

Ensaio de Proficiência em Produtos Sujeitos ao Regime de Vigilância Sanitária (EP/INCQS)

Ensaio de Proficiência para Determinação de Micotoxinas 10ª Rodada – Aflatoxina M1 em Leite em Pó

EP MIC 10/18



Ministério da Saúde

FIOCRUZ
Fundação Oswaldo Cruz



INCQS



**Ensaio de Proficiência para Determinação de Micotoxinas 10ª Rodada
Aflatoxina M1 em Leite em Pó**

RELATÓRIO FINAL

ORGANIZAÇÃO E COORDENAÇÃO



Fundação Oswaldo Cruz - Fiocruz

Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde - INCQS

Avenida Brasil, 4365 – Manguinhos

Rio de Janeiro - RJ – Brasil - Cx. Postal 926 - CEP: 21040-900

COMISSÃO ORGANIZADORA DA RODADA

- COMISSÃO DO PROGRAMA DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA

Armi Wanderley da Nóbrega – Coordenador Geral

Marcus Henrique Campino de la Cruz – Coordenador Técnico

Maria Helena Wohlers Morelli Cardoso – Coordenadora da Qualidade

- COMITÊ TÉCNICO

André Victor Sartori

Maria Heloisa Paulino de Moraes

Rosana Pereira dos Santos

Autorizada a emissão – Armi W. da Nóbrega
(Coordenador Geral)

SUMÁRIO

1. Introdução	3
2. Objetivos	4
3. Produção dos Itens de Ensaio	4
3.1. Escolha da Matriz	4
3.2. Preparo dos Itens de Ensaio, Faixa de Concentração Esperada e a Homogeneidade	4
3.3. Estabilidade dos Itens de Ensaio	4
3.4. Armazenamento e Envio dos Itens de Ensaio	5
3.5. Recebimento dos Itens de Ensaio	5
4. Análise dos Resultados	5
4.1. Resultados das Medições dos Laboratórios	5
4.2. Estabelecimento dos Valores de Referência	5
4.3. Análise Estatística	6
4.3.1. Avaliação da Estabilidade dos Itens de Ensaio	6
4.3.2. Índice z	7
5. Resultados da Avaliação da Estabilidade dos Itens de Ensaio	7
6. Atribuição dos Valores de Referência	8
7. Avaliação do Desempenho dos Laboratórios Participantes	8
7.1. Laboratórios Participantes	8
7.2. Resultados dos Laboratórios Participantes	9
7.3. Considerações Sobre as Metodologias de Análise	9
7.3.1. Método e Informações Sobre a Metodologia	9
7.3.2. Recuperação, Limite de Detecção e Limite de Quantificação	9
7.3.3. Incerteza	9
7.4. Cálculo do Índice z	12
8. Conclusões	16
9. Confidencialidade	16
10. Referências Bibliográficas	17
11. Laboratórios Participantes	17

1. Introdução

Ensaio de proficiência (EP) é o uso de comparações interlaboratoriais com o objetivo de avaliar a habilidade de um laboratório realizar um determinado ensaio ou medição de modo competente e demonstrar a confiabilidade dos resultados gerados. Em um contexto geral, o ensaio de proficiência propicia aos laboratórios participantes: avaliação do desempenho e monitoração contínua; evidência de obtenção de resultados confiáveis; identificação de problemas relacionados com a sistemática de ensaios; possibilidade de tomada de ações corretivas e/ou preventivas; avaliação da eficiência de controles internos; determinação das características de desempenho e validação de métodos e tecnologias; padronização das atividades frente ao mercado e reconhecimento de resultados de ensaios, em nível nacional e internacional.

Com a crescente demanda por provas regulares e independentes de competência pelos organismos reguladores e clientes, o ensaio de proficiência é relevante para todos os laboratórios que testam a qualidade de produtos. Além do baixo número de provedores de ensaios de proficiência na área de alimentos, os custos cobrados para a participação nestes ensaios principalmente de provedores internacionais, são normalmente muito elevados, o que inviabiliza, em muitos casos, a participação de um laboratório em um número maior de ensaios.

A presença de micotoxinas em alimentos tem sido correlacionada a várias patologias humanas, e as autoridades de saúde no mundo todo tem implementado ações para diminuir a ingestão dessas substâncias pela dieta.

AFM1 é um metabólito tóxico formado como produto da biotransformação da aflatoxina B1 em mamíferos, podendo ser encontrado como contaminante em leite. Devido à toxicidade, alto potencial de contaminação e consumo, principalmente por crianças, a presença de AFM1 em leite tem sido regulamentada em diversos países. No Brasil, o limite aceitável de AFM1 em leite em pó foi fixado em 5 $\mu\text{g.kg}^{-1}$. Esse fato reflete a importância da utilização de metodologias analíticas confiáveis para determinação de AFM1 em leite para assegurar a qualidade das medições.

As investigações sobre a incidência de micotoxinas em alimentos são de suma importância para que esforços possam ser concentrados na prevenção e no controle da contaminação dos produtos susceptíveis a esse tipo de contaminação.

Assim, a realização de programas de ensaio de proficiência no Brasil é fundamental para o aumento da confiabilidade dos resultados das medições aqui realizadas, trazendo maior confiança aos resultados emitidos, facilitando o comércio internacional e prevenindo barreiras técnicas.

Este relatório tem como objetivo apresentar os resultados da avaliação de desempenho dos laboratórios participantes no Ensaio de Proficiência para Determinação de Micotoxinas em Alimentos, 10ª Rodada – Aflatoxina M1 em Leite em Pó, seguindo as diretrizes da [ABNT NBR ISO/IEC 17043](#).

2. Objetivos

O objetivo deste Ensaio de Proficiência é fornecer aos laboratórios participantes uma ferramenta efetiva para verificar a sua competência nos ensaios de rotina. Portanto:

- A aflatoxina M1 deverá ser identificada e quantificada pelos laboratórios participantes nas amostras de leite em pó recebidas empregando a metodologia analítica utilizada em sua rotina;
- A partir daqueles resultados, o desempenho dos laboratórios participantes para o ensaio proposto será avaliado;
- Subsídios serão, então, fornecidos aos laboratórios para a identificação e solução de problemas.

3. Produção dos Itens de Ensaio

Os procedimentos de preparo dos itens de ensaio e as análises foram realizados no Departamento de Química / Laboratório de Alimentos / Setor de Resíduos e Contaminantes - Laboratório de Resíduos de Micotoxinas do INCQS/FIOCRUZ. A metodologia analítica empregada segue os requisitos da norma [ABNT NBR ISO/IEC 17025](#).

3.1. Escolha da Matriz

O leite é um produto de grande importância na balança comercial do país e consumido em larga escala pelos brasileiros, o que torna a escolha relevante no que se refere à vigilância sanitária. Portanto, a sua inocuidade é de suma importância para que estes não venham a causar prejuízos às exportações e riscos à saúde do consumidor.

3.2. Preparo dos Itens de Ensaio, Faixa de Concentração Esperada e a Homogeneidade

O preparo dos itens de ensaio, a faixa de concentração esperada e a avaliação da Homogeneidade estão descritos no relatório da [5ª Rodada – Aflatoxina M1 em Leite em Pó – EP MIC 05/13](#).

3.3. Estabilidade dos Itens de Ensaio

Estudos de estabilidade de curta e de longa duração foram realizados para os itens da 5ª Rodada. O estudo de curta duração foi conduzido no modelo isócrono na temperatura de 40°C ([Lamberty, Schimmel e Pauwels, 1997](#)), enquanto o estudo de longa duração foi realizado seguindo o modelo misto (clássico e isócrono), na temperatura de armazenamento (4°C). Os itens mostraram-se estáveis nas condições de armazenamento e de transporte. Mais informações podem ser obtidas no relatório da [5ª Rodada – Aflatoxina M1 em Leite em Pó – EP MIC 05/13](#).

Para esta rodada, os itens preparados em 2013 foram avaliados quanto a sua estabilidade em dois momentos distintos: Um logo antes do início do Ensaio de Proficiência e outro uma semana após o envio dos resultados por parte dos laboratórios participantes.

A abordagem utilizada para avaliar a estabilidade dos itens foi a descrita por *Thomas Lisinger* na *Application Note 1* da *European Reference Materials* (2010). Os resultados obtidos estão apresentados no item [5](#) deste relatório.

3.4. Armazenamento e Envio dos Itens de Ensaio

Os itens de ensaio foram armazenados em *freezer* (temperatura menor que -15°C) até o momento em que foram enviados aos laboratórios participantes.

Para cada laboratório inscrito na 10ª Rodada do Ensaio de Proficiência para Determinação de Micotoxinas em Alimentos – Aflatoxina M1 em Leite em Pó, foram enviados 2 (dois) itens de ensaio.

Os saches foram devidamente identificados com as seguintes informações: o número da rodada, número do lote, o item a ser ensaiado e o código da amostra; foram enviados aos laboratórios por correio, acondicionados em envelopes de papel revestidos com plástico bolha.

Os laboratórios receberam as informações necessárias para realizar o armazenamento adequado dos itens de ensaio, através do formulário de “**Instruções para Armazenamento e Preparo dos Itens de Ensaio**”, disponibilizado no site do INCQS/EP.

3.5. Recebimento dos Itens de Ensaio

Ao receber os itens de ensaio, os laboratórios foram instruídos a inspecioná-los quanto a integridade da embalagem e das amostras. As informações foram registradas no “**Formulário de Recebimento de Item de Ensaio**”.

4. Análise dos Resultados

4.1. Resultados das Medições dos Laboratórios

Os laboratórios participantes foram orientados a realizar a quantificação da aflatoxina nos itens de ensaio segundo a sua metodologia de trabalho. Além dos resultados analíticos, expressos em **ng.g⁻¹**, os laboratórios participantes também deveriam informar a recuperação (%), os limites de detecção e quantificação e a incerteza, referentes ao método empregado.

As informações foram apresentadas no “**Formulário de Registro de Resultados**”. As informações sobre as técnicas e os equipamentos utilizados nos ensaios também foram registradas.

4.2. Estabelecimento dos Valores de Referência

Como foi reutilizado um material previamente avaliado em outro Ensaio de Proficiência, o valor de referência foi o mesmo obtido no EP MIC 05/13.

4.3. Análise Estatística

Neste tópico estão descritas as análises estatísticas utilizadas para a avaliação da estabilidade dos Itens de Ensaio e para a avaliação do desempenho dos laboratórios participantes.

4.3.1. Avaliação da Estabilidade dos Itens de Ensaio

O documento da [European Reference Materials \(ERM\)](#) descreve uma possibilidade de comparação de um resultado obtido em uma dada medição ao valor de um MRC. Objetivamente, é fornecido um critério matemático para a tomada de decisão da “concordância” entre os valores.

O princípio baseia-se na comparação entre a diferença dos valores obtidos levando em consideração as incertezas associadas à medição e ao MRC. Em outras palavras, considera-se uma boa concordância quando esta diferença de resultados é menor que a soma das incertezas expandidas, a saber:

$$\Delta_m \leq U_\Delta \quad (1)$$

Onde:

Δ_m = Valor absoluto da diferença entre o valor medido médio e o valor certificado

U_Δ = Incerteza expandida do resultado da medição e do valor certificado

Sendo:

$$\Delta_m = |C_m - C_{MRC}| \quad (2)$$

$$U_\Delta = 2 \times u_\Delta = 2 \times \sqrt{u_m^2 + u_{MRC}^2} \quad (3)$$

Onde:

C_m = Valor medido médio

u_m^2 = incerteza do resultado da medição

C_{MRC} = Valor certificado

u_{MRC}^2 = incerteza do valor certificado

Os itens de ensaio foram armazenados na temperatura de referência desde o fim do EP realizado em 2013 assim, algumas considerações serão feitas a respeito destes itens de ensaio e do Ensaio de Proficiência em que ele foi utilizado.

O item de ensaio foi avaliado quanto a sua homogeneidade, utilizando o procedimento descrito na [ISO 13528](#). A estabilidade de curta e de longa foi avaliada de acordo com abordagem da [ABNT ISO Guia 35](#), sendo os itens de ensaios considerados suficientemente homogêneos e estáveis para o propósito do referido EP.

O valor designado foi obtido utilizando-se a abordagem do algoritmo A (análise robusta) a partir dos resultados dos laboratórios participantes. A incerteza associada a este valor também foi obtida. Ambos os cálculos e conceitos estão descritos na [ISO 13528](#).

Assim, considerou-se, para fins de comparação e verificação da estabilidade do item de ensaio ao longo deste tempo, que o **valor designado é o “valor de referência do MRC” (C_{MRC}) e que a incerteza obtida é a “incerteza combinada do MRC” (u_{MRC})¹**. Como a

¹ ESTE ITEM DE ENSAIO NÃO É UM MRC. A CONSIDERAÇÃO FOI FEITA PARA FINS DE COMPREENSÃO.

incerteza foi obtida a partir dos resultados dos participantes (condições de reprodutibilidade) não foram consideradas as incertezas obtidas na avaliação da homogeneidade e das estabilidades.

Três itens de ensaio, foram analisados em duplicata verdadeira e em três dias diferentes com curvas analíticas diferentes.

O valor médio da medição (C_m) foi obtido das médias de todos os resultados e a incerteza padrão² foi determinada (u_m).

4.3.2. Índice z

Para a qualificação dos resultados dos laboratórios, o índice z (z-score, medida da distância relativa do resultado da medição do laboratório em relação ao valor designado do ensaio de proficiência) foi calculado de acordo com a Equação 4.

$$z = \frac{x_i - x^*}{\sigma_H} \quad (4)$$

Onde x_i representa o valor do laboratório participante, x^* representa o valor de referência e σ_H o desvio padrão de Horwitz.

A interpretação do valor do **índice z** está descrita abaixo:

$|z| \leq 2$ - Resultado satisfatório

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

$|z| \geq 3$ - Resultado insatisfatório

5. Resultados da Avaliação da Estabilidade dos Itens de Ensaio

Como descrito em 4.3.1, foram avaliados 3 itens de ensaio, em duplicata verdadeira, perfazendo um total de 6 resultados em dois momentos distintos. Um antes do início do EP e outro após o envio dos resultados por parte dos laboratórios participantes.

Os resultados destas análises em duplicata estão demonstrados na [Tabela 1](#).

Tabela 1: Dados gerados na avaliação da estabilidade, em ng.g⁻¹.

	Antes EP		Após Resultados	
	Duplicata A	Duplicata B	Duplicata A	Duplicata B
Item 1	0,42764	0,46479	0,39509	0,41198
Item 2	0,33250	0,36730	0,34177	0,43065
Item 3	0,46164	0,46528	0,42450	0,56909
Média ± u	0,420 ± 0,023		0,429 ± 0,031	

Do relatório do Ensaio de Proficiência 5ª rodada³ temos (todos os valores em ng.g⁻¹):

$$C_{MRC} = 0,465 \quad u_{MRC} = 0,028$$

² Desvio padrão dividido por raiz de n.

³ Relatório EP MIC 05/13

Para as análises realizadas antes do EP, temos:

$$\Delta_m |C_m - C_{MRC}| = |0,420 - 0,465| = 0,04481$$

$$U_\Delta = 2 \times u_\Delta = 2 \times \sqrt{u_m^2 + u_{MRC}^2} = 2 \times \sqrt{0,023^2 + 0,028^2} = 2 \times \sqrt{0,000543 + 0,000804} = 2 \times 0,03670 = 0,07340$$

Para as análises realizadas após o envio dos resultados, temos:

$$\Delta_m |C_m - C_{MRC}| = |0,429 - 0,465| = 0,03582$$

$$U_\Delta = 2 \times u_\Delta = 2 \times \sqrt{u_m^2 + u_{MRC}^2} = 2 \times \sqrt{0,031^2 + 0,028^2} = 2 \times \sqrt{0,000957 + 0,000804} = 2 \times 0,041962 = 0,08392$$

O critério $\Delta_m \leq U_\Delta$ foi obtido em ambos os momentos e os itens de ensaio podem ser considerados estáveis.

6. Atribuição dos Valores de Referência

O valor de referência relativo à aflatoxina M1 deste ensaio de proficiência foi calculado segundo procedimento descrito na [ISO 13528](#) e está descrito em detalhes no relatório da [5ª Rodada – Aflatoxina M1 em Leite em Pó – EP MIC 05/13](#). O valor de referência, a incerteza combinada (u_c), o fator de abrangência (k) e a incerteza expandida (U) e seu respectivo desvio padrão estão transcritos na [Tabela 2](#).

Tabela 2: Valores de referência, incertezas e desvios padrão, em ng.g^{-1} .

Aflatoxina	Valor de Referência	u_c (VR)	k	U (VR)	Desvio Padrão (σ_H)
M1	0,465	0,028	2,25	0,064	0,102

Como a incerteza combinada do valor de referência foi menor que $0,3\sigma_H$, segundo a norma [ISO 13528](#), esta pode ser negligenciada.

7. Avaliação do Desempenho dos Laboratórios Participantes

7.1. Laboratórios Participantes

Seis laboratórios se inscreveram na *10ª Rodada do Programa de Ensaio de Proficiência para a Determinação de Micotoxinas em Alimentos – Aflatoxina M1 em leite em Pó*, e somente 3 (três) enviaram os resultados.

Dos laboratórios participantes dois (66,7%) são acreditados na norma [ABNT NBR ISO/IEC 17025](#) para a análise de aflatoxina M1. Todos os 3 participantes utilizaram metodologias analítica validadas para a análise em questão. A [Tabela 6](#) apresenta a listagem dos Laboratórios participantes.

7.2. Resultados dos Laboratórios Participantes

Os dados reportados pelos laboratórios participantes foram tratados de acordo com os procedimentos descritos na [ABNT NBR ISO/IEC 17043](#). As Tabelas 3 e 4 apresentam a técnica de análise e a massa de amostra utilizada pelos laboratórios, os resultados dos laboratórios para a análise de aflatoxina M1, os limites de detecção e quantificação, a recuperação e incertezas.

O gráfico da dispersão dos resultados dos laboratórios para a Aflatoxina deste EP encontra-se na [Figura 1](#). No gráfico a linha central representa o valor de referência e as linhas pontilhadas em azul a incerteza expandida do valor de referência.

7.3. Considerações Sobre as Metodologias de Análise

Nesta rodada de EP os laboratórios foram orientados a reportarem também alguns parâmetros relativos à validação do método empregado. Assim, pela análise do sumário dos resultados (Tabelas 3 e 4) podemos considerar o seguinte:

7.3.1. Método e Informações Sobre a Metodologia

Dos três laboratórios participantes, dois (66,7%) são acreditados na norma [ABNT NBR ISO/IEC 17025](#) para a determinação de micotoxina M1 em leite em pó e todos relataram ter a metodologia validada.

A cromatografia em fase líquida foi a técnica de separação e quantificação utilizada por todos os laboratórios, sendo o detector de fluorescência o mais utilizado (dois laboratórios), enquanto que um laboratório utilizou a espectrometria de massas sequencial. A menor massa de amostra utilizada foi 5 g e a maior 25g. **Lembramos que a massa mínima de amostra informada no formulário de “Instruções para o Armazenamento e Preparo dos Itens de Ensaio” foi de 5g.** Os volumes de injeção variaram de 1 à 200 µL.

Todos os laboratórios utilizaram coluna C18 na separação e quantificação, além da coluna de imunoafinidade para a limpeza da amostra.

7.3.2. Recuperação, Limite de Detecção e Limite de Quantificação

Um laboratório (MIC 10/091) não informou os valores de recuperação.

7.3.3. Incerteza

Dois laboratórios (MIC 10/070 e MIC 10/091) reportaram a incerteza dos seus resultados.

Tabela 3: Método (S=Sim; N=Não), Massa de Amostra (g), Solvente de Extração, Limpeza da Amostra, Técnica de Análise, Detector, Volume de Injeção (Vol. Injeção; μL), Composição da Fase Móvel e Fluxo (mL/min).

Laboratório	Método		Massa Amostra	Solvente Extração	Limpeza Amostra	Técnica de Análise	Detector	Vol. Injeção	Fase Móvel	Fluxo
	Acreditado	Validado								
MIC 10/027	N	S	12	H ₂ O	Coluna de IA	CL	EM/EM	1	MeOH/H ₂ O	0,35
MIC 10/070	S	S	25	H ₂ O	Coluna de IA	CL	F	50	H ₂ O/i-C ₃ H ₇ OH/AcCN	1
MIC 10/091	S	S	5	H ₂ O	Coluna de IA	CL	F	200	MeOH/AcCN	1

AcCN = Acetonitrila; MeOH = Metanol; H₂O = Água; i-C₃H₇OH = Álcool isopropílico; IA = Imunoafinidade; CL= Cromatografia Líquida; EM/EM = Massas-Massas e F = Fluorescência.

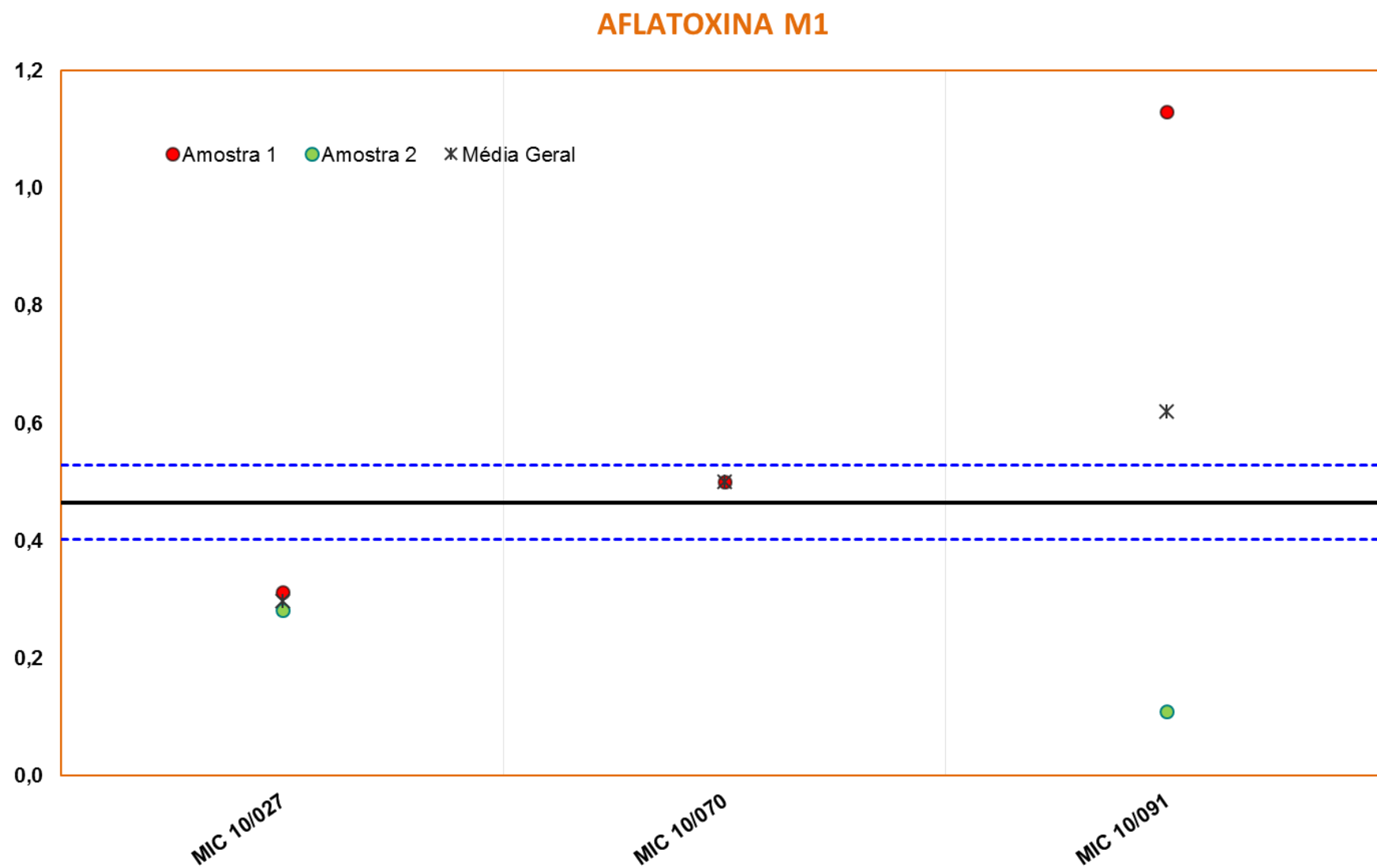
Tabela 4: Resultados por análise (ng.g⁻¹), Limite de Detecção (ng.g⁻¹), Limite de Quantificação (ng.g⁻¹), Recuperação (%) e Incerteza (U) –

Sumário dos Resultados						
Laboratório	Item de Ensaio	Resultado de M1	Limite de Detecção	Limite de Quantificação	Recuperação	Incerteza
MIC 10/027	28	0,3125 ¹	0,006	0,020	97	NI
	36	0,282 ¹				
MIC 10/070	03	0,5	0,1	0,5	88,16	2,6
	32	< 0,5				
MIC 10/091	19	1,13	0,18	0,25	NI	0,066
	30	0,11				

1 – Valores médios.

NI = Não Informado.

Figura 1: Dispersão dos resultados da Aflatoxina M1 em Leite em Pó



7.4. Cálculo do Índice z

A avaliação de desempenho dos laboratórios participantes, expressa através do índice z (Equação 4), está apresentada na Tabela 5.

Tabela 5: Valores do índice z obtidos pelos laboratórios participantes.

Código do Laboratório	Aflatoxina M1			
	Item	z-score	Item	z-score
MIC 10/027	28	-1,4	36	-1,7
MIC 10/070	03	0,3	32	<LD
MIC 10/091	19	6,5	30	-3,4

NT = Não Testado; LD = Limite de Detecção; Vermelho = resultado insatisfatório.

As Figuras 2 e 3 apresentam os resultados de índice z obtidos pelos laboratórios participantes para a aflatoxina M1, para os dois itens de ensaio deste EP.

A Figura 4 apresenta gráfico de dispersão semelhantes ao de *Youden*, onde podem ser verificados os erros sistemáticos e/ou aleatórios contribuintes para os resultados do índice z. A área demarcada em pontilhado azul é a dos dois resultados satisfatórios, a área entre o azul e o pontilhado em amarelo a dos dois resultados questionáveis e a fora do pontilhado amarelo, a dos dois resultados insatisfatórios. Quanto mais próximo da linha vermelha diagonal, e afastado do centro, maiores os erros sistemáticos.

Figura 2: Gráfico de índice z dos laboratórios participantes para a aflatoxina M1, item 1.

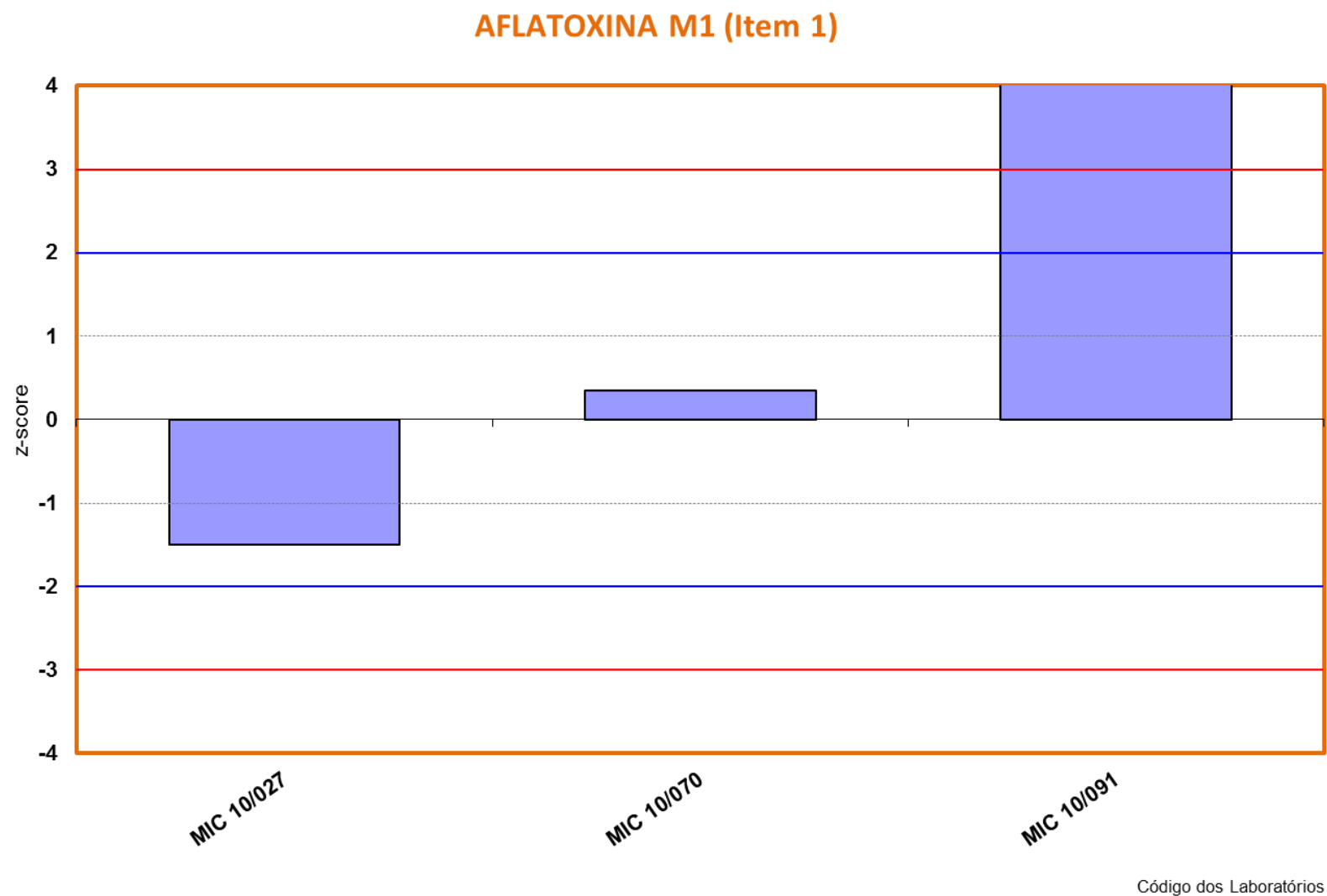


Figura 3: Gráfico de índice z dos laboratórios participantes para a aflatoxina M1, item 2.

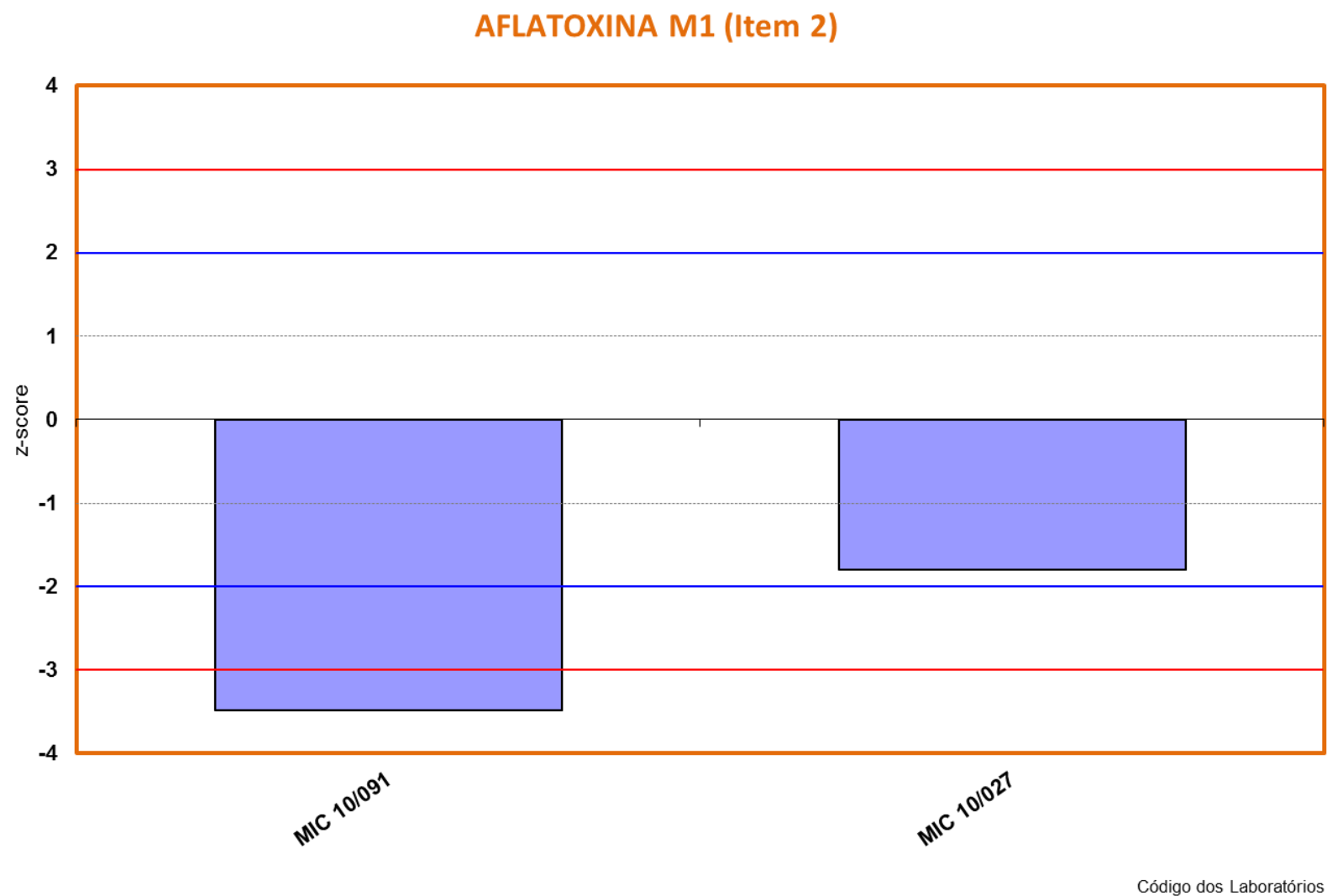
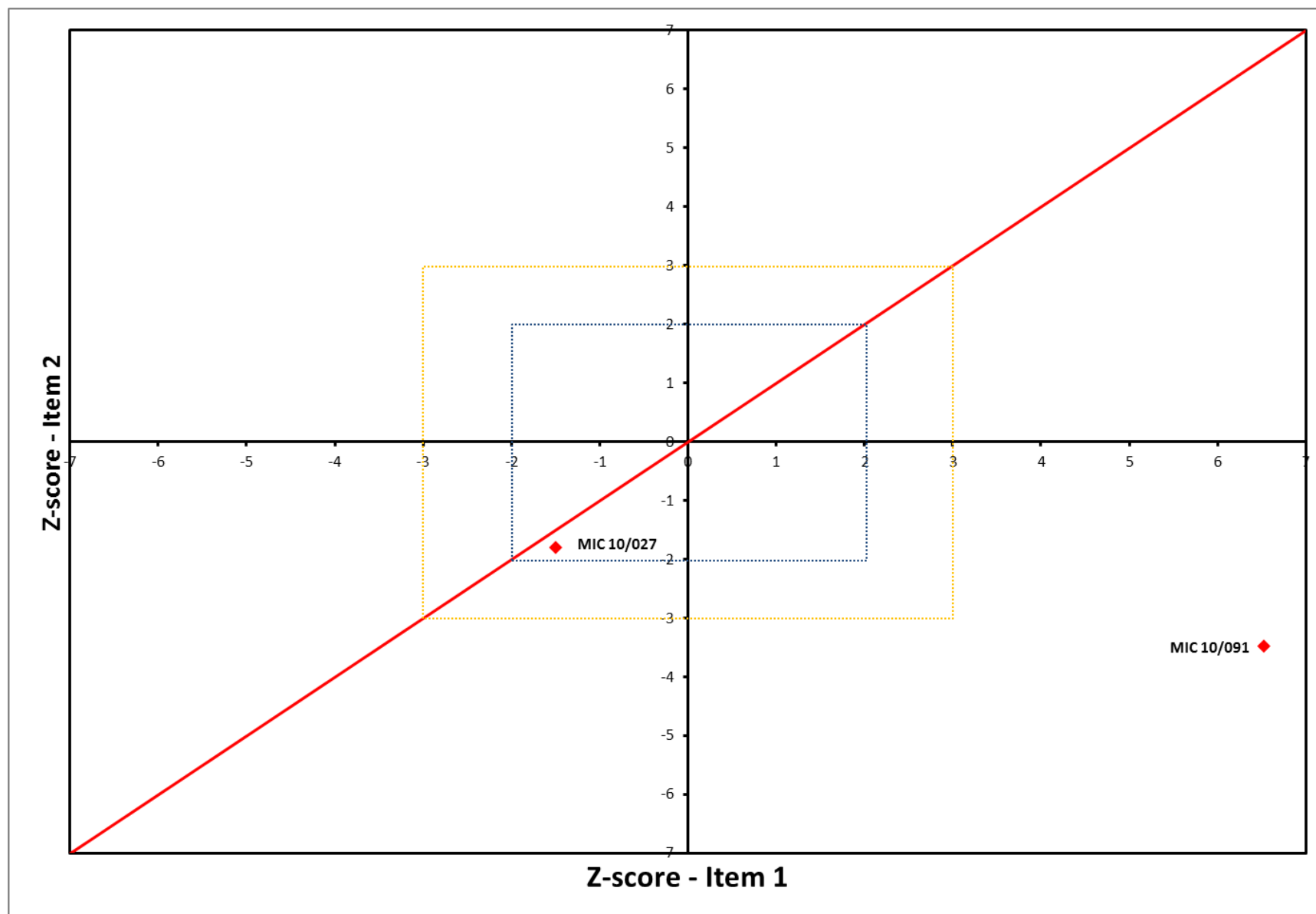


Figura 4: Gráfico semelhante ao de *Youden* dos laboratórios participantes para a aflatoxina M1.



O laboratório MIC 10/070 informou, para o item de ensaio #32, valor $<5,0 \text{ ng.g}^{-1}$. Como o valor de referência (já considerado a incerteza expandida; [Tabela 2](#)) da aflatoxina M1 estava acima do limite de detecção e abaixo do limite de quantificação deste laboratório, seu resultado pode ser considerado satisfatório.

De acordo com os resultados obtidos, dois dos três laboratórios participantes obtiveram resultados satisfatórios para todos os seus resultados informados. De um total de seis resultados reportados, 67,7% foram considerados satisfatórios (quatro resultados) e outros 33,3% insatisfatórios (dois resultados).

Lembramos que o [índice z](#) é apenas um indicativo do desempenho do laboratório, cabendo a cada laboratório participante fazer a sua interpretação e implementar as ações corretivas, caso necessário.

8. Conclusões

Poucos laboratórios se inscreveram nesta rodada e menos ainda mandaram resultados. Dos Laboratórios Centrais de Vigilância Sanitária somente um participou.

A análise dos dados gerados neste EP sugere:

- Desempenho dos laboratórios: pode-se considerar como razoável, uma vez que apenas dois (67,7 %) dos laboratórios participantes obtiveram todos os resultados satisfatórios;
- Preenchimento do formulário: a maioria dos laboratórios preencheu o mesmo conforme solicitado, contudo, alguns campos importantes ainda foram deixados em branco prejudicando a avaliação dos resultados;
- Ações corretivas: para os laboratórios que obtiveram resultados insatisfatórios ou questionáveis, ações corretivas devem ser adotadas para o aprimoramento das suas medições, particularmente quando resultados insatisfatórios foram também obtidos em rodada anterior a esse EP. Uma avaliação detalhada, desde o recebimento do material e seu armazenamento, até o preenchimento do Formulário para Registro dos Resultados, e a avaliação de todos os passos da metodologia de análise, serão importantes para a identificação dos pontos críticos.

Finalmente, é importante ressaltar que o estabelecimento de ações corretivas e a contínua participação em ensaios de proficiência desta natureza são ferramentas de grande contribuição para o aprimoramento das medições realizadas pelos laboratórios.

9. Confidencialidade

Os resultados deste Ensaio de Proficiência são confidenciais, isto é, cada laboratório é identificado por código individual que é conhecido apenas por ele e pela Coordenação deste Ensaio de Proficiência. Os resultados poderão ser utilizados em trabalhos e publicações pelo INCQS respeitando-se a confidencialidade dos laboratórios.

10. Referências Bibliográficas

ABNT ISO GUIA 35 – Materiais de Referência – Princípios Gerais e Estatísticos para Certificação, 2012.

ABNT NBR ISO/IEC 17025. Requisitos Gerais para a Competência de Laboratórios de Ensaio e Calibração, 2017.

ABNT NBR ISO/IEC 17043. “Avaliação de Conformidade — Requisitos Gerais para Ensaos de Proficiência” Rio de Janeiro: ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas, 2011.

Horwitz, W; Kamps, L.R; Boyer, K.W; “*Quality Assurance in the Analysis of Foods for Trace Constituents*”; J. Assoc. off Anal. Chem.; 63(6); 1344-1354; 1980.

Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia. Vocabulário Internacional de Metrologia: Conceitos Fundamentais e Gerais de Termos Associados (VIM 2012). Duque de Caxias, Rio de Janeiro, 2012.

International Organization for Standardization – ISO 13528 – “*Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*”. 2005.

Lamberty, H. Schimmel e J. Pauwels, “The Study of the Stability of Reference Materials by Isochronous Measurements” *Fresenius J. Anal. Chemistry*, pp. 359-361, 1997.

Linsinger, T; Application Note 1 – [Comparação do Resultado de uma Medição com o Valor Certificado](#); ERM (2010).

Official Methods of Analysis of AOAC International, 18th Edition, *Sampling for Aflatoxins – Preparation for Sample Procedure. Natural Toxins*, 49.2.01, p2, 2005.

Thompson, M. “*Recent trends in inter-laboratory precision at ppb and sub-ppb concentrations in relation to fitness for purpose criteria in proficiency testing*”. (DOI: [10.1039/b000282h](#)) *Analyst*, 125, 385-386, 2000.

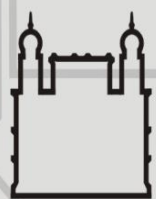
11. Laboratórios Participantes

A lista dos laboratórios que enviaram os resultados à coordenação do Programa é apresentada na [Tabela 6](#).

Tabela 6: Laboratórios participantes da 10ª Rodada do Ensaio de Proficiência para Determinação de Micotoxinas em Alimentos – Aflatoxina M1 em leite em Pó.

Laboratórios Participantes
Centro de Qualidade Analítica LTDA
Instituto Adolfo Lutz Núcleo de Contaminantes Orgânicos – Lab de Química Biológica
TÜV SÜD SFDK Laboratório de Análises de Produtos Eireli

- Total de participantes: 3 laboratórios.
- O código de cada participante **não** está associado à ordem da lista de participantes.



FIOCRUZ



INCQS

FIOCRUZ - Fundação Oswaldo Cruz
INCQS - Instituto Nacional de Controle da Qualidade em Saúde

Av. Brasil 4365 • Manguinhos • CEP 21040 900
Rio de Janeiro • RJ • Brasil
www.incqs.fiocruz.br