

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

Ensaio de Proficiência para Determinação de Micotoxinas em Alimentos 11^a Rodada – Aflatoxinas em milho

EP MIC 11/19



RILAA Red Interamericana de Laboratorios
de Análisis de Alimentos
INFAL Inter-American Network of
Food Analysis Laboratories





**Ensaio de Proficiência para Determinação de Micotoxinas em Alimentos
11ª Rodada – Aflatoxinas em Milho**

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

Margarita Corrales – Secretária *ex officio* da RILAA (*Ad hoc*)

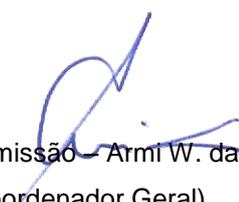
- COMITÊ TÉCNICO

André Victor Sartori

Maria Heloisa Paulino de Moraes

Rosana Pereira dos Santos

Yuri Pereira de Souza


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 do Valor de Referência	5
4.3. Análise Estatística	6
4.3.1. Avaliação da Estabilidade dos Itens de Ensaio	6
4.3.2. Desvio Padrão para Avaliação de Proficiência.....	7
4.3.3. Índice z e z'.....	7
5. Resultados da Avaliação da Estabilidade dos Itens de Ensaio	8
6. Atribuição do Valor Designado	8
7. Avaliação do Desempenho dos Laboratórios Participantes	9
7.1. Laboratórios Participantes	9
7.2. Resultados dos Laboratórios Participantes.....	9
7.3. Cálculo do Índice z	17
8. Conclusões	23
9. Confidencialidade.....	23
10. Referências Bibliográficas	23
11. Laboratórios Participantes	24

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 em todo o mundo tem implementado ações para diminuir a ingestão dessas substâncias pela dieta.

Aflatoxinas são consideradas uma importante classe de micotoxinas. Devido à toxicidade, alto potencial de contaminação e consumo, a presença de aflatoxinas em milho tem sido regulamentada em diversos países. No Brasil, o limite máximo tolerável para o somatório das aflatoxinas B1, B2, G1 e G2 em milho é 20 $\mu\text{g.kg}^{-1}$. Esse fato reflete a importância da utilização de metodologias analíticas confiáveis para determinação de aflatoxinas em milho 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, 11ª Rodada – Aflatoxinas em Milho, 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:

- As aflatoxinas presentes na farinha de milho deverão ser quantificadas pelos laboratórios participantes no item de ensaio recebido empregando a metodologia analítica utilizada em sua rotina;
- A partir destes resultados, o desempenho dos laboratórios participantes para o ensaio proposto será avaliado;
- Subsídios serão 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 - Laboratório de Resíduos de Micotoxinas do INCQS/FIOCRUZ. A metodologia analítica empregada está acreditada nos requisitos da norma [ABNT NBR ISO/IEC 17025](#).

3.1. Escolha da Matriz

O milho 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 [9ª Rodada – Determinação de Micotoxinas em Alimentos – EP MIC 09/16](#).

3.3. Estabilidade dos Itens de Ensaio

Estudos de estabilidade de longa duração e de transporte foram realizados para os itens da 9ª Rodada. O estudo de longa duração foi realizado seguindo o modelo clássico, na temperatura de armazenamento (< 0°C) e os estudos de estabilidade de transporte, realizado seguindo o modelo isócrono, foi realizado à 45°C. Os itens mostraram-se estáveis nas condições de armazenamento e de transporte. Mais informações podem ser obtidas no relatório [9ª Rodada – Determinação de Micotoxinas em Alimentos – EP MIC 09/16](#).

Para esta rodada, os itens preparados em 2016 foram avaliados quanto a sua estabilidade após o envio dos resultados de todos os 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* até o momento em que foram enviados aos laboratórios participantes.

Foram enviados 02 (dois) itens de ensaio, identificados como “LOTE A” e “LOTE B”, para cada laboratório inscrito na rodada. **O item de ensaio identificado como “LOTE B” apresentou resultado menor que o Limite de Detecção do método analítico para todas as aflatoxinas alvo e em todas as análises realizadas no INCQS.**

O sachê foi devidamente identificado com as seguintes informações: o número da rodada, o lote e o código do item a ser ensaiado; foram enviados aos laboratórios 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 das aflatoxinas 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 (%), o limite de quantificação e de detecção 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 do Valor de Referência

Como não foi atingido o mínimo de 11 resultados válidos¹, reportados pelos laboratórios participantes para cada aflatoxina, o valor designado não foi calculado a partir das técnicas de estatística robusta e sim fornecido pelo INCQS, passando a ser denominado como Valor de Referência.

Os itens de ensaio foram analisados utilizando coluna de imunoafinidade no tratamento da amostra e análise usando técnica de HPLC com detector de Fluorescência. Um MRC² das

¹ Critério 6 do item 12 do [protocolo da rodada](#)

² CRM46304 – Lote LRAC0310 – Sigma-Aldrich

aflatoxinas em solução foi utilizado na construção das curvas analíticas e no preparo das amostras utilizadas como controle de qualidade interno.

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

A seguir, algumas três considerações são feitas a respeito dos itens de ensaio utilizados na [9ª Rodada – Determinação de Micotoxinas em Alimentos – EP MIC 09/16](#), também utilizados neste EP:

- Os itens de ensaio foram armazenados na temperatura de referência desde o fim do EP realizado em 2016;
- No que concerne à homogeneidade, os itens de ensaio foram anteriormente avaliados utilizando-se o procedimento descrito na [ISO 13528](#), as estabilidades de armazenamento e de transporte foram avaliadas de acordo com abordagem da [ABNT ISO Guia 35](#), sendo os itens de ensaios considerados suficientemente homogêneos e estáveis para o propósito do EP MIC 09/16.
- Em 2016, o valor designado foi fornecido pelo provedor, isto é, o valor foi o de referência e a incerteza associada a este valor também foi obtida.

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 da caracterização do MRC”**. Para a determinação correta da incerteza do MRC³ (u_{MRC}), a incerteza da caracterização foi somada as incertezas da homogeneidade, estabilidade de armazenamento e estabilidade de transporte.

Para este EP, três itens de ensaio foram avaliados em duplicata e o **valor médio da medição (C_m) foi obtido das médias de todos os resultados e a incerteza padrão⁴ foi determinada (u_m)**.

4.3.2. Desvio Padrão para Avaliação de Proficiência

Nesta rodada de EP o desvio padrão para avaliação de proficiência dos laboratórios participantes foi calculado como recomendado no item 8.4 da norma [ISO 13528](#), isto é, como proposto originalmente por [Horwitz](#), onde a precisão interlaboratorial é avaliada em termos de um desvio padrão de reprodutibilidade (Equação 4), onde: σ_H é o desvio padrão de *Horwitz* e c é o nível de concentração expresso em fração mássica.

$$\sigma_H = 0,02 \times c^{0,8495} \quad (4)$$

Adotando-se as modificações propostas por [Thompson](#) onde são levados em consideração os níveis de concentração do analito expressos em fração mássica, conforme as Equações 5, 6 e 7, onde σ_H é o desvio padrão de *Horwitz* e c é o nível de concentração expresso em fração mássica.

$$\sigma_H = 0,02 \times c, \text{ se } c < 1,2 \times 10^{-7} \quad (5)$$

$$\sigma_H = 0,02 \times c^{0,8495}, \text{ se } 1,2 \times 10^{-7} \leq c \leq 0,138 \quad (6)$$

$$\sigma_H = 0,02 \times c^{0,5}, \text{ se } c > 0,138 \quad (7)$$

4.3.3. Índice z e 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 8.

$$z = \frac{x_i - x^*}{\sigma_H} \quad (8)$$

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

Caso a incerteza do valor designado se fizer presente em níveis não aceitáveis, será calculado o índice z' (z'-score), Equação 9.

³ ESTE ITEM DE ENSAIO NÃO É UM MRC. A CONSIDERAÇÃO FOI FEITA PARA FINS DE COMPREENSÃO.

⁴ Desvio padrão dividido por raiz de n.

$$z' = \frac{x_i - x^*}{\sigma'_H} \quad (9)$$

Onde σ'_H representa o DP de Horwitz acrescido de uma componente de incerteza.

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

$|z \text{ ou } z'| \leq 2$ - Resultado satisfatório

$2 < |z \text{ ou } z'| < 3$ - Resultado questionável

$|z \text{ ou } z'| \geq 3$ - Resultado insatisfatório

5. Resultados da Avaliação da Estabilidade dos Itens de Ensaio

A [Tabela 1](#) apresenta os resultados dos 3 itens de ensaio avaliados conforme [4.3.1](#).

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

Item	Replicata	Aflatoxina B1	Aflatoxina B2	Aflatoxina G1	Aflatoxina G2	Aflatoxinas Totais
Item 1	1 ^a	3,832	1,487	4,10	1,827	11,24
	2 ^a	3,518	1,254	3,63	1,481	9,89
Item 2	1 ^a	3,824	1,411	4,11	1,722	11,07
	2 ^a	3,717	1,349	4,01	1,674	10,75
Item 3	1 ^a	3,746	1,372	3,89	1,725	10,74
	2 ^a	3,534	1,340	3,84	1,649	10,36
C_m ± u_m →		3,695 ± 0,056	1,369 ± 0,032	3,93 ± 0,18	1,679 ± 0,047	10,67 ± 0,20

Do relatório do Ensaio de Proficiência 9^a rodada⁵ temos (Tabela 2):

Tabela 2: Dados obtidos no estudo dos itens de Ensaio para o EP MIC 09/16, em ng.g⁻¹.

Micotoxina	C _{MRC}	u _{Carct.}	u _{Hom.}	u _{Est.}	u _{Trans.}	C _{MRC} ± u _{MRC}
B1	3,055	0,064	0,094	0,38	0,15	3,06 ± 0,43
B2	1,593	0,033	0,041	0,12	0,056	1,59 ± 0,14
G1	3,99	0,12	0,14	0,23	0,16	3,99 ± 0,34
G2	1,852	0,047	0,056	0,079	0,068	1,85 ± 0,13
Totais	10,50	0,25	0,30	0,75	0,41	10,50 ± 0,94

Calculando a estabilidade pelas formulas das equações (2) e (3), o critério $\Delta_m \leq U_\Delta$ foi obtido e os itens de ensaio foram considerados estáveis para todas as aflatoxinas.

6. Atribuição do Valor Designado

Os valores de referência relativos às aflatoxinas empregadas neste ensaio de proficiência foram calculados segundo procedimento descrito no item [4.2](#) deste relatório; o desvio padrão para avaliação de proficiência foi obtido pelas equações modificadas baseadas no modelo de *Horwitz*, conforme o item [4.3.2](#). 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 apresentados na [Tabela 3](#).

⁵ Relatório [EP MIC 09/16](#)

Tabela 3: Valores de referência, incertezas e desvios padrão, **LOTE A**, em ng.g⁻¹.

Micotoxina	Valor Referência	u (VR)	k	U (VR)	DP Horwitz (σ_H)
B1	3,69	0,056	2,65	0,15	0,81
B2	1,37	0,032	2,65	0,084	0,30
G1	3,93	0,074	2,65	0,20	0,87
G2	1,68	0,047	2,65	0,12	0,37
Totais	10,68	0,20	2,65	0,53	2,35

Todas as incertezas do VR foram menores que $0,3\sigma_H$, podendo estas serem negligenciadas. Assim, os participantes serão avaliados pelo índice z.

7. Avaliação do Desempenho dos Laboratórios Participantes

7.1. Laboratórios Participantes

Vinte e três laboratórios se inscreveram na 11ª Rodada do Programa de Ensaio de Proficiência para Determinação de Micotoxinas em Alimentos – Aflatoxinas em Milho, e dezessete (73,9%) enviaram os resultados.

Dos laboratórios participantes sete (41,2%) são acreditados na norma ISO/IEC 17025 para a análise de micotoxinas. Dez laboratórios (58,8%) utilizaram metodologias analíticas validadas para a análise em questão. A Tabela 7 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 4 e 5 apresentam o resultado e um sumário dos dados reportados pelos laboratórios.

O gráfico da dispersão dos resultados dos laboratórios para as diversas aflatoxinas encontram-se nas Figuras de 1 a 5. Nos gráficos a linha central representa o valor de referência e as linhas pontilhadas em azul a incerteza expandida do valor de referência.

Tabela 4: Resultado dos laboratórios participantes

Laboratório	Método		Separação e Quantificação	Itens de Ensaio					
	Acreditado	Validado		#	Aflatoxinas (ng·g ⁻¹)				
					B1	B2	G1	G2	Total
MIC 11/002	Sim	Sim	HPLC-F	A09	4,23	1,55	3,45	1,71	10,94
				B27	ND	ND	ND	ND	ND
MIC 11/016	Sim	S	HPLC-MS/MS	A13	3,368	1,395	3,457	1,353	9,573
				B14	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	<0,20
MIC 11/018	Não	Não	HPLC-F	A20	ND	2,2	ND	2,2	4,4
				B12	ND	ND	ND	ND	ND
MIC 11/021	N	S	HPLC-F	A18	2,62	1,27	3,00	1,4	8,29
				B07	0,11	0,07	0,07	0,07	0,32
MIC 11/024	S	S	HPLC-F	A06	3,752	1,671	4,378	1,011	10,812
				B08	0	0	0	0	0
MIC 11/033	S	S	HPLC-F	A15	2,86	1,25	3,2	1,19	8,49
				B21	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	-
MIC 11/035	N	N	TLC	A+A	-	-	-	24,00	24,00
				B+B	-	-	-	34,67	34,67
MIC 11/057	S	S	ELISA	A01	-	-	-	-	2,3
				B17	-	-	-	-	1,9
MIC 11/059	N	N	HPLC-MS/MS	A22	1,16	0,33	1,13	0,74	3,36
				B15	0,03	0,06	0,12	0,07	0,28
MIC 11/066	N	S	HPLC-F	A11	105,8	NT	NT	NT	NT
				B28	112,9	NT	NT	NT	NT
MIC 11/068	N	S	HPLC-MS/MS	A17	2,348	1,072	1,976	1,13	6,526
				B11	ND	ND	ND	ND	ND
MIC 11/078	S	S	HPLC-F	A10	3,15	1,15	2,95	1,25	8,5
				B16	ND	ND	ND	ND	ND
MIC 11/082	N	N	HPLC-F	A21	1,6796208	0,7221060	1,5473418	0,6505101	4,5995787
				B19	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
MIC 11/088	N	N	ELISA	A03	-	-	-	-	10,2
				B29	-	-	-	-	5,3
MIC 11/093	N	N	ELISA	A05	-	-	-	-	4,875
				B22	-	-	-	-	2,275
MIC 11/094	S	S	HPLC-MS/MS	A04	1,2	2,48	1,17	<5	7,1
				B13	ND	ND	ND	ND	ND
MIC 11/095	N	N	HPLC-MS	A12	-	0,63	-	-	-
				B30	-	0,64	-	-	-

= Número; HPLC – High Performance Liquid Chromatography with Fluorescence Detection; TLC – Thin Layer Chromatography; ELISA – Enzyme-Linked Immunosorbent Assay; MS - Mass Spectrometry; MS/MS – tandem Mass Spectrometry.

Tabela 5: Parâmetros de desempenho dos métodos analíticos utilizados pelos laboratórios participantes.

Laboratórios	Parâmetros de desempenho														
	Limite de Detecção (ng.g ⁻¹)					Limite de Quantificação (ng.g ⁻¹)					Recuperação (%)				
	B1	B2	G1	G2	Total	B1	B2	G1	G2	Total	B1	B2	G1	G2	Total
MIC 11/002	0,29	0,1	0,35	0,15	-	1,08	0,36	1,08	0,36	-	86	94	113	75	-
MIC 11/016	-	-	-	-	-	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	<0,20	101,72	98,25	93,55	100	98,38
MIC 11/018	2,6	0,2	5,4	0,4	-	5,6	0,7	19,1	1,2	-	99,72	101,13	100,35	101,48	-
MIC 11/021	0,02	0,01	0,01	0,01	0,05	0,06	0,05	0,04	0,02	0,17	117,59	121,86	116,87	102,53	-
MIC 11/024	0,027	0,003	0,018	0,013	-	0,9	0,27	0,95	0,26	-	102,6	115	118,1	73	-
MIC 11/033	0,3	0,3	0,3	0,3	-	0,6	0,6	0,6	0,6	-	94,3	100,4	100	97,8	-
MIC 11/035	-	-	-	0,6	-	-	-	-	2	-	-	-	-	100	-
MIC 11/057	-	-	-	-	1,2	-	-	-	-	4	-	-	-	-	99
MIC 11/059	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
MIC 11/066	0,5	-	-	-	-	1,5	-	-	-	-	144	-	-	-	-
MIC 11/068	0,333	0,333	0,333	0,333	-	1	1	1	1	-	87,781	95,254	99,831	94,584	-
MIC 11/078	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	96,3	96,8	96,1	85,6	-
MIC 11/082	0,201263	0,200079	0,200933	0,199666	-	0,603789	0,600236	0,602798	0,598998	-	102,12	106,22	104,13	106,67	-
MIC 11/088	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
MIC 11/093	-	-	-	-	1,4	-	-	-	-	5	-	-	-	-	-
MIC 11/094	0,5	0,5	0,5	2,5	2,5	1	1	1	5	5	NA	120,14	75,08	89,56	-
MIC 11/095	0,5	0,15	0,5	0,15	-	1,7	0,5	1,7	0,5	-	-	-	-	-	-

NA – Não Avaliado

Figura 1: Dispersão dos resultados – Aflatoxina B1

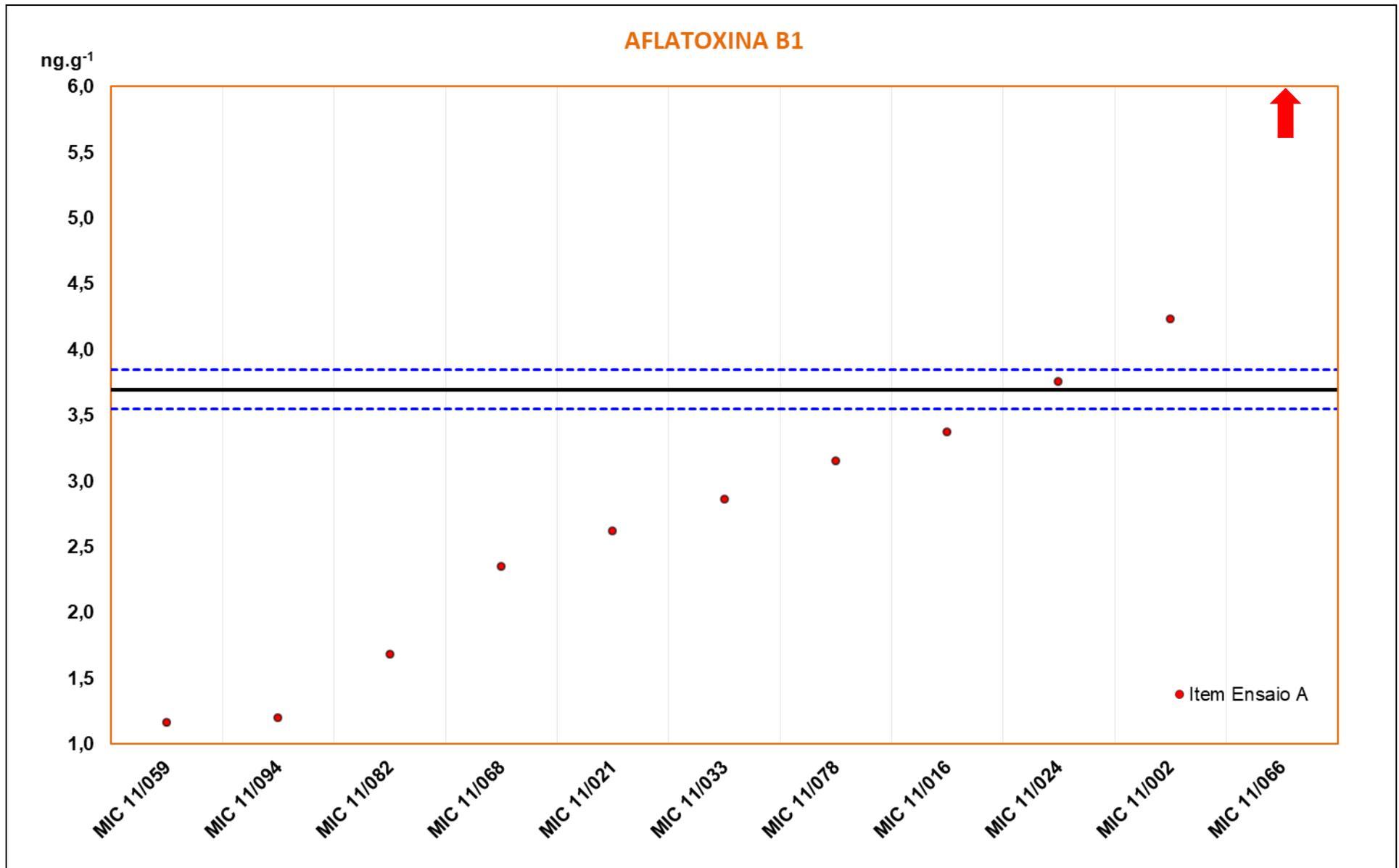


Figura 2: Dispersão dos resultados – Aflatoxina B2

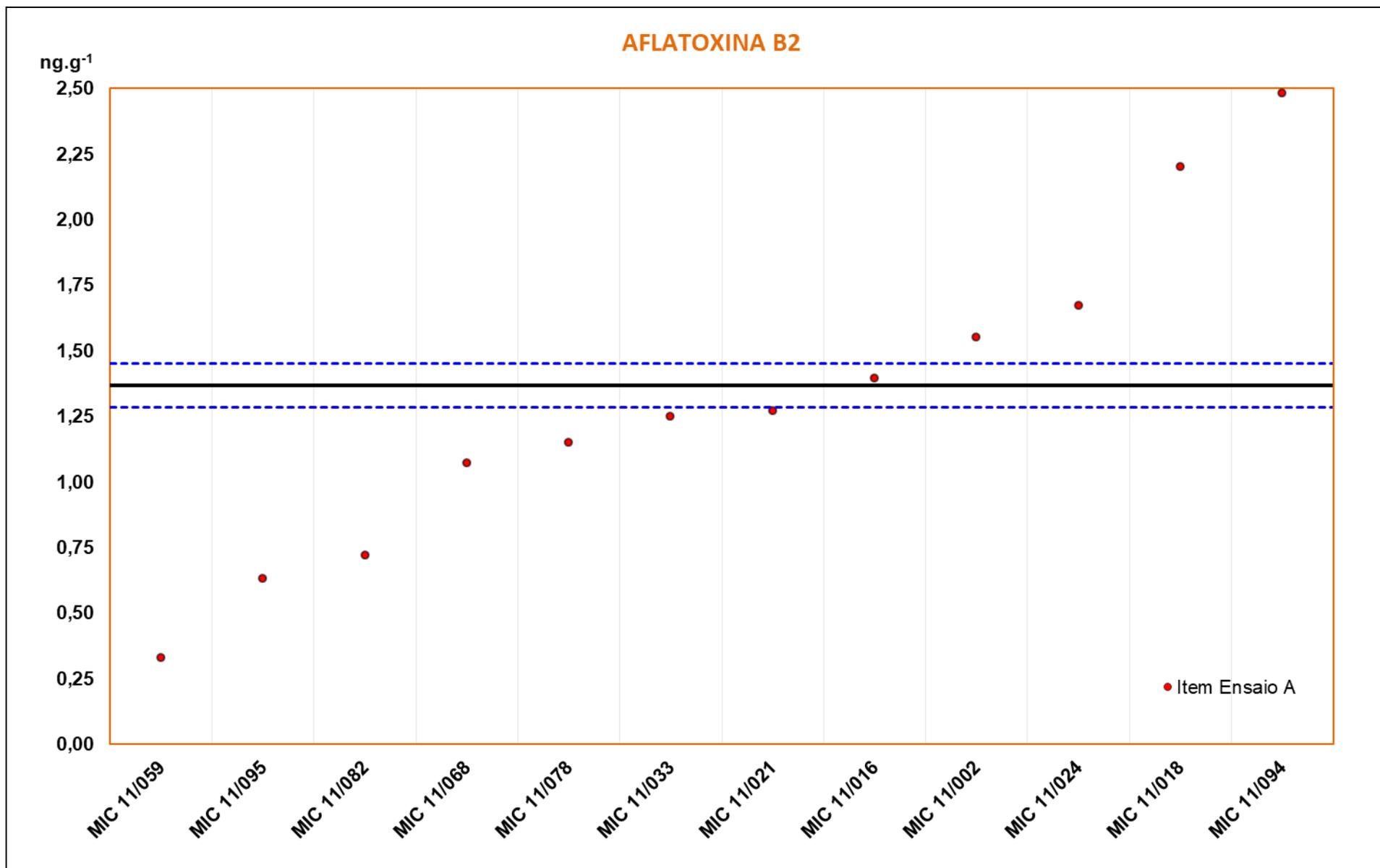


Figura 3: Dispersão dos resultados – Aflatoxina G1

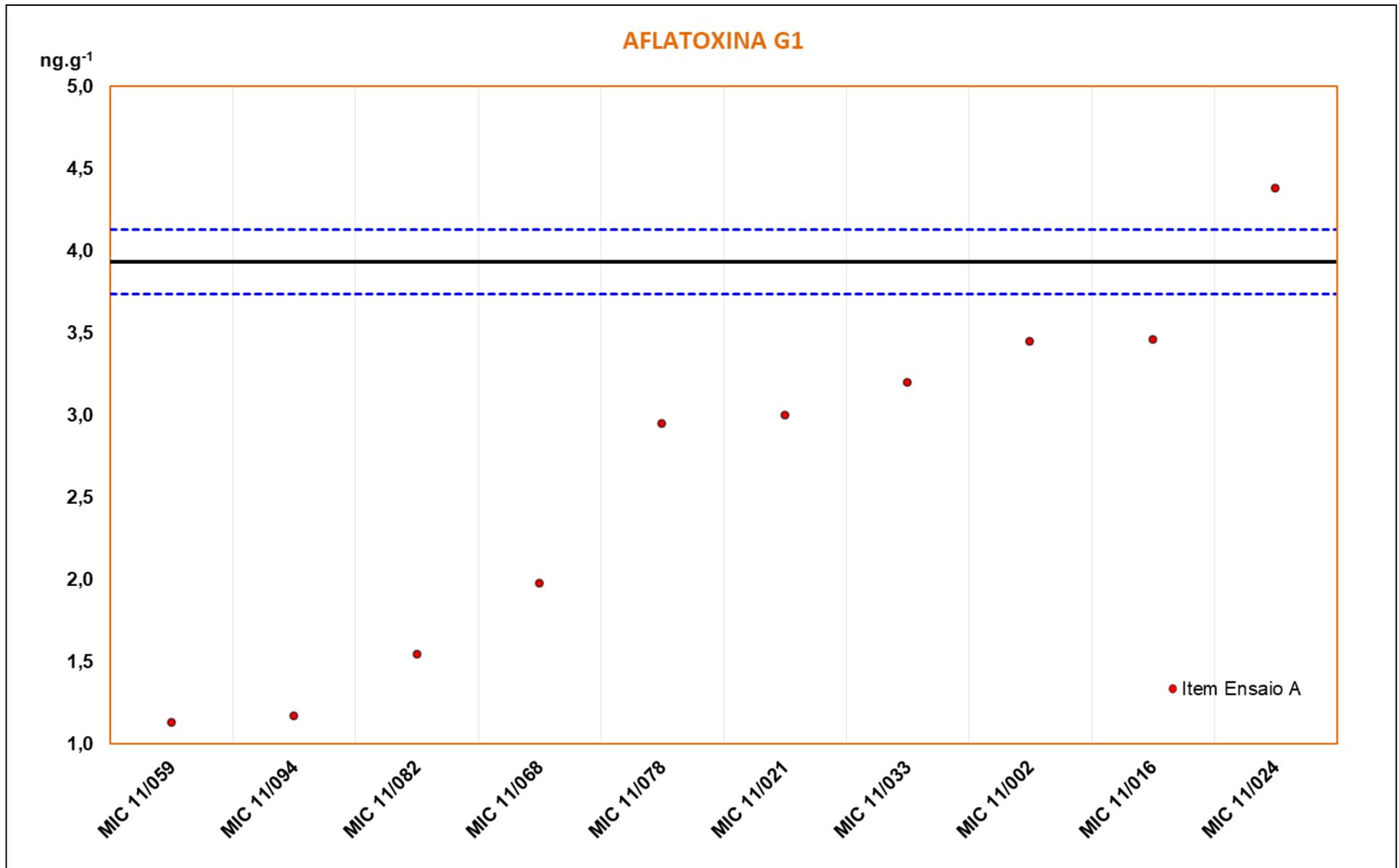


Figura 4: Dispersão dos resultados – Aflatoxina G2

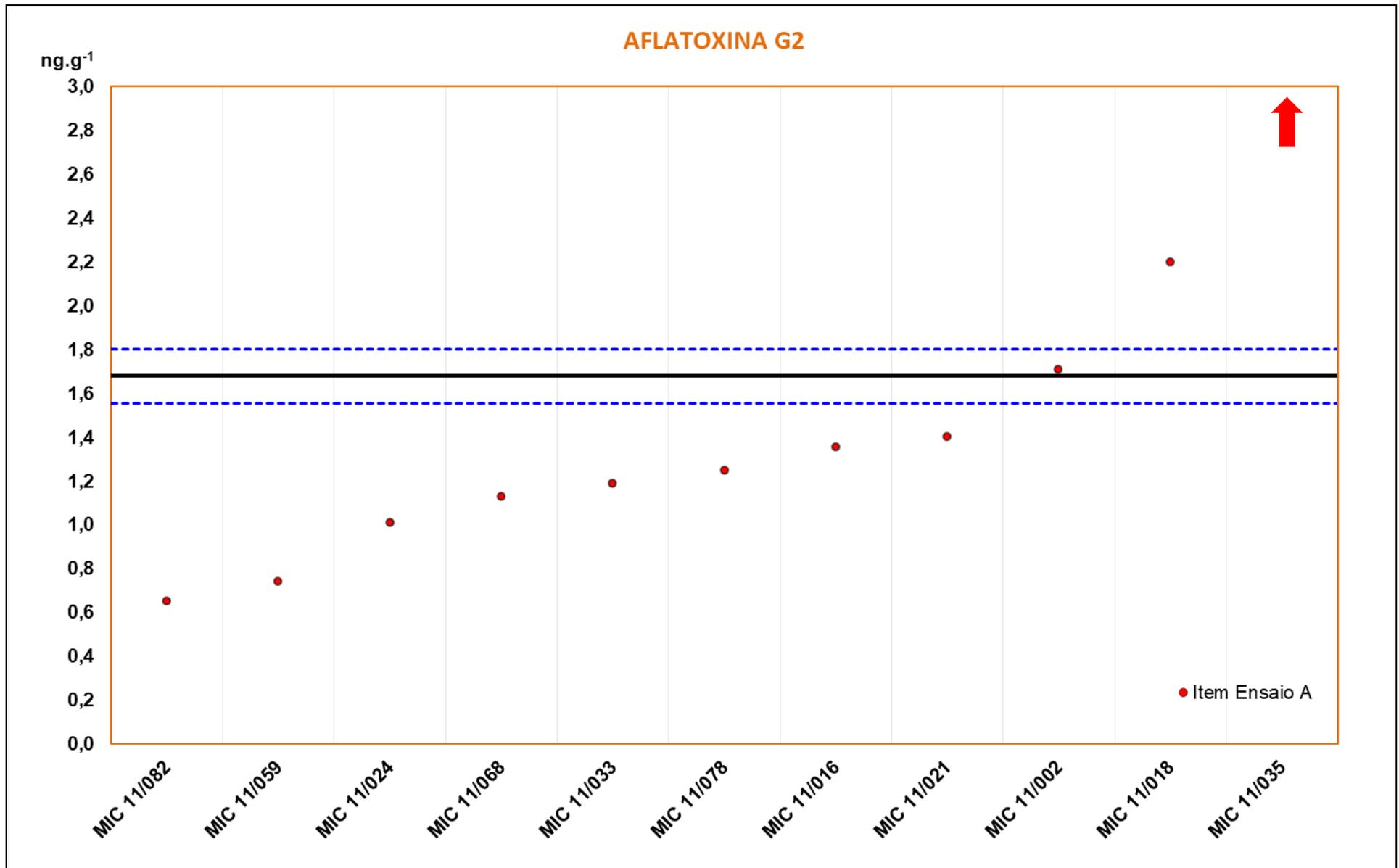
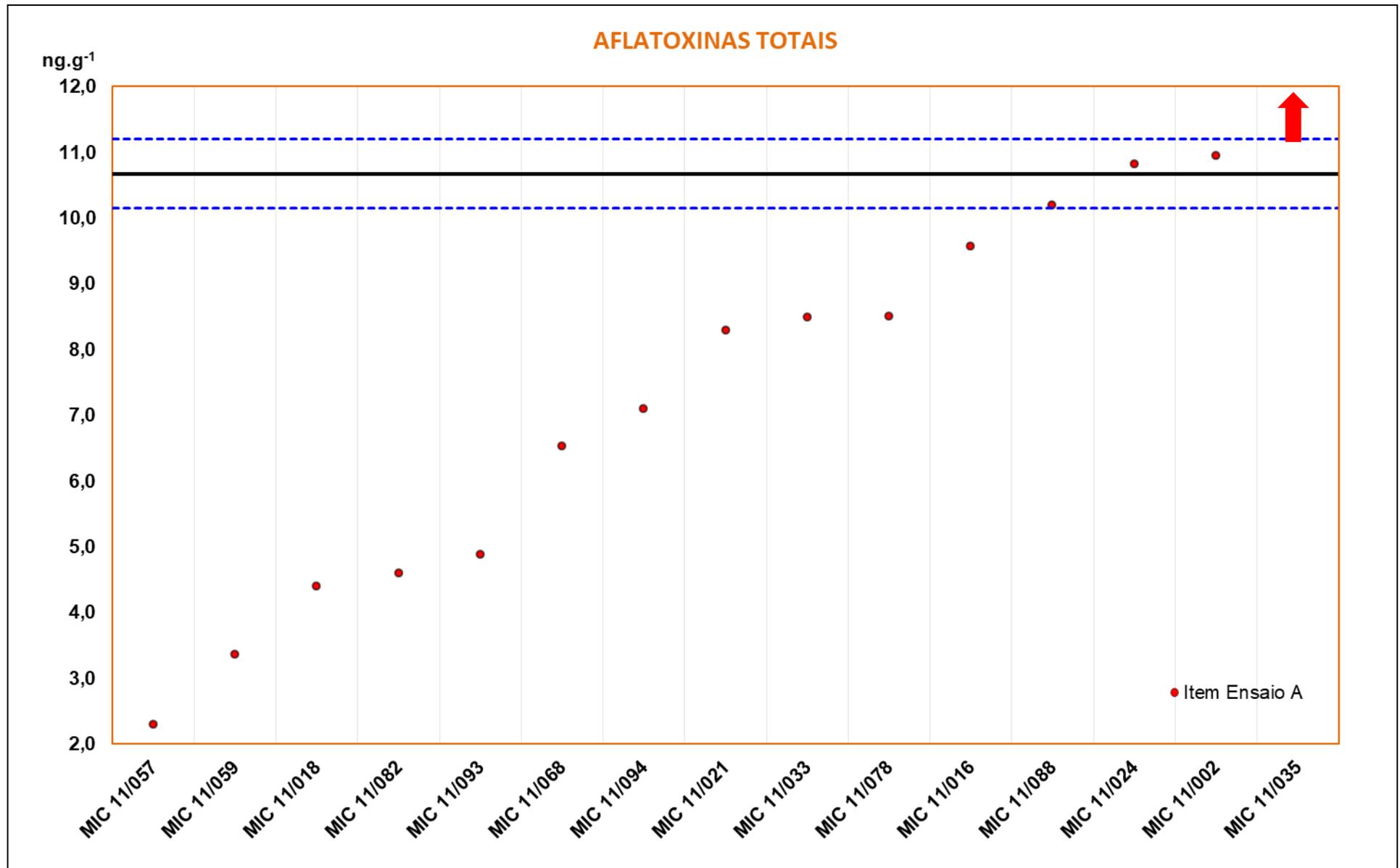


Figura 5: Dispersão dos resultados – Aflatoxinas Totais



7.3. Cálculo do Índice z

A avaliação de desempenho dos laboratórios participantes, expressa através do índice z (Equação 9), está apresentada na Tabela 6.

Tabela 6: Valores do índice z obtidos pelos laboratórios participantes.

Código do Laboratório	z-score				
	B1	B2	G1	G2	Totais
MIC 11/002	0,6	0,6	-0,5	0,0	0,1
MIC 11/016	-0,4	0,0	-0,5	-0,8	-0,4
MIC 11/018	ND	2,7	ND	1,4	-2,6
MIC 11/021	-1,3	-0,3	-1,0	-0,7	-1,0
MIC 11/024	0,0	1,0	0,5	-1,8	0,0
MIC 11/033	-1,0	-0,3	-0,8	-1,3	-0,9
MIC 11/035	NT	NT	NT	60,4	5,6
MIC 11/057	NT	NT	NT	NT	-3,5
MIC 11/059	-3,1	-3,4	-3,2	-2,5	-3,1
MIC 11/066	125,6	NT	NT	NT	NT
MIC 11/068	-1,6	-0,9	-2,2	-1,4	-1,7
MIC 11/078	-0,6	-0,7	-1,1	-1,1	-0,9
MIC 11/082	-2,4	-2,1	-2,7	-2,7	-2,5
MIC 11/088	NT	NT	NT	NT	-0,2
MIC 11/093	NT	NT	NT	NT	-2,4
MIC 11/094	-3,0	3,6	-3,1	ND	-1,5
MIC 11/095	NT	-2,4	NT	NT	NT

NT = Não testado; ND = Não detectado; Azul = resultado questionável; Vermelho = resultado insatisfatório.

As Figuras de 6 à 10 apresentam os resultados de índice z obtidos pelos laboratórios participantes para as diversas aflatoxinas.

Figura 6: Gráfico de índice z – Aflatoxina B1.

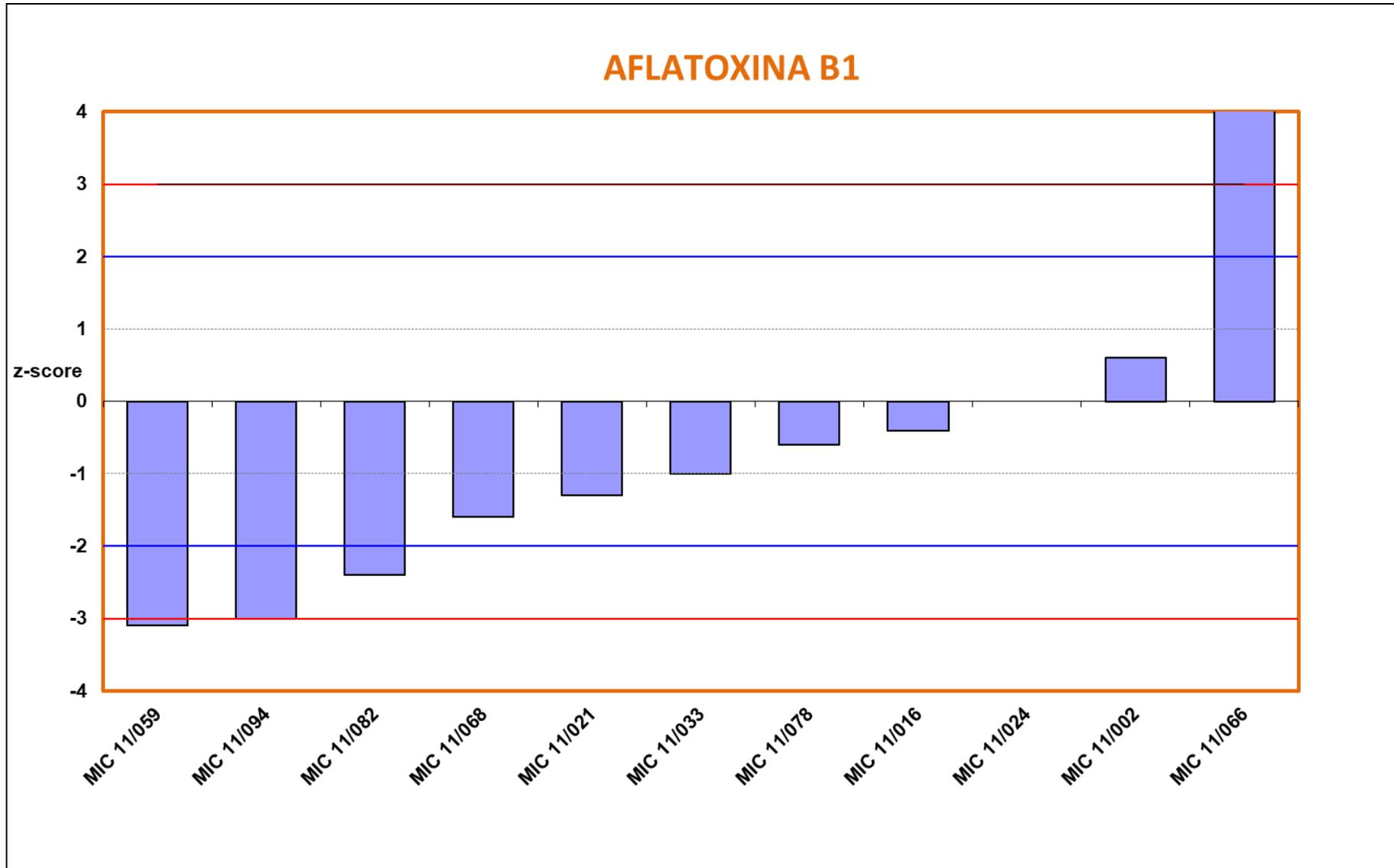


Figura 7: Gráfico de índice z – Aflatoxina B2.

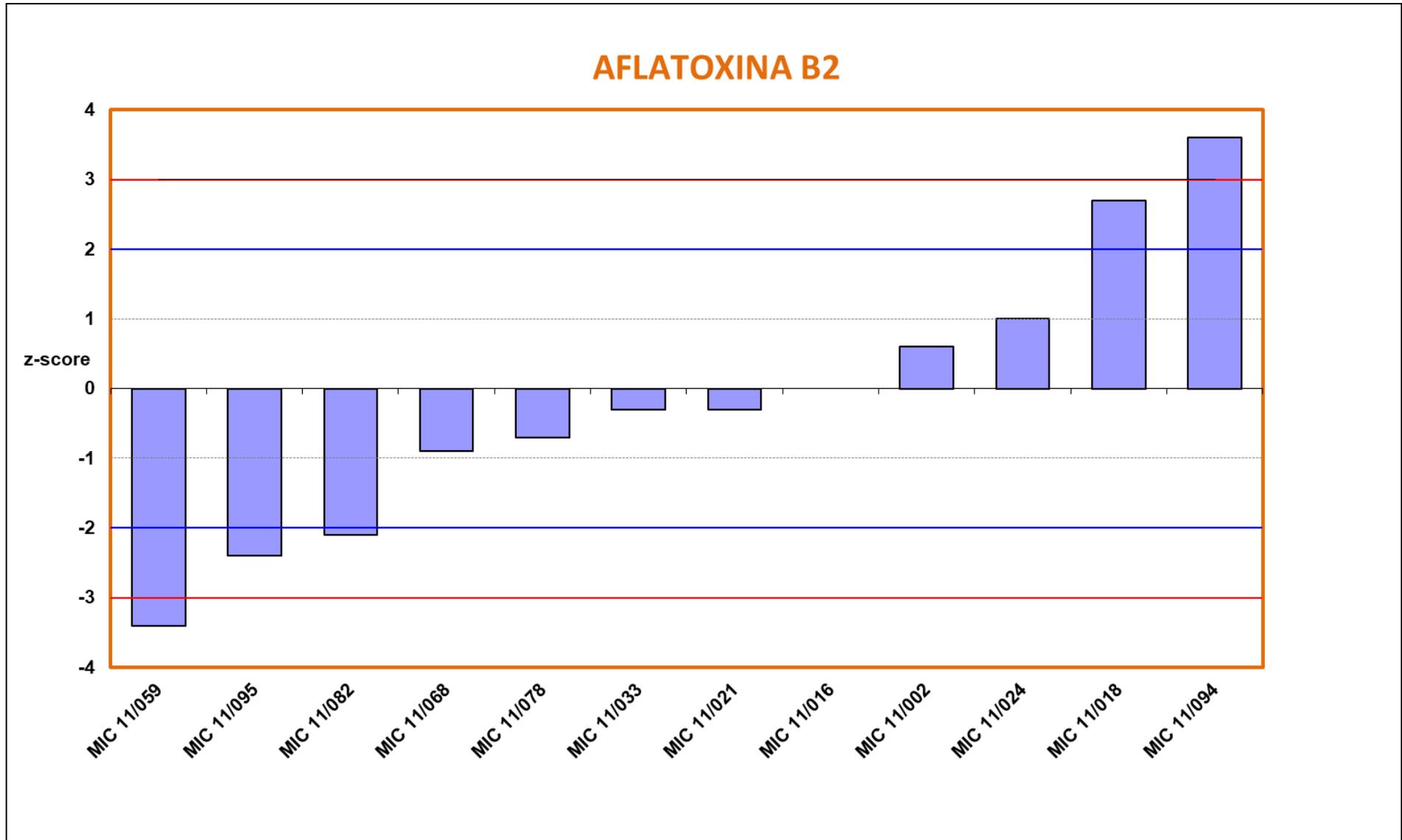


Figura 8: Gráfico de índice z – Aflatoxina G1.

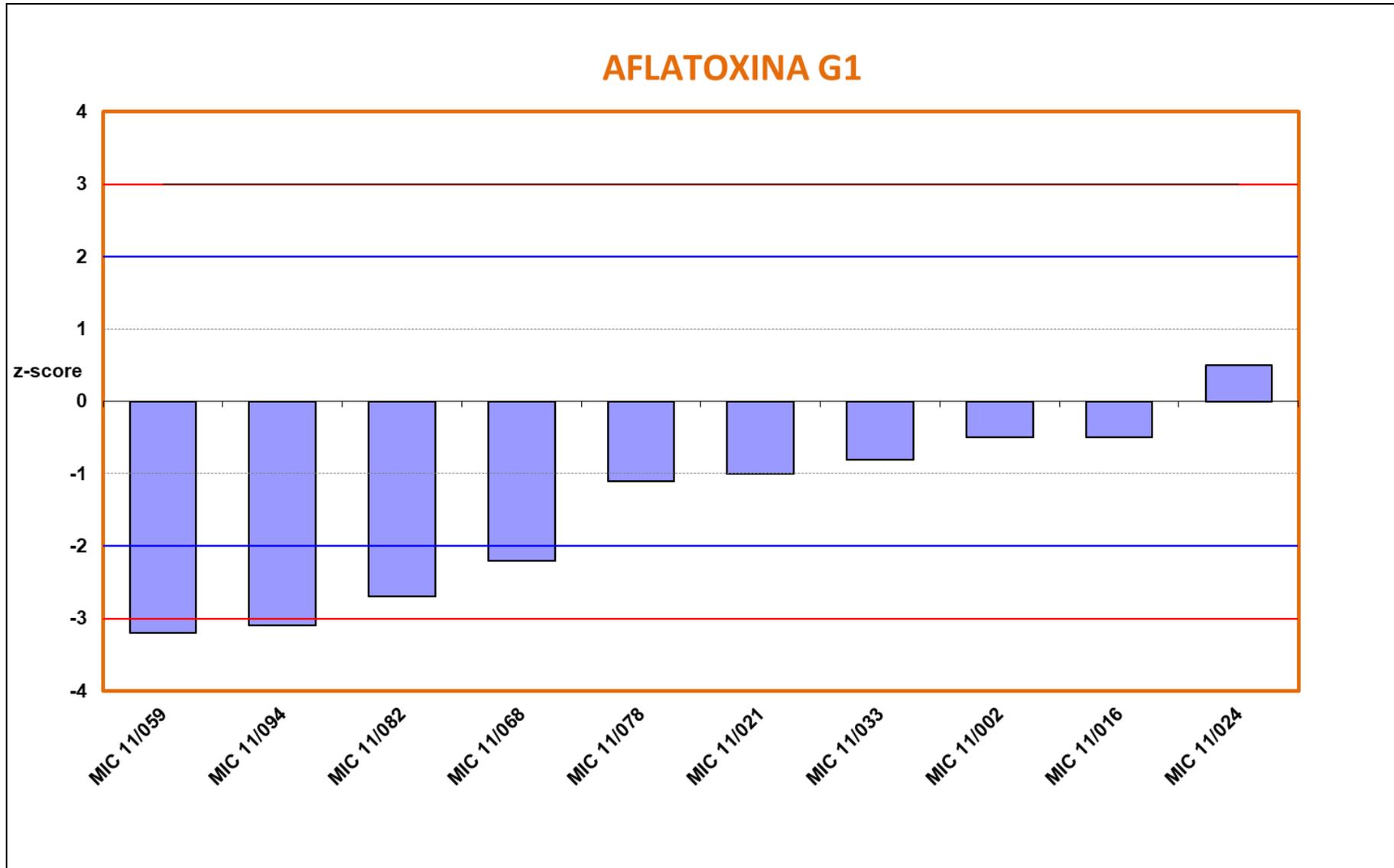


Figura 9: Gráfico de índice z – Aflatoxina G2.

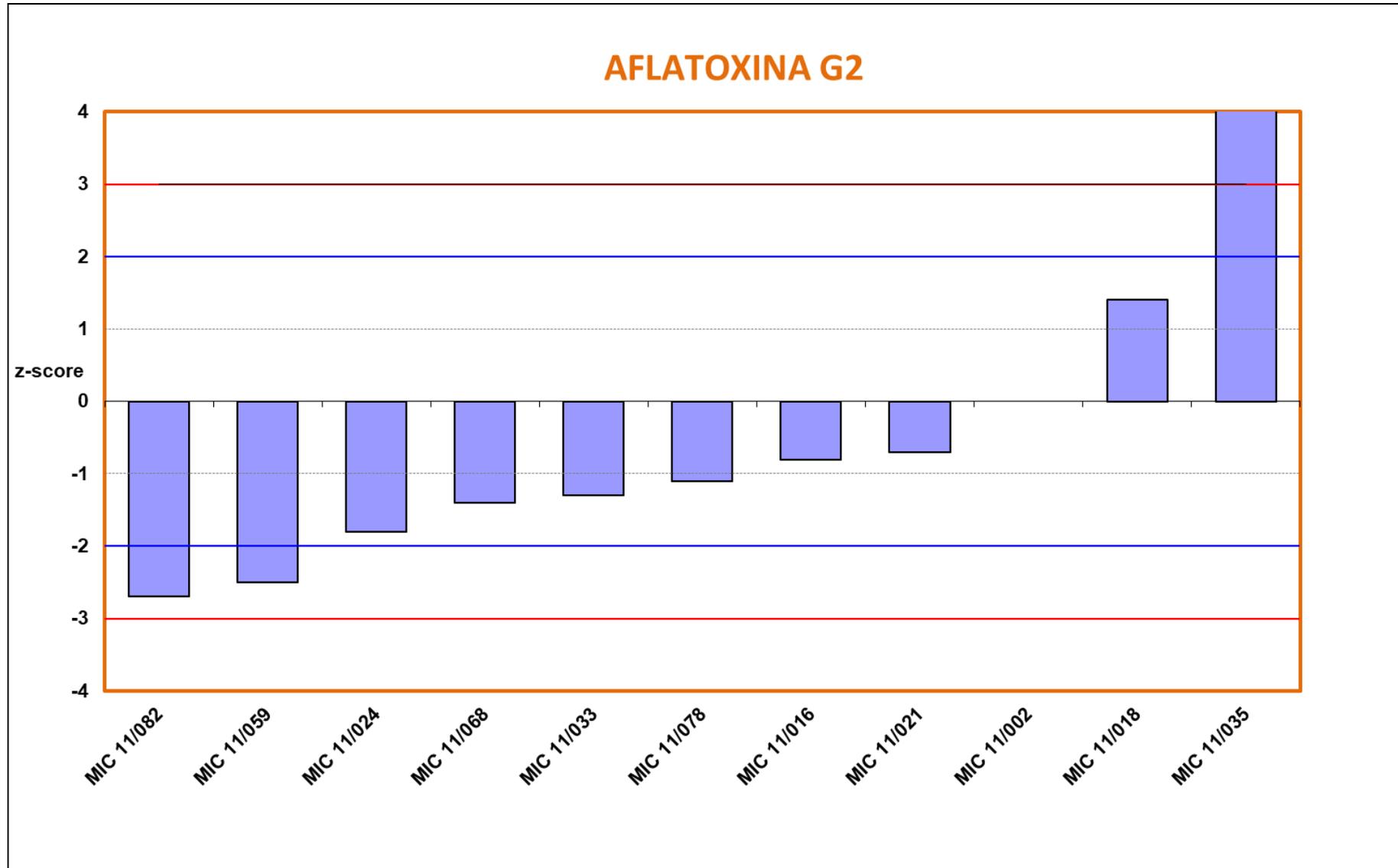
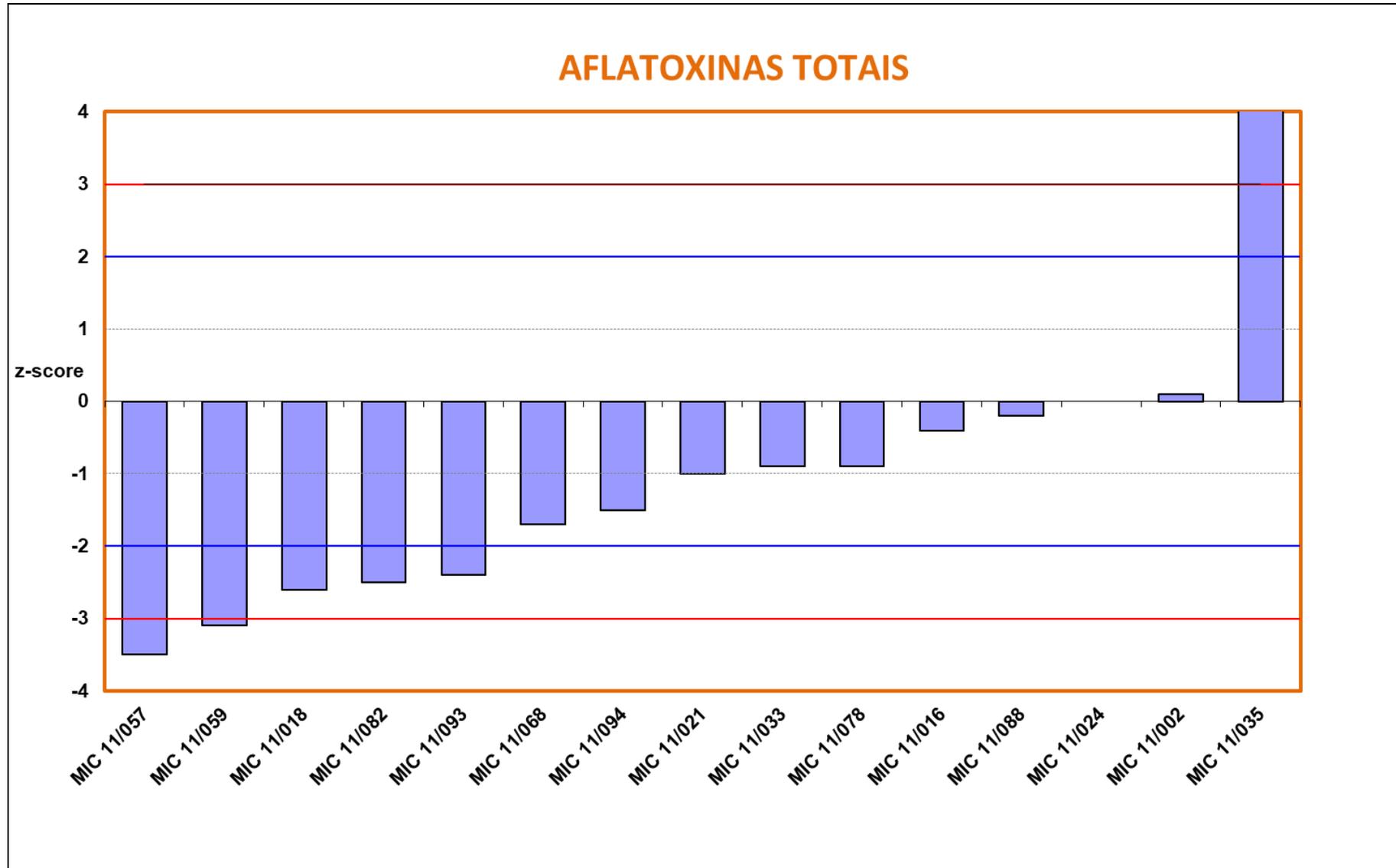


Figura 10: Gráfico de índice z – Aflatoxinas Totais.



8. Conclusões

A análise dos dados gerados neste EP sugere:

- Desempenho dos laboratórios: pode-se considerar como razoável, uma vez que somente sete (41,2%) dos laboratórios participantes obtiveram todos os resultados satisfatórios;
- De um total de 59 resultados numéricos, apenas trinta e sete (62,7%) foram considerados satisfatórios, com onze resultados questionáveis (18,6%) e outros onze resultados insatisfatórios (18,6%);
- 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 Ensaio de Proficiência” Rio de Janeiro: ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas, 2011.

de la Cruz, M.H.C; Nóbrega, Cardoso A. W. e M. H. W. M; [Ensaio de Proficiência para Determinação de Micotoxinas em Alimentos 9ª Rodada – Aflatoxinas em Milho](#), 43p, 2016.

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).

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](https://doi.org/10.1039/b000282h)) *Analyst*, 125, 385-386, 2000.

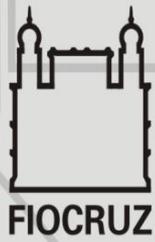
11. Laboratórios Participantes

A lista dos laboratórios que enviaram os resultados à coordenação do Programa é apresentada na [Tabela 7](#).

Tabela 7: Laboratórios participantes da 11ª Rodada do Ensaio de Proficiência para Determinação de Micotoxinas em Alimentos – Aflatoxinas em Milho.

Laboratórios Participantes
<i>AgroSafety Monitoramento Agrícola LTDA – Brasil</i>
<i>Centraal Laboratorium – Suriname</i>
<i>Food Intelligence Laboratório de Análise de Alimentos LTDA – Brasil</i>
<i>Instituto de Tecnologia de Alimentos – ITAL – Brasil</i>
<i>Instituto Nacional de Vigilancia de Medicamentos y Alimentos – Invima – Colômbia</i>
<i>Intecso Soluções e Inovações em Agronegócios LTDA – Brasil</i>
<i>Laboratorio de Controle de Calidad de San Jose – Honduras</i>
<i>Laboratório de Micotoxinas – FUNED – Brasil</i>
<i>Laboratório de Micotoxinas – LACEN-DF – Brasil</i>
<i>Laboratório Nacional e Análises de Resíduos (LANAR) – Honduras</i>
<i>Ministerio de Salud - Laboratorio Nacional de Referencia del Instituto Nacional de Salud – El Salvador</i>
<i>NQAC Araras – Nestlé Quality Assurance Center – Brasil</i>
<i>NSF Brasil Prestação de Serviços de Análises e Certificação LTDA – Brasil</i>
<i>Pró-Ambiente Análises Químicas e Toxicológicas LDTA – Brasil</i>
<i>Tecpar – Brasil</i>
<i>TUV SUD SFDK Laboratório de Análise de Produtos Erieli – Brasil</i>
<i>Upscience-Labs – Brasil</i>

- Total de participantes: 17 laboratórios.
- O código de cada participante **não** está associado à ordem da lista de participantes.



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