentos e 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 (Anexos 4, 5, 6, 7, 8 e 9). Pelas informações obtidas, observa-se a distribuição percentual aproximada de laboratório por tipo de método na tabela a seguir.

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

Métodos utilizados	% de Laboratórios por determinação						
	umidade	cinzas	proteínas	gorduras	fibra bruta	solubilidade proteica	atividade ureática
Métodos publicados por organizações reconhecidas na área, tais como AOAC International, AACC International, AOCS International, ASTM e ISO	28%	18%	33%	19%	40%	20%	20%
Métodos de ensaios publicados por organizações da área, tais como Instituto Adolfo Lutz (IAL), Síndicações (CBAA)	56%	68%	44%	57%	20%	40%	40%
Métodos publicados por organismo regulador - MAPA	12%	9%	6%	14%	20%	40%	40%
Procedimento interno do laboratório, manual de fabricante de equipamentos	4%	5%	17%	10%	20%	-	-
Número de laboratórios que realizaram cada determinação	25	22	18	21	10	5	5

7.2.1 Umidade

Os 25 Laboratórios Participantes efetuaram a determinação de umidade (Anexo 4 – Informações dos Laboratórios sobre o método usado na determinação de Umidade). Destes, 92% realizaram a determinação em estufa, 44% utilizando peso constante e 48% tempo fixo. As temperaturas máxima e mínima em estufa convencional e ar forçado foram de 130°C e 105°C. Os laboratórios que utilizaram tempo fixo relataram tempos variados (1 a 7h). 01 laboratório utilizou analisador termogravimétrico (TGA) e 01 realizou a determinação por espectroscopia no infravermelho próximo com transformada de Fourier (FT-NIR).

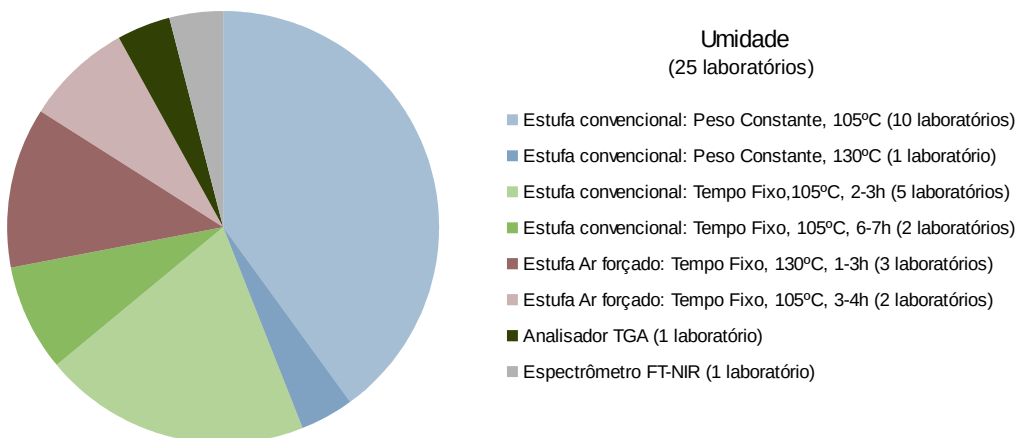


Figura 1 - Distribuição das informações fornecidas pelos laboratórios sobre a determinação da umidade

7.2.2 Cinzas

Dentre os Laboratórios Participantes, 22 determinaram cinzas (Anexo 5 – Informações dos Laboratórios sobre o método usado na determinação de Cinzas). A maioria, independentemente da técnica, peso constante (light gray ash) ou tempo fixo, utilizou temperatura na faixa de 550-600°C. 01 laboratório utilizou analisador termogravimétrico (TGA) e 01 realizou a determinação por espectroscopia no infravermelho próximo com transformada de Fourier (FT-NIR).

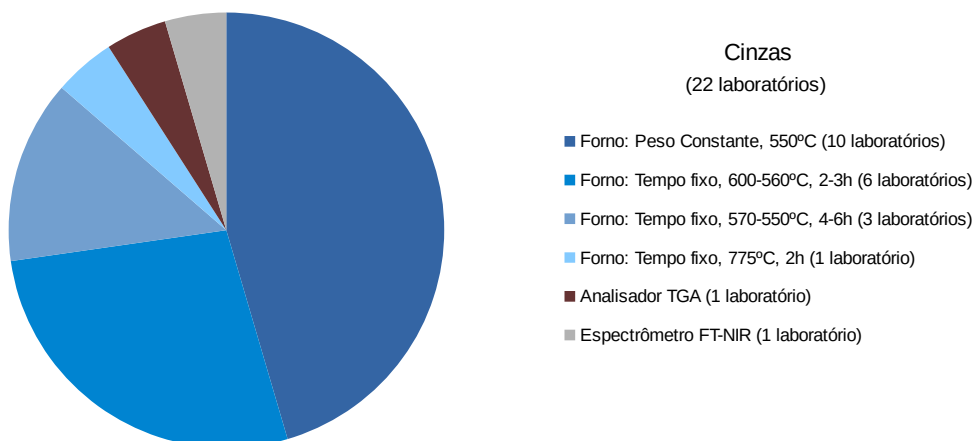


Figura 2 - Distribuição das informações fornecidas pelos laboratórios sobre a determinação de cinzas

7.2.3 Proteínas

Dentre os Laboratórios Participantes, 18 efetuaram a determinação de proteínas (Anexo 6 – Informações dos Laboratórios sobre o método usado na determinação de Proteínas).

Os métodos clássicos calculam o valor percentual de proteínas através da determinação do percentual de nitrogênio e uso de fator de conversão específico. Os laboratórios utilizaram a técnica de determinação de nitrogênio pelo processo de digestão por Kjeldahl, seguido das etapas de destilação e titulação, com exceção de 01 que utilizou espectroscopia no infravermelho próximo com transformada de Fourier (FT-NIR).

O fator de conversão de nitrogênio para proteínas de 6,25 foi informado aos Laboratórios no formulário de “Registro de Resultados”.

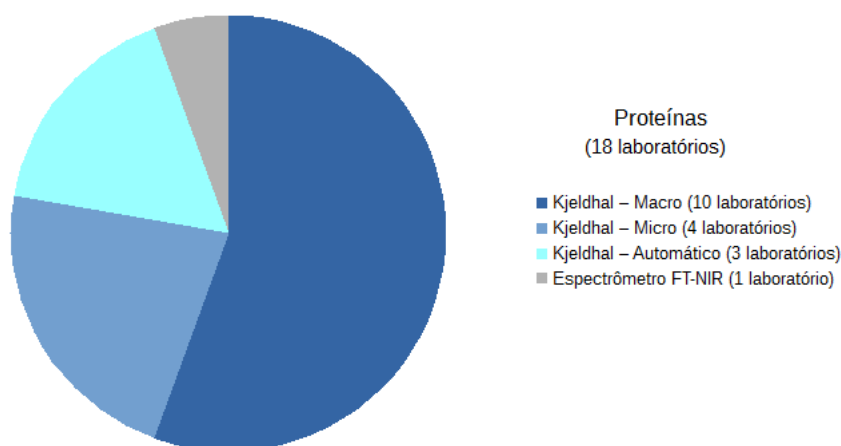


Figura 3 - Distribuição das informações fornecidas pelos laboratórios sobre a determinação de proteínas

7.2.4 Gorduras totais

Dos laboratórios participantes, 21 determinaram gorduras totais (Anexo 7 – Informações dos Laboratórios sobre o método usado na determinação de Gorduras Totais). Os laboratórios realizaram extração direta das gorduras em equipamento extrator, convencional ou automático, especificado como Soxhlet, Soxtec, Ankom, Buchi, Randall ou Goldfish, com exceção de um que utilizou espectroscopia no infravermelho próximo com transformada de Fourier (FT-NIR).

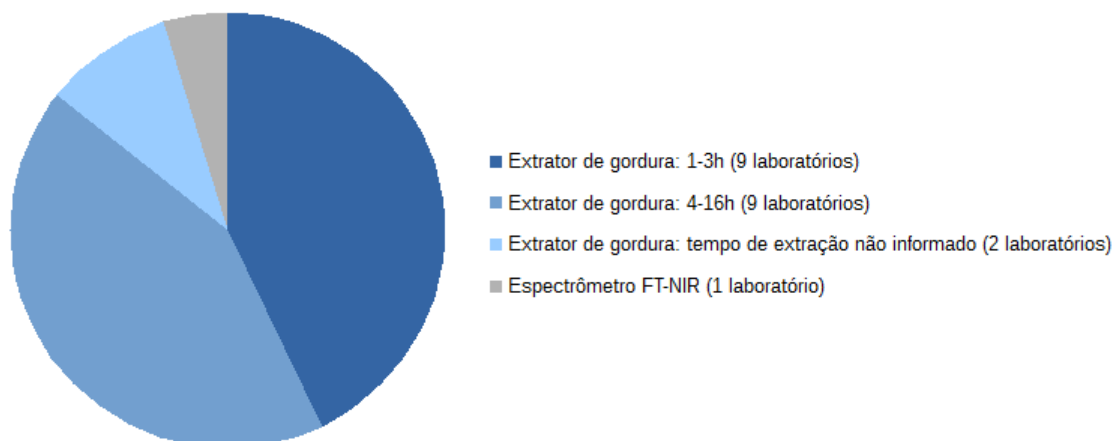


Figura 4 - Distribuição das informações fornecidas pelos laboratórios sobre a determinação de gorduras totais

7.2.5 Fibra bruta

Dentre os Laboratórios Participantes, 10 efetuaram determinação de fibra bruta (Anexo 8 – Informações dos Laboratórios sobre o método usado na determinação de Fibra Bruta). Destes, 09 por método gravimétrico, sendo que 05 realizaram extração de gordura. 01 laboratório utilizou espectroscopia no infravermelho próximo com transformada de Fourier (FT-NIR).

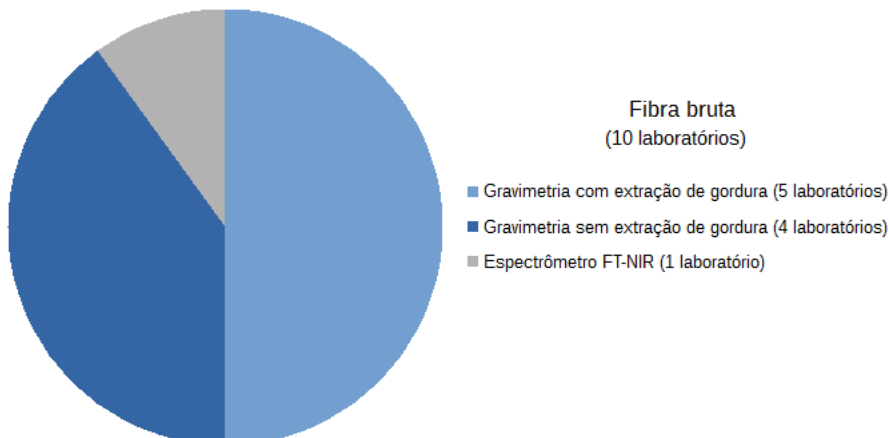


Figura 5 - Distribuição das informações fornecidas pelos laboratórios sobre a determinação de fibra bruta

7.2.6 Solubilidade proteica em KOH 0,2%

Dentre os laboratórios participantes, apenas 05 determinaram solubilidade proteica. Os laboratórios relataram tempos e velocidades de agitação para hidrólise diversos; 100 rpm – 3 min, 500 rpm – 5 min e 1500 rpm – 20 min (Anexo 9 – Informações dos Laboratórios sobre o método usado na determinação da Solubilidade proteica em KOH 0,2%).

7.2.7 Atividade ureática

Dentre os laboratórios participantes, apenas 05 determinaram atividade ureática. Os laboratórios relataram iguais pH das soluções, tempo e temperatura da prova enzimática (Anexo 9 – Informações dos Laboratórios sobre o método usado na determinação da atividade ureática).

8 Resultados e Avaliações de Desempenho dos Laboratórios Participantes

As tabelas 09, 10, 11, 12, 13, 14 e 15 a seguir apresentam os resultados relatados pelos Laboratórios Participantes.

Para o parâmetro cuja média robusta foi definida como Valor Designado, as tabelas apresentam os resultados e as respectivas avaliações de desempenho quanto à exatidão (reprodutividade) através do z-escore ($|z|$), onde:

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

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. O coeficiente de variação (desvio padrão relativo) das replicatas foi calculado para cada laboratório ($\%CV_{Lab}$).

8.1 Umidade

Os resultados relativos à determinação de umidade do item de ensaio desta rodada foram utilizados para a conversão dos parâmetros cinzas, proteínas, gorduras totais e fibra bruta à base seca (b.s.).

A Tabela 9 apresenta os resultados referentes à umidade.

Tabela 9 – Resultados de umidade

Código Lab.	Umidade				Desvio padrão	Resultado g/100g	CV _{Lab} %
	Replicatas g/100g						
1	11,73	11,73	11,78	11,74	0,02	11,75	0,17
2	11,23	11,40	11,36	11,23	0,09	11,30	0,80
3	11,06	11,01	11,08	11,04	0,03	11,05	0,27
4	11,30	11,18	11,50	11,12	0,17	11,22	1,52
5	12,45	12,36	12,42	12,53	0,07	12,44	0,56
6	11,65	11,98	12,15	12,27	0,27	12,01	2,25
7	11,43	11,46	11,57	11,58	0,08	11,51	0,70
8	12,04	12,04	12,12	12,04	0,04	12,06	0,33
9	10,50	10,50	10,50	10,60	0,05	10,52	0,48
10	11,98	12,13	12,03	12,00	0,07	12,04	0,58
11	11,66	11,72	11,76	11,77	0,05	11,73	0,43
12	11,31	11,51	11,48	11,90	0,25	11,54	2,17
13	11,54	11,48	11,53	11,48	0,03	11,51	0,26
14	12,27	12,26	12,27	12,27	0,00	12,27	0,00
15	11,69	11,60	11,70	11,73	0,06	11,68	0,51
16	11,25	11,12	11,16	11,17	0,05	11,18	0,45
17	10,82	10,90	10,88	10,86	0,03	10,86	0,28
18	11,28	11,34	11,36	11,28	0,04	11,31	0,35
19	11,95	12,01	11,89	12,10	0,09	11,99	0,75
20	10,88	10,89	10,88	10,91	0,01	10,90	0,09
21	10,78	10,79	10,95	11,00	0,11	10,88	1,01
22	11,74	11,24	11,01	11,35	0,30	11,34	2,65
23	11,40	11,43	11,61	11,63	0,12	11,52	1,04
24	12,41	12,39	12,34	12,46	0,05	12,40	0,40
25	11,52	11,47	11,47	11,45	0,03	11,48	0,26

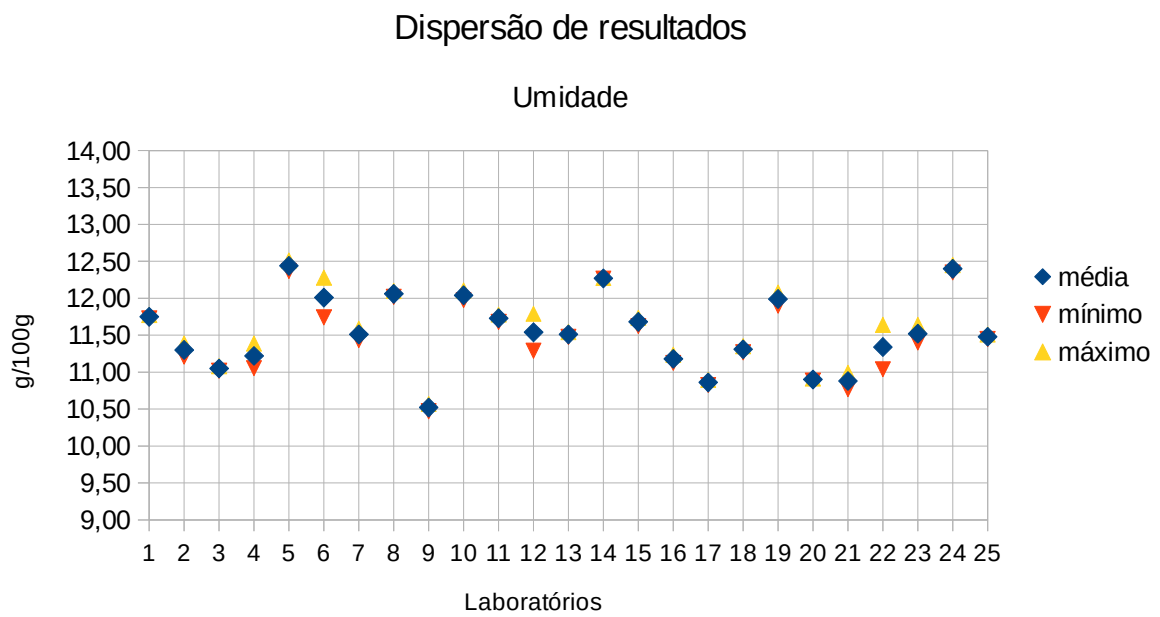
obs.: Coeficiente de variação CV_{Lab} fornece informações sobre o desempenho individual do laboratório quanto à precisão (repetibilidade das vias)

Parâmetros estatísticos – UMIDADE

Valor Informativo (média robusta)	11,54	% (g/100g)
Desvio Padrão Robusto	0,522	% (g/100g)
Número de resultados válidos	25	-
Incerteza Padrão (u)	0,131	% (g/100g)
Coeficiente de variação do grupo (CV_{Grupo})	4,52	%

obs.: não foi fornecido z-escore, uma vez que a estabilidade e a homogeneidade entre os itens de ensaio distribuídos não podem ser garantidas quanto à umidade após as embalagens serem abertas, em especial, devido a diferenças ambientais regionais. A média robusta e demais parâmetros estatísticos devem ser considerados informativos, ficando a avaliação a critério de cada Laboratório.

Gráfico 1 - Dispersão dos resultados de Umidade reportados pelos Laboratórios participantes - correspondente ao coeficiente de variação ($CV_{\text{Grupo}} = 4,52\%$)



8.2 Cinzas

A Tabela 10 apresenta os resultados e os z-escores referentes a cinzas em base seca (b.s.) no item de ensaio da rodada FR25 – farelo de soja, sendo:

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

X = 6,51 g/100g (valor designado - cinzas, b.s.)

s = 0,176 (desvio padrão da rodada - cinzas, b.s.)

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

Tabela 10 – Resultados de cinzas

Código Lab.	Cinzas				Desvio padrão	Resultado g/100g	CV _{Lab} %	Umidade g/100g	Resultado b.s.(x) g/100g	z-escore ($x-X$)/ s
	Replicatas g/100g									
1	5,82	5,84	5,85	5,86	0,02	5,84	0,34	11,75	6,62	0,6
2	5,60	5,63	5,61	5,63	0,02	5,62	0,36	11,30	6,34	-1,0
3	5,67	5,83	5,77	5,67	0,08	5,74	1,39	11,05	6,45	-0,3
4	5,48	5,43	5,46	5,50	0,03	5,47	0,55	11,22	6,16	-2,0
5	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
6	5,82	5,53	5,85	5,68	0,15	5,72	2,62	12,01	6,50	-0,1
7	5,77	5,76	5,80	5,63	0,08	5,74	1,39	11,51	6,49	-0,1
8	5,86	5,91	5,83	5,85	0,03	5,86	0,51	12,06	6,66	0,9
9	5,72	5,60	5,60	5,60	0,06	5,63	1,07	10,52	6,29	-1,3
10	5,97	5,96	6,00	5,92	0,03	5,96	0,50	12,04	6,78	1,5
11	5,55	5,55	5,56	5,58	0,01	5,56	0,18	11,73	6,30	-1,2
12	5,72	5,69	5,58	5,59	0,07	5,65	1,24	11,54	6,39	-0,7
13	5,86	5,81	5,75	5,75	0,05	5,79	0,86	11,51	6,54	0,2
14	5,87	5,85	5,79	5,74	0,06	5,81	1,03	12,27	6,62	0,6
15	5,73	5,72	5,60	5,61	0,07	5,66	1,24	11,68	6,41	-0,6
16	5,80	5,82	5,87	5,85	0,03	5,84	0,51	11,18	6,58	0,4
17	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
18	5,82	6,04	5,82	5,92	0,10	5,90	1,69	11,31	6,65	0,8
19	5,24	5,20	5,19	5,24	0,03	5,22	0,57	11,99	5,93	-3,3
20	5,86	5,82	5,82	5,81	0,02	5,83	0,34	10,90	6,54	0,2
21	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
22	5,80	5,74	5,77	5,89	0,07	5,80	1,21	11,34	6,54	0,2
23	5,70	5,79	5,80	6,02	0,14	5,83	2,40	11,52	6,59	0,5
24	6,03	6,01	6,08	6,04	0,03	6,04	0,50	12,40	6,89	2,2
25	5,91	5,91	5,95	5,88	0,03	5,91	0,51	11,48	6,68	1,0

* não determinou cinzas

obs.: Coeficiente de variação CV_{Lab} fornece informações sobre o desempenho individual do laboratório quanto à precisão (repetibilidade das replicatas)

Parâmetros estatísticos – CINZAS b.s.		
Valor Designado (X)	6,51	% (g/100g)
Desvio Padrão da Rodada (S)	0,176	% (g/100g)
Número de resultados válidos	22	-
Incerteza Padrão (u)	0,047	% (g/100g)
Coeficiente de variação do grupo (CV _{Grupo})	2,70	%
Desempenho do grupo quanto à exatidão		
Resultados satisfatórios ($ z \leq 2$)	91	%
Resultados questionáveis ($2 < z < 3$)	4,5	%
Resultados insatisfatórios ($ z \geq 3$)	4,5	%

O gráfico 2 a seguir apresenta a 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.

Gráfico 2 – Distribuição dos z-escores de Cinzas em base seca (b.s.) obtidos pelos Laboratórios Participantes

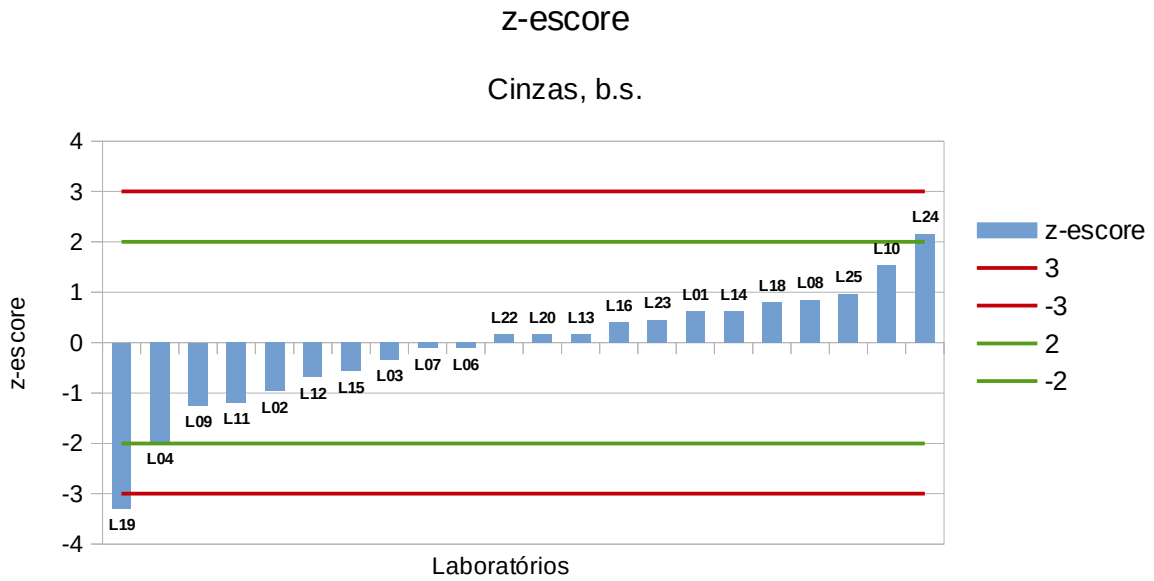
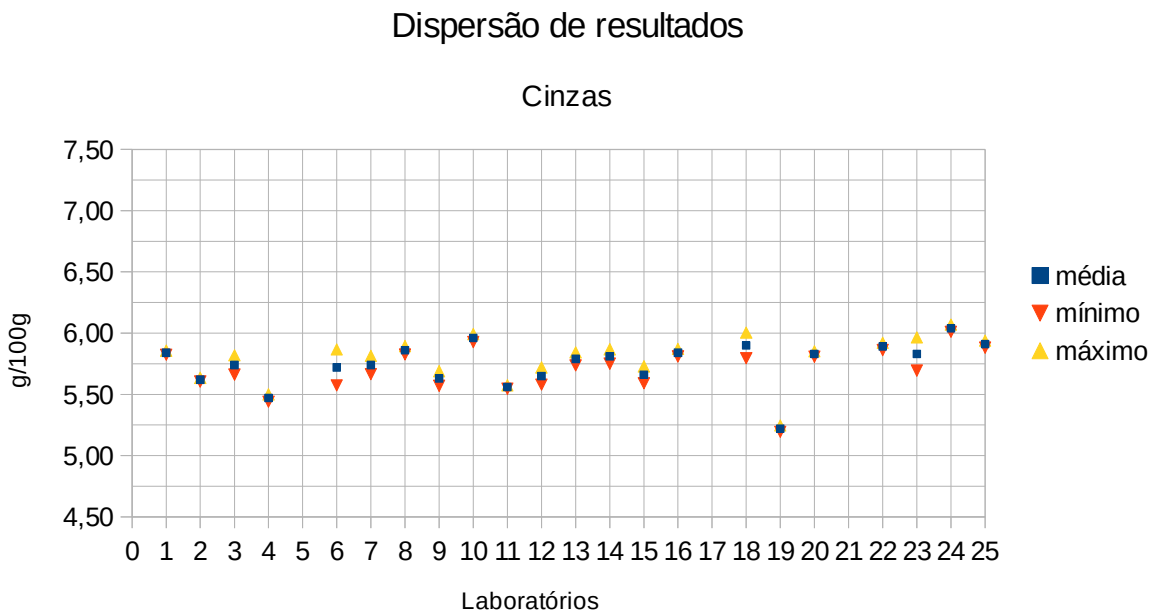


Gráfico 3 - Dispersão dos resultados de Cinzas reportados pelos Laboratórios participantes - correspondente ao coeficiente de variação ($CV_{\text{Grupo}} = 2,70\%$)



8.3 Proteínas

A Tabela 11 apresenta os resultados e z-escores referentes a proteínas em base seca (b.s.) no item de ensaio da rodada FR25 – farelo de soja, sendo:

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

X = 51,16 g/100g (valor designado - proteínas, b.s.)

s = 1,215 (desvio padrão da rodada - proteínas, b.s.)

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

Tabela 11 – Resultados de proteínas

Código Lab.	PROTEÍNAS				Desvio padrão	Resultado g/100g	CV _{Lab} %	Umidade g/100g	Resultado b.s. g/100g	z-escore b.s. (x-X)/s
	Replicatas g/100g									
1	44,62	44,54	44,56	44,59	0,03	44,58	0,07	11,75	50,52	-0,5
2	46,74	43,76	45,97	44,56	1,35	45,26	2,98	11,30	51,03	-0,1
3	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
4	46,07	45,53	45,42	45,46	0,30	45,62	0,66	11,22	51,39	0,2
5	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
6	45,65	45,50	45,93	45,87	0,20	45,74	0,44	12,01	51,98	0,7
7	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
8	46,12	45,42	46,66	45,42	0,60	45,91	1,31	12,06	52,21	0,9
9	44,50	44,00	43,94	43,97	0,27	44,10	0,61	10,52	49,28	-1,5
10	45,58	45,30	45,60	45,77	0,19	45,56	0,42	12,04	51,80	0,5
11	45,92	45,92	45,92	45,93	0,00	45,92	0,00	11,73	52,02	0,7
12	44,30	44,42	44,18	44,03	0,17	44,23	0,38	11,54	50,00	-1,0
13	44,44	44,64	44,58	44,61	0,09	44,57	0,20	11,51	50,37	-0,7
14	45,33	45,45	45,51	45,54	0,09	45,46	0,20	12,27	51,82	0,5
15	46,49	46,20	46,48	46,42	0,14	46,40	0,30	11,68	52,54	1,1
16	44,55	44,62	44,57	44,61	0,03	44,59	0,07	11,18	50,20	-0,8
17	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
18	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
19	45,61	45,68	45,63	45,60	0,04	45,63	0,09	11,99	51,85	0,6
20	42,12	41,92	37,50	41,56	2,20	40,78	5,39	10,90	45,77	-4,4
21	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
22	45,40	45,39	45,42	45,44	0,02	45,41	0,04	11,34	51,22	0,0
23	44,24	44,33	44,41	44,46	0,10	44,36	0,23	11,52	50,14	-0,8
24	46,32	45,93	46,68	46,74	0,37	46,42	0,80	12,40	52,99	1,5
25	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*

* não determinou proteínas

obs.: Coeficiente de variação CV_{Lab} fornece informações sobre o desempenho individual do laboratório quanto à precisão (repetibilidade das replicatas)

Parâmetros estatísticos – PROTEÍNAS b.s.		
Valor Designado (X)	51,16	% (g/100g)
Desvio Padrão da Rodada (S)	1,215	% (g/100g)
Número de resultados válidos	18	-
Incerteza Padrão (u)	0,358	% (g/100g)
Coeficiente de variação do grupo (CV _{Grupo})	2,37	%
Desempenho do grupo quanto à exatidão (z-escore)		
Resultados satisfatórios ($ z < 2$)	94	%
Resultados questionáveis ($2 < z < 3$)	0	%
Resultados insatisfatórios ($ z > 3$)	6	%

O gráfico 4 apresenta a 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.

Gráfico 4 – Distribuição dos z-escores de Proteínas em base seca (b.s.) obtidos pelos Laboratórios Participantes

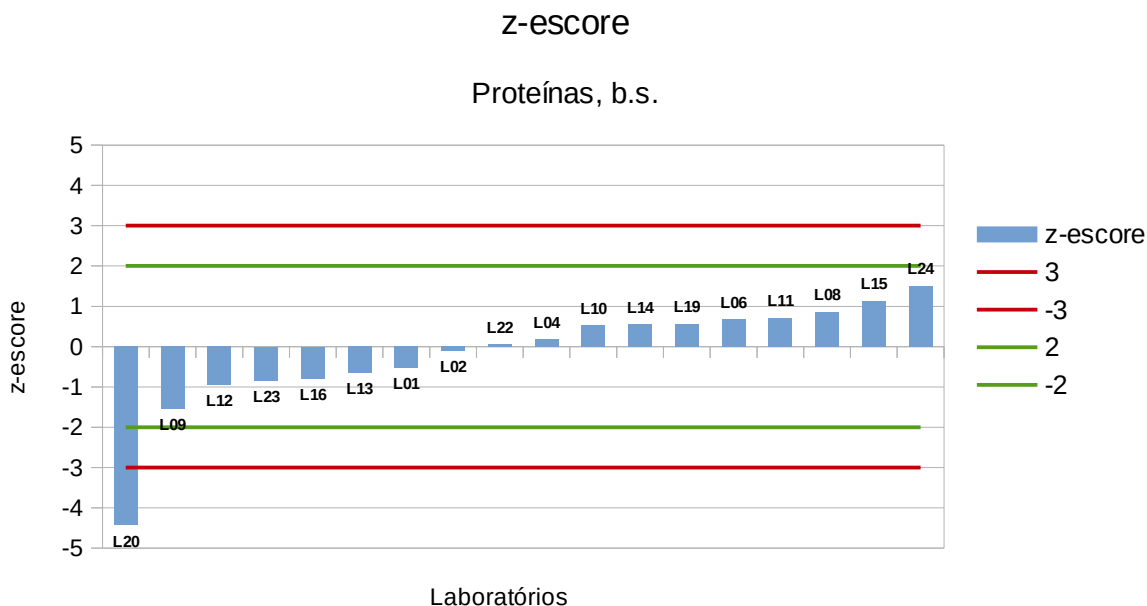
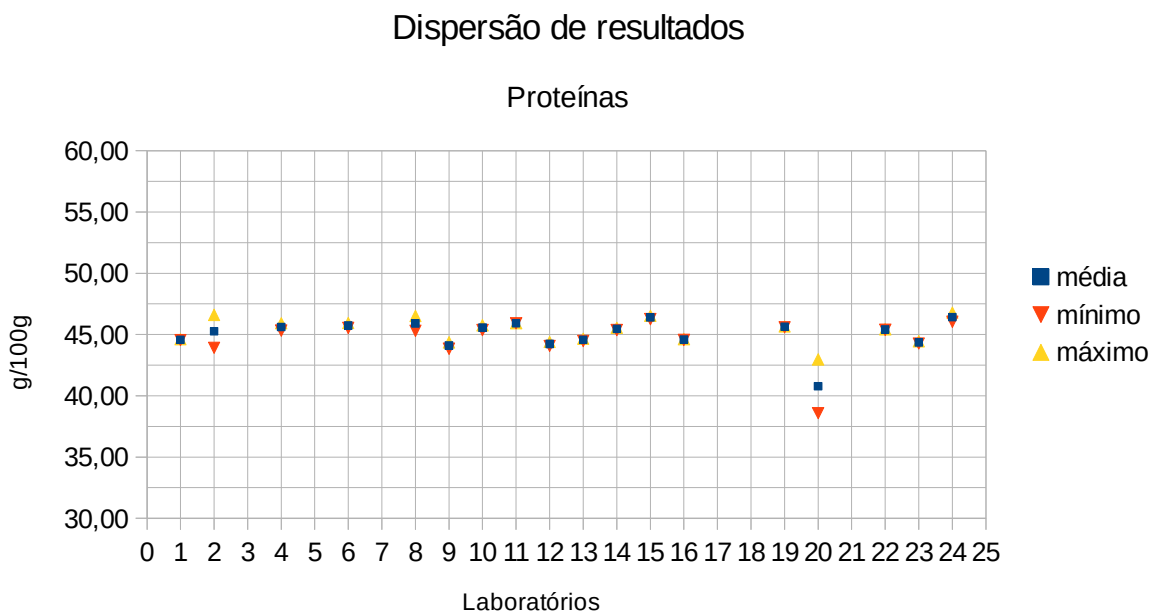


Gráfico 5 - Dispersão dos resultados de Proteínas reportados pelos Laboratórios participantes - correspondente ao coeficiente de variação ($CV_{\text{Grupo}} = 2,37\%$)



8.4 Gorduras totais

A Tabela 12 apresenta os resultados e z-escores referentes a gorduras totais em base seca (b.s.) no item de ensaio da rodada FR25 – farelo de soja, sendo:

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

X = 2,83 g/100g (valor designado – gorduras totais, b.s.)

s = 0,226 (desvio padrão da rodada – gorduras totais, b.s.)

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

Tabela 12 – Resultados de gorduras totais

Código Lab.	GORDURAS TOTAIS				Desvio padrão	Resultado g/100g	CV Lab %	Umidade g/100g	Resultado b.s. g/100g	z-escore b.s. $(x-X)/s$
	Replicatas g/100g									
1	2,57	2,52	2,46	2,42	0,07	2,49	2,81	11,75	2,82	0,0
2	2,51	2,50	2,53	2,43	0,04	2,49	1,61	11,30	2,81	-0,1
3	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
4	2,30	2,29	2,41	2,24	0,07	2,31	3,03	11,22	2,60	-1,0
5	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
6	2,18	2,23	2,10	2,22	0,06	2,18	2,75	12,01	2,48	-1,5
7	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
8	2,24	2,35	2,58	2,61	0,18	2,44	7,38	12,06	2,77	-0,3
9	2,75	2,75	2,72	2,72	0,02	2,74	0,73	10,52	3,06	1,0
10	2,01	2,10	2,05	2,07	0,04	2,06	1,94	12,04	2,34	-2,2
11	2,57	2,58	2,58	2,59	0,01	2,58	0,39	11,73	2,92	0,4
12	1,92	1,92	1,94	1,94	0,01	1,93	0,52	11,54	2,18	-2,9
13	2,29	2,29	2,32	2,30	0,01	2,30	0,43	11,51	2,60	-1,0
14	1,93	1,95	2,08	1,96	0,07	1,98	3,54	12,27	2,26	-2,5
15	2,86	2,79	2,94	2,85	0,06	2,86	2,10	11,68	3,24	1,8
16	2,42	2,32	2,18	2,12	0,14	2,26	6,19	11,18	2,54	-1,3
17	2,95	2,95	2,98	2,96	0,01	2,96	0,34	10,86	3,32	2,2
18	2,43	2,46	2,41	2,37	0,04	2,42	1,65	11,31	2,73	-0,4
19	2,53	2,49	2,60	2,38	0,09	2,50	3,60	11,99	2,84	0,0
20	2,69	4,20	3,11	2,85	0,68	3,21	21,18	10,90	3,60	3,4
21	3,46	3,54	3,39	3,33	0,09	3,43	2,62	10,88	3,85	4,5
22	2,50	2,60	2,49	2,55	0,05	2,54	1,97	11,34	2,86	0,1
23	2,91	2,94	2,99	3,03	0,05	2,97	1,68	11,52	3,36	2,3
24	2,45	2,42	2,45	2,48	0,02	2,45	0,82	12,40	2,80	-0,1
25	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*

* não determinou gorduras totais

obs.: Coeficiente de variação CV_{Lab} fornece informações sobre o desempenho individual do laboratório quanto à precisão (repetibilidade das replicatas)

Parâmetros estatísticos – GORDURAS TOTAIS b.s.		
Valor Designado (X)	2,83	% (g/100g)
Desvio Padrão da Rodada (S)*	0,226	% (g/100g)
Número de resultados válidos	21	-
Incerteza Padrão (u)**	0,110	% (g/100g)
Coeficiente de variação (CV)*	7,99	%
Coeficiente de variação do grupo (CV_{Grupo})**	14,31	%
*pela equação Horwitz **desvio padrão robusto= 0,405		
Desempenho do grupo quanto à exatidão (z-escore)		
Resultados satisfatórios ($ z < 2$)	67	%
Resultados questionáveis ($2 < z < 3$)	24	%
Resultados insatisfatórios ($ z > 3$)	9	%

O gráfico 6 apresenta a 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.

Gráfico 6 – Distribuição dos z-escores de Gorduras totais em base seca (b.s.) obtidos pelos Laboratórios Participantes

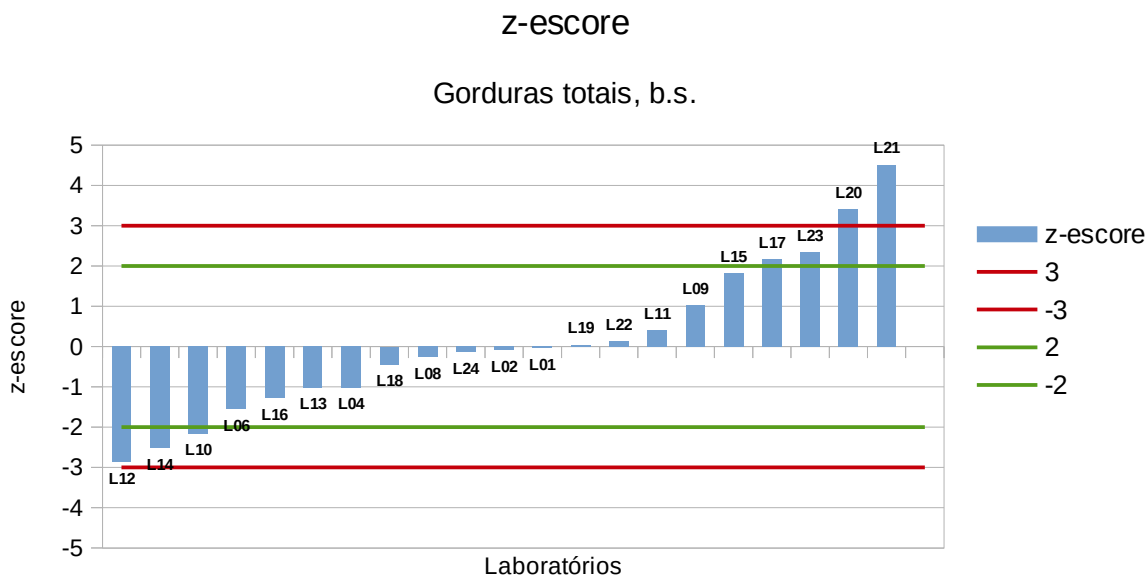
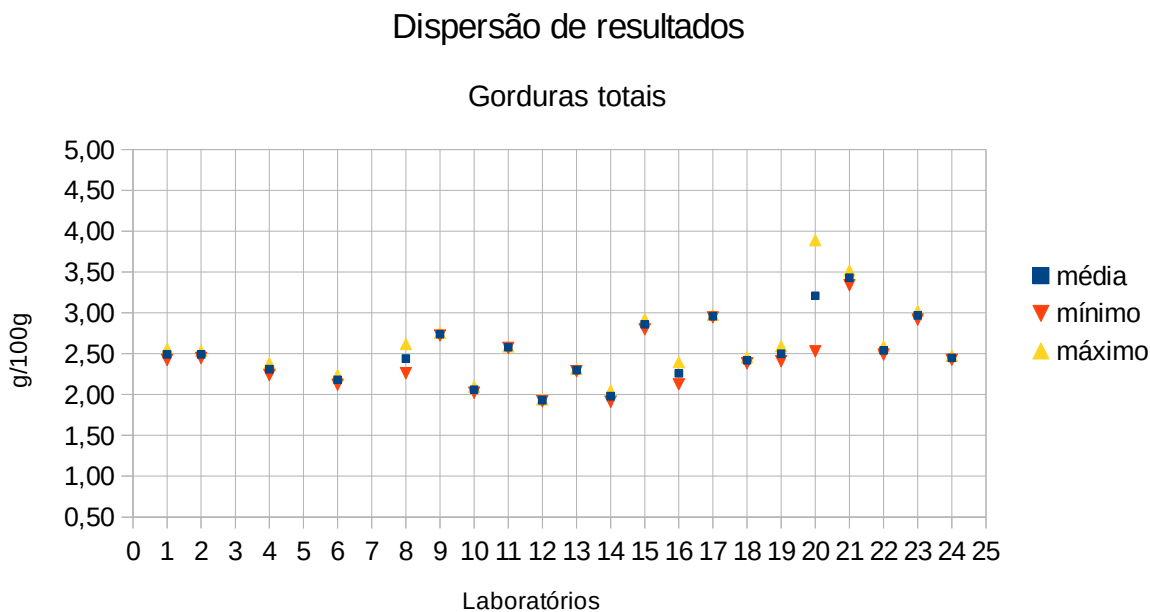


Gráfico 7 - Dispersão dos resultados de Gorduras totais reportados pelos Laboratórios participantes - correspondente ao coeficiente de variação ($CV_{\text{Grupo}} = 14,31\%$)



8.5 Fibra bruta

A Tabela 13 apresenta os resultados e os z-escores referentes à fibra bruta em base seca no item de ensaio da rodada FA23 – farelo de soja, sendo:

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

$X = 4,49$ g/100g (valor designado – fibra bruta, b.s.)

$s = 0,333$ (desvio padrão da rodada – fibra bruta, b.s.)

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

Tabela 13 – Resultados de fibra bruta

Código Lab.	FIBRA BRUTA				Desvio padrão	Resultado g/100g	CV _{Lab} %	Umidade g/100g	Resultado b.s. g/100g	z-escore b.s. $(x-X)/s$
	Replicatas g/100g									
1	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
2	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
3	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
4	3,98	3,87	4,11	3,80	0,14	3,94	3,55	11,22	4,44	-0,2
5	3,60	3,75	3,76	3,38	0,18	3,62	4,97	12,44	4,13	-1,1
6	3,82	3,88	3,85	3,84	0,02	3,85	0,52	12,01	4,38	-0,3
7	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
8	4,14	3,78	4,07	3,89	0,16	3,97	4,03	12,06	4,51	0,1
9	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
10	3,61	3,70	3,59	3,43	0,11	3,58	3,07	12,04	4,07	-1,3
11	4,27	4,27	4,35	4,35	0,05	4,31	1,16	11,73	4,88	1,2
12	5,10	5,01	4,92	4,92	0,09	4,99	1,80	11,54	5,64	3,5
13	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
14	5,09	4,87	4,67	4,68	0,20	4,83	4,14	12,27	5,51	3,1
15	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
16	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
17	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
18	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
19	4,21	3,91	3,70	3,79	0,22	3,90	5,64	11,99	4,43	-0,2
20	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
21	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
22	3,83	3,75	4,06	3,78	0,14	3,86	3,63	11,34	4,35	-0,4
23	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
24	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
25	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*

* não determinou fibra bruta

obs.: Coeficiente de variação CV_{Lab} fornece informações sobre o desempenho individual do laboratório quanto à precisão (repetibilidade das replicatas)

Parâmetros estatísticos – FIBRA BRUTA b.s.		
Valor Designado (X)	4,49	% (g/100g)
Desvio Padrão da Rodada (S)	0,333	% (g/100g)
Número de resultados válidos	10	-
Incerteza Padrão (u)	0,132	% (g/100g)
Coeficiente de variação do grupo (CV_{Grupo})	7,42	%
Desempenho do grupo quanto à exatidão (z-escore)		
Resultados satisfatórios ($ z < 2$)	80	%
Resultados questionáveis ($2 < z < 3$)	0	%
Resultados insatisfatórios ($ z > 3$)	20	%

O gráfico 8 apresenta a 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.

Gráfico 8 – Distribuição dos z-escores de Fibra bruta em base seca (b.s.) obtidos pelos Laboratórios Participantes

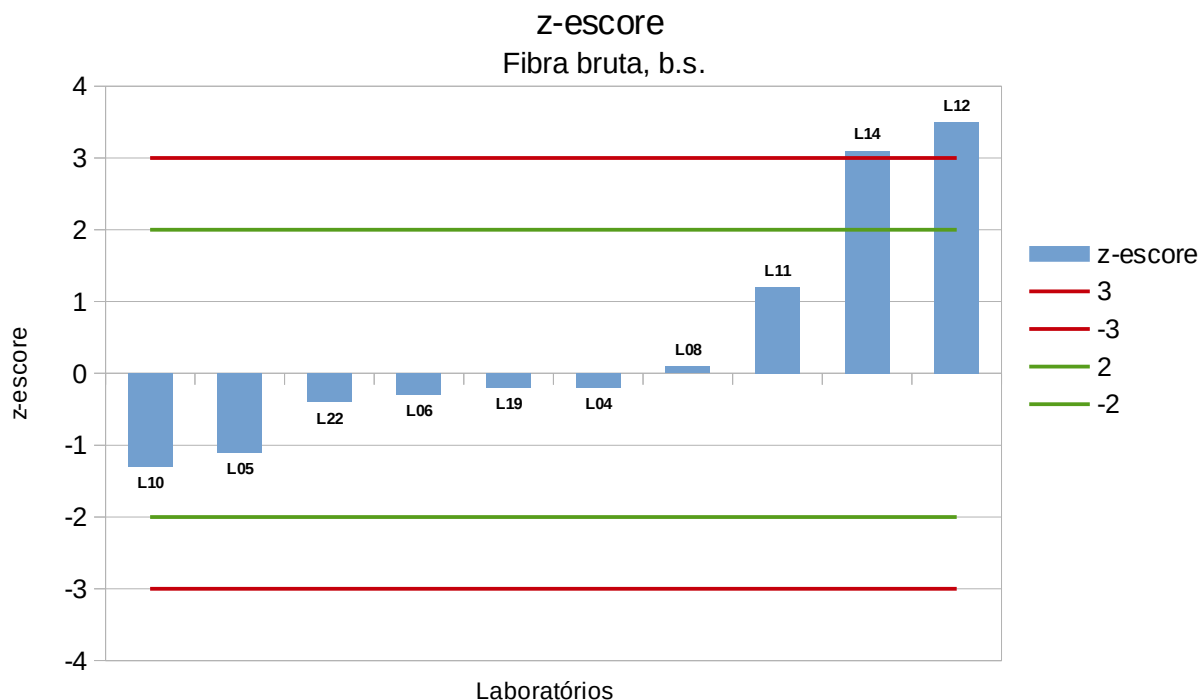
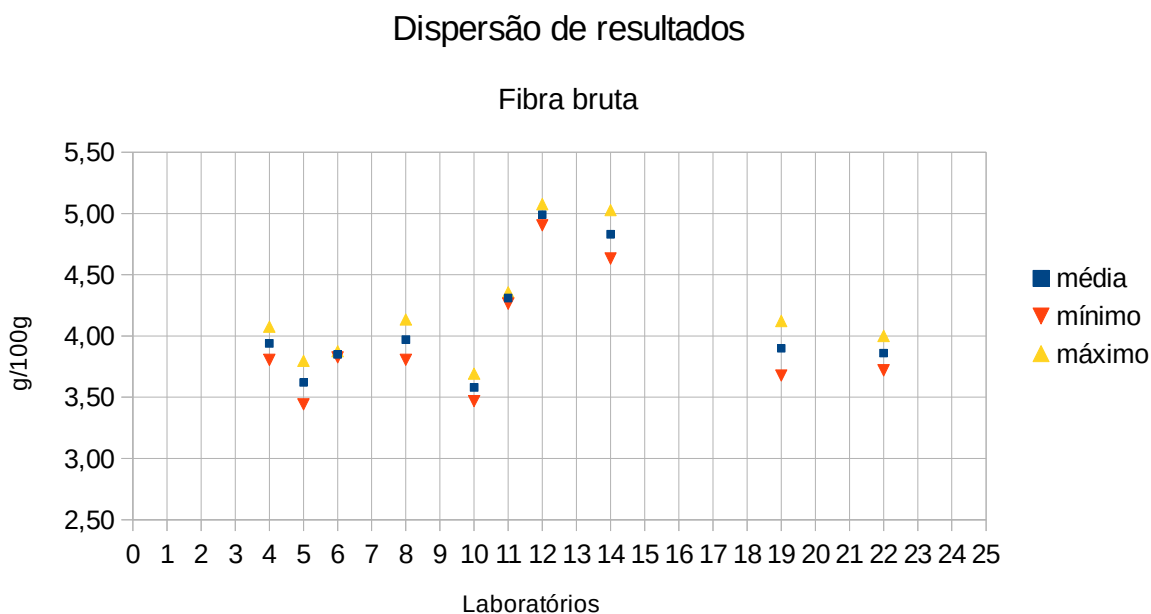


Gráfico 9 - Dispersão dos resultados de Fibra bruta reportados pelos Laboratórios participantes - correspondente ao coeficiente de variação ($CV_{Grupo} = 7,28\%$)



8.6 Solubilidade proteica em KOH 0,2%

A Tabela 14 apresenta os resultados referentes à solubilidade proteica no item de ensaio da rodada FR25 – farelo de soja.

Devido ao número de laboratórios que realizaram a determinação, a média aritmética dos resultados dos participantes (76,11 g/100g) deve ser considerada valor informativo, ficando a critério de cada Laboratório fazer a sua própria avaliação.

Tabela 14 – Resultados de solubilidade proteica em KOH 0,2%

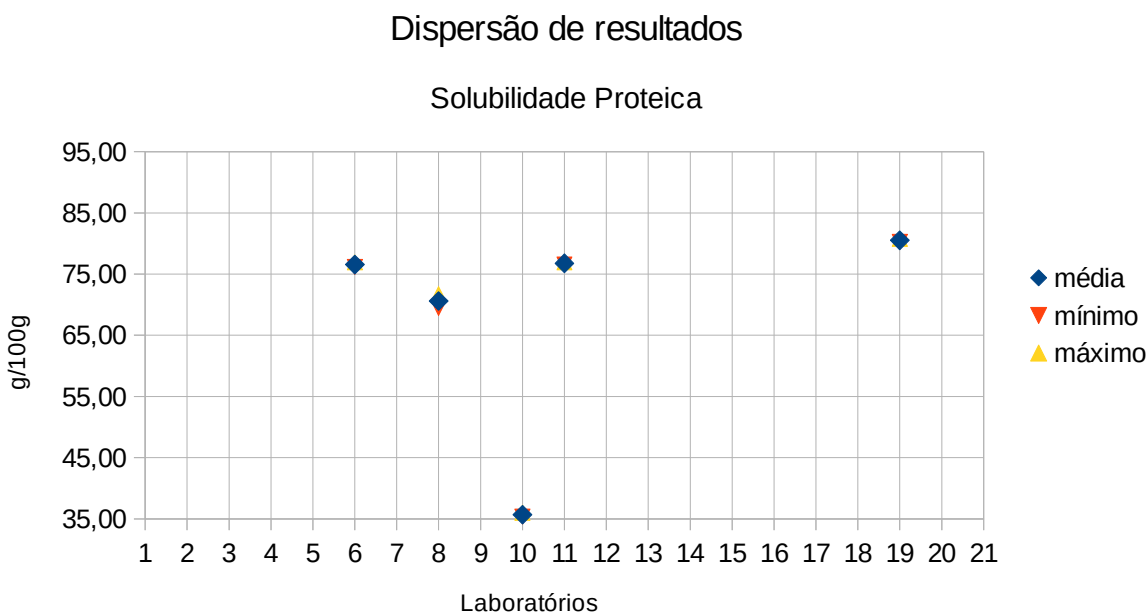
Código Lab.	Solubilidade Proteica				Desvio padrão	Resultado g/100g	CV _{Lab} %
	Replicatas g/100g						
6	76,97	76,18	76,75	76,31	0,37	76,55	0,48
8	72,19	70,32	69,66	70,21	1,10	70,60	1,56
10	35,40	35,48	35,98	35,99	0,32	35,69	0,89
11	76,51	76,76	76,86	76,90	0,18	76,76	0,23
19	80,49	80,18	80,84	80,55	0,27	80,52	0,34

obs.: Coeficiente de variação CV_{Lab} fornece informações sobre o desempenho individual do laboratório quanto à precisão (repetibilidade das replicatas)

Parâmetros estatísticos – Solubilidade Proteica		
Valor Informativo (média aritmética)	76,11	% (g/100g)
Desvio Padrão	4,100	% (g/100g)
Número de resultados considerados	4	-
Incerteza padrão (u)	2,562	% (g/100g)
Coeficiente de variação do grupo (CV _{Grupo})	5,39	%

obs.: não foi fornecido z-escore, devido ao número de laboratórios que realizou a determinação não fornecer respaldo para a aplicação da estatística robusta. A média aritmética e demais parâmetros estatísticos devem ser considerados informativos, ficando a avaliação a critério de cada Laboratório.

Gráfico 10 - Dispersão dos resultados de Solubilidade proteica em KOH 0,2% reportados pelos Laboratórios participantes



8.7 Atividade Ureática

A Tabela 15 apresenta os resultados referentes à solubilidade proteica no item de ensaio da rodada FR25 – farelo de soja.

Devido ao número de laboratórios que realizaram a determinação, a média aritmética dos resultados dos participantes (0,03 g/100g) deve ser considerada valor informativo, ficando a critério de cada Laboratório fazer a sua própria avaliação.

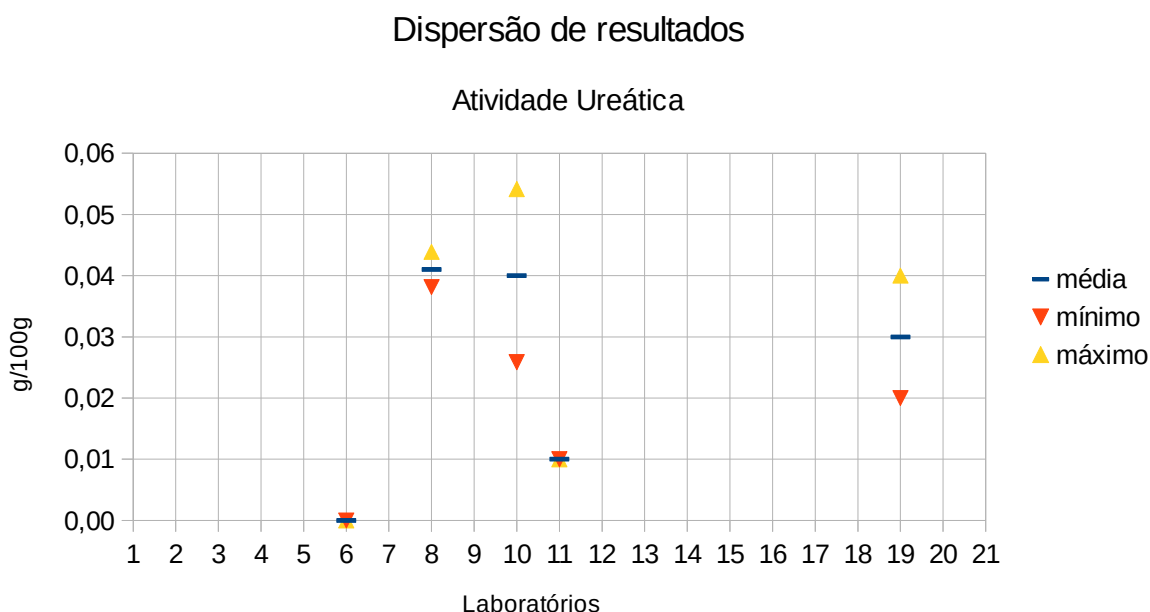
Tabela 15 – Resultados de Atividade ureática

Código Lab.	ATIVIDADE UREÁTICA				Desvio padrão	Resultado
	Replicatas					
6	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
8	0,041	0,038	0,041	0,045	0,00	0,04
10	0,03	0,03	0,04	0,06	0,01	0,04
11	0,01	0,01	0,01	0,01	0,00	0,01
19	0,02	0,02	0,02	0,04	0,01	0,03

Parâmetros estatísticos – Atividade Ureática		
Valor Informativo (média aritmética)	0,03	pH
Desvio Padrão	0,014	pH
Número de resultados considerados	4	-
Incerteza padrão (u)	0,009	pH
Coefficiente de variação do grupo (CV _{Grupo})	46,67	%

obs.: não foi fornecido z-score, devido ao número de laboratórios que realizou a determinação não fornecer respaldo para a aplicação da estatística robusta. A média aritmética e demais parâmetros estatísticos devem ser considerados informativos, ficando a avaliação a critério de cada Laboratório.

Gráfico 11 - Dispersão dos resultados de Atividade ureática reportados pelos Laboratórios participantes



9 Comentários e Recomendações

Conforme apresentado no item 7.2 (Métodos utilizados), os laboratórios utilizaram técnicas de ensaios por via úmida tradicional (gravimetria e volumetria) nas determinações efetuadas, com exceção de dois laboratórios que utilizaram técnicas instrumentais, termogravimetria – TGA (umidade e cinzas) e espectroscopia no infravermelho próximo com transformada de Fourier – FT-NIR (umidade, cinzas, proteínas, gorduras totais e fibra bruta).

Especificamente sobre espectroscopia no infravermelho próximo (NIR), tem-se a técnica aplicada a alimentos, uma vez que os grupos funcionais OH, NH e CH são detectados através de vibrações eletromagnéticas (entre 1900 - 2350 nm) que ocorrem nesta região (780 – 2500 nm). Baseia-se na correlação de valores de referência determinados por métodos químicos clássicos (método primário) com espectros NIR (método secundário) da mesma amostra. Como os espectros gerados são complexos, com sobreposições e combinações das ligações OH, NH e CH, o equipamento deve ser calibrado através de métodos de referência adequados e uma quantidade considerável de amostras, de forma a garantir um banco de dados consistente para o desenvolvimento de modelos robustos e confiáveis referentes a cada matriz e parâmetros de interesse.

Cabe observar que medições primárias que tendem a ter maiores coeficientes de variação, podem exigir um número maior de medidas e controles para o desenvolvimento dos modelos de calibração multivariados.

9.1 Umidade

A determinação da umidade é um dos ensaios mais utilizados em alimentos, pois fornece informações sobre 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 a conversão dos parâmetros cinzas, proteínas, gorduras totais e fibra bruta à base seca. Pode-se observar o coeficiente de variação do Grupo ($CV_{\text{Grupo}} = 4,51\%$) como indicador da consistência dos resultados.

Destacam-se algumas ações 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 avaliação da 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, 22 laboratórios relataram resultados de cinzas. Destes, 20 (91%) obtiveram desempenho satisfatório, 01 (4,5%) questionável e 01 (4,5%) não satisfatório.

Com relação a desempenhos insatisfatórios e questionáveis 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.

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;
- garantir condições ambientais controladas quanto à umidade e à temperatura no local da pesagem;
- verificar as condições do dessecante com relação ao teor de umidade. Recomenda-se a secagem a 130°C, no mínimo duas vezes por semana, para mantê-lo isento de umidade. Importante lembrar que a utilização do cloreto de cálcio como dessecante não é recomendada neste caso;
- 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: peso constante e avaliação visual do aspecto da cinza, que deve estar com cor uniforme, livre de pontos escuros indicativos de material não queimado;
- 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, 18 laboratórios relataram resultados de proteínas. Destes, 17 (94%) obtiveram desempenho satisfatório e 01 (6%) não satisfatório.

Com relação ao desempenho não satisfatório, observa-se resultado menor que o valor designado. O Laboratório utilizou Kjeldahl (macro) que envolve as etapas de digestão da amostra, destilação e titulação da amônia. 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 de nitrogênio total 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 conseqüente 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

Com relação a gorduras, os laboratórios foram orientados a determinar extrato etéreo sem utilizar hidrólise prévia. Um laboratório utilizou espectroscopia no infravermelho próximo.

Dos 21 laboratórios que realizaram esta determinação, 14 (67%) obtiveram resultado satisfatório, 5 (24%) questionável e 2 (9%) não satisfatório.

Sugerem-se as seguintes ações corretivas, preventivas e de melhoria:

- verificar impurezas dos solventes. 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;
- avaliar o tempo de extração e o fluxo de solvente, e verificar se não estão ocorrendo perdas devido a vazamento ou resfriamento insuficiente;
- com relação à espectroscopia no infravermelho próximo, avaliar a capacidade preditiva e robustez dos modelos de calibração.

9.5 Fibra bruta

A determinação de fibra bruta por via gravimetria envolve a quantificação dos carboidratos, principalmente celulose e lignina insolúvel, resistentes à digestão sucessiva com ácido e base, após secagem e desengorduramento da amostra.

Dez laboratórios determinaram fibra bruta, 09 por via gravimétrica com extração da gordura antes da digestão e 01 por espectroscopia no infravermelho próximo. Destes, 08 (80%) obtiveram resultados satisfatórios e 02 não satisfatórios.

Sugerem-se as seguintes ações corretivas, preventivas 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;
- com relação à espectroscopia no infravermelho próximo, avaliar a capacidade preditiva e robustez dos modelos de calibração.

9.6 Solubilidade proteica em KOH 0,2%

A solubilidade proteica avalia a disponibilidade da proteína e dos aminoácidos no farelo de soja tostado. Fornece informações sobre o tratamento térmico empregado para destruição dos fatores antinutricionais quanto a seu efeito na qualidade proteica do produto final.

O método determina o percentual da proteína que é solúvel em solução de KOH 0,2%

- Os principais parâmetros do método a serem controlados são: velocidade de agitação para hidrólise, rotação e tempo de centrifugação.

9.7 Atividade ureática

A análise de atividade ureática tem o objetivo de avaliar o processamento térmico empregado para a destruição dos fatores antinutricionais do farelo de soja.

A determinação da atividade ureática baseia-se na variação de pH que ocorre em função da amônia que é liberada pela ação enzimática da urease ($\text{Uréia} + \text{H}_2\text{O} + \text{urease} = \text{CO}_2 + \text{NH}_3$), correspondendo a diferença de pH dos líquidos sobrenadantes do material preparado em solução tampão de fosfato pH 7,00 (branco) e do material preparado em solução tamponada de ureia pH 7,00.

O pH das soluções, o tempo (30 min) e a temperatura (30°C) da prova enzimática são críticos na precisão da análise, portanto devem ser observados rigorosamente. Recomendam-se os seguintes controles:

- calibração do medidor de pH e medidor de temperatura associado;
- uso de materiais de referência de pH 7,00, 4,00 e 10,00 para ajuste da curva de calibração do equipamento e verificação com material de referência de lote diferente dos utilizados no ajuste da curva de calibração.

9.8 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 Eurachem (13);
- 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 para a verificação da exatidão no mesmo tipo de matriz e concentração;
- a execução do ensaio para a determinação da precisão (repetibilidade/precisão intermediária) no mesmo tipo de matriz e concentração;
- 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) 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
- (2) AOAC International. Official Methods of Analysis of AOAC International. 20 ed. Gaithersburg, MD, USA, 2016.
- (3) 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.
- (4) ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR ISO/IEC 17000. Avaliação de conformidade - Vocabulário e princípios gerais. 2005. 18p.
- (5) ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR ISO/IEC 17025. Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração. 2005. 31p.
- (6) ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR ISO/IEC 17043. Avaliação de conformidade – Requisitos gerais para ensaios de proficiência. 2011. 46p.
- (7) ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR ISO 17034. Requisitos gerais para a competência de produtores de material de referência. 2017. 27p.
- (8) ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT ISO Guia 35. Materiais de referência – Princípios gerais e estatísticos para certificação. 2012. 73p.
- (9) ASSOCIATION OF AMERICAN FEED CONTROL OFFICIALS. AAFCO Method Performance Reports – Regular Check Sample Program 2013-42 *Soya Flour, Pet Food Add-on* - Method Performance Report - All Tests Report (disponível em <http://www.aafco.org/Laboratory/Proficiency-Testing-Program/Method-Performance-Reports>)
- (10) 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>)
- (11) BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução 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) COMPÊNDIO BRASILEIRO DE ALIMENTAÇÃO ANIMAL, São Paulo: Sindirações, 2009
- (13) EURACHEM/CITAC. Guide CG 4 – Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement. Third Edition. UK, 2012. 141p.
- (14) 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>)
- (15) 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)
- (16) 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).
- (17) 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.
- (18) 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.

- (19) 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.
- (20) INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. ISO 13528 - Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons. 2015. 90p.
- (21) 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 bruta

Anexo 9 – Informações dos Laboratórios sobre o método usado na determinação de Solubilidade Proteica em KOH 2% e Atividade ureática

Anexo 10 – Item 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)
FR25 farelo de soja	Umidade	0,180	0,50	0,17	1 g
	Cinzas b.s	0,140	0,39	0,14	1 g

(1) quantidade mínima de amostra por replicata

ANEXO 2**HOMOGENEIDADE – INTER****Umidade****ANOVA - Fator único**

Alfa 0,05

Grupos	Contagem	Soma	Média	Variância
Coluna 1	10	119,64	11,964	0,0052933
Coluna 2	10	119,56	11,956	0,00476

Origem de variações	SS	df	MS	F	Valor p	F crítico
Entre grupos	0,00032	1	0,00032	0,0636605	0,8036598	4,4138734
Dentro dos grupos	0,09048	18	0,0050267			
Total	0,0908	19				

Cinzas em base seca (b.s.)**ANOVA - Fator único**

Alfa 0,05

Grupos	Contagem	Soma	Média	Variância
Coluna 1	10	66,779257	6,6779257	0,0024898
Coluna 2	10	66,682407	6,6682407	0,0016678

Origem de variações	SS	df	MS	F	Valor p	F crítico
Entre grupos	0,0004690001	1	0,000469	0,2256105	0,6405102	4,4138734
Dentro dos grupos	0,0374184841	18	0,0020788			
Total	0,0378874843	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 $\bar{x}_h - \bar{y}_e \leq 0,3.s$
FR25	Cinzas	0,180	0,054	0,008	estável

*estimado pela equação de Horwitz

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	Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz (IAL). Capítulo IV – Determinações e procedimentos gerais. Técnica 012/IV pag.98-99, 4ª edição, 2005		x	Estufa convencional	103±2	Peso constante
2	INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos. IV Ed. Editora MS, 2005. pág. 98.		x	Estufa convencional	105	Peso constante
3	Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos. Vol. 1, 3ª edição (IAL, 1985)		x	Estufa NEVONI NV 1.2	105	Peso constante
4	AOAC Official Method 935.29 – Moisture in Malt	x		Estufa ar forçado	105	Tempo fixo: 4h
5	AOACS Ba 2a-38 92009		x	Estufa ar forçado	130	Tempo fixo: 2h
6	Compêndio da Alimentação Animal 2013	x		Estufa ar forçado	130	Tempo fixo: 3h
7	Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos. 4ª Edição. 2005 Instituto Adolfo Lutz. Método 012/IV. Perda por dessecação (umidade) - Secagem direta em estufa a 105°C	x		Estufa convencional	105	Tempo fixo: 3h
8	Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento, Portaria nº 108 de 04 de setembro de 1991, Método 02.		x	Estufa convencional	105	Tempo fixo: 3h
9	Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos. INSTITUTO ADOLFO LUTZ. 4 ed. Brasília. 2005. p. 98. 012/IV.Perda por dessecação (umidade) - Secagem direta em estufa a 105°C		x	Estufa convencional	105	Peso constante
10	AOAC 945.39		x	Estufa convencional	130	Peso constante
11	MAPA. Portaria nº 108 de 04 de setembro de 1991, Método 02		x	Estufa convencional	105	Tempo fixo: 7h
12	AOAC 20th 2016. 935.29 e 945.15		x	Estufa convencional	105	Peso constante
13	Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos. 4ª Edição. 2005 Instituto Adolfo Lutz. Método 012/IV.		x	Estufa convencional	105	Peso constante
14	MET ALA/SLAV/015 – Determinação da composição química de rações, ingredientes para ração e concentrados por espectroscopia no infravermelho próximo (FT-NIR)		x	Espectroscopia no infravermelho próximo com transformada de Fourier (FT-NIR)	-	-
15	INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos. 4ª Edição. 2005. Tec. 012/IV(Perda por dessecação – umidade – secagem direta estufa 105°C		x	Estufa convencional	105	Peso constante
16	N.A.I. Adolfo Lutz – IV Edição / 2005		x	Ar forçado	105	Tempo fixo: 3h
17	012/IV – Perda por dessecação (umidade) – Secagem direta em estufa a 105°C. Instituto Adolfo Lutz, IV Edição, 2005		x	Estufa convencional	105	Peso constante
18	Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos. 4ª Edição. Instituto Adolfo Lutz, 2005. Técnica 012/IV. Perda por dessecação (umidade) - Secagem direta em estufa a 105°C		x	Estufa convencional	105	Peso constante
19	AOCS-Bc 2-49		x	Estufa convencional	130	Tempo fixo: 2h
20	Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos – IAL 012/IV - Perda por dessecação (umidade) ed. IV, 1ª Ed. Digital, 2008, Pg 98		x	Ar forçado	105	Tempo fixo: 3h
21	IAL – Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos – IV Ed., Brasília, 2005			Estufa convencional	105	Tempo fixo: 3h
22	Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento, Portaria nº 108 de 04/05/1999, Método 02			Estufa convencional	105	Tempo fixo: 6h
23	Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos. Ministério da Saúde. ANVISA 2005. pg 98 4ª ed.		x	Estufa convencional	105	Peso constante
24	AACC International Approved Methods of Analyses. 11 th., Method 45-15-02. Moisture – Air Oven Methods, 1999		x	Ar forçado	130	Tempo Fixo: 1h
25	ASTM D 7582			Analizador TGA		

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	Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz (IAL). Capítulo IV – Determinações e procedimentos gerais. Técnica 018/IV pag. 105-106, 4ª edição, 2005.	550	Peso constante	Forno
2	INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos. IV ed. Editora MS, 2005, pág. 105.	550	Peso constante	Forno
3	Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos, Vol.1, 3ª edição (IAL, 1985)	550	Peso constante	Forno
4	Official Methods of Analysis (2005) 18th ED. AOAC INTERNATIONAL, Gaithersburg, MD, Method 942.05	600	Fixo: 2h	Forno
5				
6	Compêndio Brasileiro de Alimentação Animal 2013	600	Fixo: 3h	Forno
7	Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos - 4ª edição. 2005. Instituto Adolfo Lutz. Método 18/IV Resíduo por Incineração - Cinzas	550	Peso constante	Forno
8	Instituto Adolfo Lutz. Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos. Método 18/IV, 1ª ed digital 2008	560	Fixo: 3h	Forno
9	Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos. INSTITUTO ADOLFO LUTZ 4 ed. 2005. 018/IV Resíduo por Incineração - Cinzas	550	Peso constante	Forno
10	AOAC 945.39.B	600	Fixo: 2h	Forno
11	MAPA. Portaria nº 108 de 04 de setembro de 1991, Método 12	600	Fixo: 3h	Forno
12	IAL – IV ed., 2005 – 024/IV	550	Peso constante	Forno
13	Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos. 4ª Edição. 2005 Instituto Adolfo Lutz. Método 018/IV.	550	Peso constante	Forno
14	MET ALA/SLAV/015 – Determinação da composição química de rações, ingredientes para ração e concentrados por espectroscopia no infravermelho próximo (FT-NIR)	-	-	Espectroscopia no infravermelho próximo com transformada de Fourier (FT-NIR)
15	INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos. 4ª Edição. 2005. Tec. 018/IV (Resíduo por incineração - Cinzas)	550	Peso constante	Forno
16	N.A.I. Adolfo Lutz – IV Edição / 2005	550	Fixo: 4h	Forno
18	Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos. 4ª Edição. 2005 Instituto Adolfo Lutz. 2005. Técnica 018/IV Resíduo por incineração - Cinzas	550	Peso constante	Forno
19	AOCS Ba 5a-49	775	Fixo: 2h	Forno
20	Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos – IAL 018/IV -Resíduo por Incineração – cinzas, 1ª Ed. Digital, 2008, Pg 105	570	Peso constante 6h	Forno
22	Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento, Portaria nº 108 de 04 de setembro de 1999, Método 12	600	Fixo: 3h	Forno
23	Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos. Ministério da Saúde, 2005. ANVISA 2005. pg 105, 4ª ed.	550	Peso constante	Forno
24	Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos. Instituto Adolfo Lutz 4 ed. Brasília: Ministério da Saúde, 2005. Método 018/IV	550	Fixo: 6h	Forno
25	ASTM D 7582-15			TGA

ANEXO 6

Informações dos Laboratórios sobre o método usado na determinação de Proteínas

Lab	Método			Equipamento					Controle	
				KJELDAHL				Outro Equip.		
	Referência do método	Modificado		Tipo	Digestão		Destilação			
Sim		Não	Catalisador		Tempo (h:min)	Recolhido em	Titulado com			
1	Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz (IAL). Capítulo IV – Determinações e procedimentos gerais. Técnica 037/IV pag. 124, 4ª edição, 2005.	x		Macro	Na ₂ SO ₄ / CuSO ₄ .5H ₂ O	03:40	H ₃ BO ₃	HCl	Utiliza branco, testa digestão e destilação	
2	ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS - AOAC Official Methods of Analysis 16ª edição, Arlington: AOAC, 1995 v.1.	x		Micro	CuSO ₄ / Na ₂ SO ₄ / Se	06:30	H ₃ BO ₃	HCl	Utiliza branco	
4	Official Methods 2001.11. Protein (Crude) in Animal Feed, Forage (Plant Tissue), Grain and Oilseeds.	x		Macro	K ₂ SO ₄ / CuSO ₄	04:00	H ₃ BO ₃	H ₂ SO ₄	Utiliza branco, testa digestão e destilação	
6	Compêndio Brasileiro de Alimentação Animal 2013		x	Macro	K ₂ SO ₄ / CuSO ₄	03:00	H ₃ BO ₃	HCl	Utiliza branco, testa digestão e destilação	
8	ISO 1871:2009		x	Macro	CuSO ₄ / K ₂ SO ₄	02:00	H ₃ BO ₃	H ₂ SO ₄	Utiliza branco	
9	Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos. INSTITUTO ADOLFO LUTZ 4ª ed. 2005. p. 124. 037/IV Protídios – Método Kjeldahl modificado	x		Macro	CuSO ₄ .5H ₂ O / Na ₂ SO ₄	16:00	H ₃ BO ₃	H ₂ SO ₄	Utiliza branco	
10	ISO 1871:2009(E)			Macro	K ₂ SO ₄ / CuSO ₄	02:30	H ₃ BO ₃	H ₂ SO ₄	Utiliza branco, testa digestão e destilação	
11	Compêndio Brasileiro de Alimentação Animal, 2013 – Método nº 46		x	Micro	Na ₂ SO ₄ / CuSO ₄ / Na ₂ Se	01:15	H ₃ BO ₃	HCl	Utiliza branco	
12	AOAC 20ª ed. 2016. 928.08, 2001.11 e 991.20			Auto	Tabletes kjeldhal	01:45	H ₃ BO ₃	H ₂ SO ₄	Utiliza branco	
13	Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos. 4ª Edição. Instituto Adolfo Lutz, 2005. página 122.	x		Macro	K ₂ SO ₄ / CuSO ₄ .5H ₂ O (10:1)	03:00	H ₃ BO ₃	H ₂ SO ₄	Utiliza branco, testa digestão e destilação	
14	MET ALA/SLAV/015 – Determinação da composição química de rações, ingredientes para ração e concentrados por espectroscopia no infravermelho próximo com transformada de Fourier (FT-NIR)		x	-	-	-	-	-	X	-
15	INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos. 4ª Edição. 2005. Tec. 037/IV (Protídios – Método de Kjeldahl modificado)	x		Macro	TiO ₂ / CuSO ₄ / K ₂ SO ₄ (1:10:100)	01:30	H ₃ BO ₃	H ₂ SO ₄	Utiliza branco,	
16	N.A.I. Adolfo Lutz – IV Edição / 2005			Micro	Na ₂ SO ₄ / CuSO ₄	04:00	H ₃ BO ₃	HCl	Utiliza branco	
19	ISO 5983-1 – titulação reversa	x		Auto	K ₂ SO ₄ / CuSO ₄	02:00	H ₃ BO ₃	H ₂ SO ₄	Utiliza branco, testa digestão e destilação	
20	Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos – IAL 033/IV Ed. IV, 1ª Ed. Digital, 2008, Pg 118		x	Macro	CuSO ₄ / K ₂ SO ₄ / TiO ₂	06:00	H ₃ BO ₃	NaOH	Testa destilação	
22	Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento, Portaria nº 108 de 04 de setembro de 1999, Método 05			Micro	K ₂ SO ₄ / CuSO ₄		H ₃ BO ₃	H ₂ SO ₄	Utiliza branco,	
23	Boletim de aplicação equipamento Buchi-k370 (método kjeldahl)		x	Auto	K ₂ SO ₄ / CuSO ₄	01:00	H ₃ BO ₃	H ₂ SO ₄	Utiliza branco, padrão glicina	
24	Método Kjeldahl – Boletim de aplicação do Equipamento Buchi Kjelflex K 360		x	Macro	K ₂ SO ₄ / CuSO ₄ (10:1)	02:40	H ₃ BO ₃	HCl	Utiliza branco, testa digestão	

ANEXO 7

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

Lab	Método			Extração			Secagem			Controle
	Referência	Modificado		Extrator	Tempo	Solvente (pureza)	Estufa	T°C	Tempo	
		Sim	Não							
1	Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz (IAL). Capítulo IV – Determinações e procedimentos gerais. Técnica 032/IV pag. 117, 4ª edição, 2005.	x		Soxhlet	2h00min	Éter etílico (99,5)	Convencional	103±2	2h00min	
2	INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos. IV ed. Editora MS, 2005, pág. 117.		x	Soxhlet	7h00min	Éter dietílico (99)	Convencional	105	1h30min	
4	AOAC Authors. Official methods of analysis . Lipids, Fats and Oils Analysis Total Fat Animal Feed – item 16. Association of Analytical Communities, Gaithersburg, MD, 17th edition.	x		Soxhlet	4h00min	Éter de Petróleo PA	Ar forçado	105	1h00min	
6	Portaria nº 108, 04 de setembro de 1991 - MAPA	x		Soxhlet	1h00min	Hexano (98,5)	Ar forçado	105	1h00min	
8	Instituto Adolfo Lutz. Método 32/IV, 1ª edição 2008		x	Soxhlet		Éter de Petróleo (98,5)	Convencional	105	1h00min	
9	Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos. INSTITUTO ADOLFO LUTZ 4 ed. Brasília, 2005, p. 117, 032/IV Lipídios ou extrato etéreo – Extração direta		x	Soxhlet	8h00min	Éter dietílico P.A. (99,5)	Convencional	105	Peso Constante	
10	AOAC 945.39		x	Soxhlet	5h00min	Éter de Petróleo	Convencional	105	Peso Constante	Utiliza branco
11	Compêndio Brasileiro de Alimentação Animal, 2013 – Método nº 14		x	Goldfish	1h40min	Hexano (94,83)	Convencional	130	Fixo: 35min	
12	AOAC 20th ed, 2016 – 920.39		x	Ankon	1h40min	Éter de petróleo	Convencional	105	Fixo: 3h00min	Material referência
13	Ministério da Agricultura. Instrução Normativa no 20 de 21/07/1999. Métodos Analíticos Oficiais Físico-químicos para controle de produtos cárneos e seus ingredientes	x		Randall	2h40min	Éter de Petróleo (ACS)	Convencional	105	Peso Constante	
14	MET ALA/SLAV/015 – Determinação da composição química de rações, ingredientes para ração e concentrados por espectroscopia no infravermelho próximo (FT-NIR)		x	-	-	-	-	-	-	-
15	INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos. 4ª Edição. 2005. Tec. 032/IV (Lipídios ou extrato – extração direta em soxhlet)		x	Soxhlet	8h00min	Éter etílico PA	Convencional	105	Peso Constante	
16	N.A.I. Adolfo Lutz – IV Edição / 2005		x	Soxhlet	2h00min	Éter de Petróleo 30-60 PA	Convencional	90	Fixo; 1h30min	Utiliza branco
17	032/IV–Lipídios ou Extrato Etéreo–Extração direta em Soxhlet. Instituto Adolfo Lutz, IV Edição, 2005	x		TECNAL TE044-8/50		Éter de Petróleo PA	Convencional	105	Peso Constante	
18	Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos 4ª Edição. Instituto Adolfo Lutz, 2005. Técnica 032/IV. Lipídios ou extrato – Extração direta em Soxhlet		x	Soxhlet	16h00min	Éter etílico (PAACS)	Convencional	105	Peso Constante	
19	AOCS Ac 3-44		x	Soxhlet	2h00min	Hexano PA	Convencional	130	Fixo; 1h00min	
20	Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos – IAL 012/IV - Lipídios ou extrato etéreo – Extração direta em Soxhlet. Edição 4, 1ª Ed. Digital, 2008, Pg 117		x	Soxhlet	4h00min	Éter etílico	Ar forçado	105	Fixo: 3h00min	
21	IAL Métodos Físico-químicos para Alimentos -IV ed., Brasília 2005			Soxhlet	6h00min	Éter etílico	Convencional	105	Fixo: 1h00min	
22	Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento, Portaria nº 108 de 04/09/1999, Método 05			Soxhlet	6h00min	Éter de Petróleo	Convencional	105	Fixo: 30min	
23	Boletim de aplicação equipamento Buchi-8811. Método Weibull-Stoldt 01-411-811-pt versão A		x		2h20min	Éter de Petróleo	Convencional	100	Peso constante	Utiliza branco
24	Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos. Instituto Adolfo Lutz 4 ed. Brasília: Ministério da Saúde, 2005. Método 032/IV	x		Soxtec	1h30min	Éter de Petróleo	Ar forçado	105	Peso constante	

ANEXO 8**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									
4	ANKOM TECHNOLOGY. Crude Fiber Analysis in Feeds – Filter bag Technique		x	x		Sim	40 min	Sim	40 min	105	2h	600	2h	
5	AOACS Ba 6a-05 (2009): AOAC 920.86 e AOAC 962.09 (2010), ISO 5498-1981	x		x		Sim	30 min	Sim	30 min	130	4h	600	4h	branco
6	Compêndio Brasileiro de Alimentação Animal 2013	x			x	Sim	30 min	Sim	30 min	105	4h	600	2h	
8	AOAC 978.10 19ed 2012		x			Sim	30 min	Sim	30 min	105	1h	550	1h	
10	AOAC 978.10		x	x		Sim	30 min	Sim	30 min	110	12h	550	2h	branco
11	Compêndio Brasileiro de Alimentação Animal, 2013 – método nº 18				x	Sim	30 min	Sim	30 min	105	6h	600	2h	
12	Portaria 108 (04/09/1991) - MAPA				x	Sim	30 min	Sim	30 min	105	8h	550	3h	
14	MET ALA/SLAV/015 – Determinação da composição química de rações, ingredientes para ração e concentrados por espectroscopia no infravermelho próximo (FT-NIR)		x	-		-	-	-	-	-	-	-	-	
19	ACOCS Ba 6-84		x		x	Sim	30 min	Sim	30 min	130	2h	775	1h	
22	Portaria MAPA no 108 de 04.09.1999 – método 11				x	Sim	30 min	Sim	30 min	105	6h	600	2h	

ANEXO 9**Informações dos Laboratórios sobre o método usado na determinação de Solubilidade Proteica**

Lab	Método			Solução KOH molaridade	Agitação			Controle
	Referência	Modificado			Equipamento	Velocidade	Tempo	
		Sim	Não					
6	Compêndio Brasileiro de Alimentação Animal 2013		x	0,036 M	Agitador magnético		20 min	
8	Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Portaria 108 de 04/09/1991. Método 08		x					
10	Portaria 108 de 04/09/1991 - MAPA, Método 08		x	0,0359 M	Agitador magnético Centrifuga	1500 rpm	20 min 10 min	branco
11	Compêndio Brasileiro de Alimentação Animal, 2013 – método nº 50		x	0,036 M	Agitador magnético	500 rpm	20 min	branco
19	ISO 5983-1 – titulação reversa	x			Agitador magnético	100 rpm	3 min	branco

Informações dos Laboratórios sobre o método usado na determinação de Atividade Ureática

La b	Método			Solução Fosfato	Solução Ureia	Prova enzimática / Banho	
	Referência	Modificado				Tempo	Temperatura
		Sim	Não				
6	Compêndio Brasileiro de Alimentação Animal, 2013		x	pH 7,0 0,05 M	pH 7,0	30 min	30°C
8	Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Portaria 108 de 04/09/1991. Método 20		x	pH 7,0	pH 7,0	20 min	30°C
10	Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Portaria 108 de 04/09/1991. Método 20			PH 6,96 0,05 M	pH 7,0	30 min	30°C
11	Compêndio Brasileiro de Alimentação Animal, 2013 – método nº 02		x	pH 7,0 0,05 M	pH 7,0	30 min	30°C
19	AOCS Ba 9-58		x			30 min	30°C

ANEXO 10

Item de ensaio



FR25 – farelo de soja