

PROTOCOLO DE ENSAIO DE PROFICIÊNCIA OU COMPARAÇÃO INTERLABORATORIAL

CONTROLE INTERLABORATORIAL DE MICOTOXINAS: CHECAGEM DE AMOSTRAS

MINISTÉRIO DA
AGRICULTURA
E PECUÁRIA

GOVERNO FEDERAL



PROTOCOLO DO PEP

CONTROLE INTERLABORATORIAL DE MICOTOXINAS: CHECAGEM DE AMOSTRAS PLANEP/PRIMAR/001/2025 V.2

1. Organização e Coordenação

Núcleo de Programas Interlaboratoriais e Materiais de Referência - PRIMAR/CDI/CGAL
Avenida Rômulo Joviano, S/N, Bairro Olaria - Pedro Leopoldo/MG
CEP 33250-220
primar@agro.gov.br

Gerência Geral

Erick Soares Lins - Coordenação de Desenvolvimento e Inovação Laboratorial – CDI/CGAL/DTEC/SDA
Roseane Brandão de Brito - Núcleo de Programas Interlaboratoriais e Materiais de Referência – PRIMAR/CDI/CGAL

Gerência Técnica

Eugênia Azevedo Vargas – Coordenação de Gestão de Demandas Laboratoriais - CDL/CGAL/DTEC/SDA
Equipe de apoio: Júlio César Veloso Terra – Coordenação de Gestão da Qualidade, Auditoria e Fiscalização Laboratorial - CQL/CGAL/DTEC/SDA

Gerência Estatística

Gabriel Barros de Oliveira - Núcleo de Programas Interlaboratoriais e Materiais de Referência – PRIMAR/CDI/CGAL

Laboratório executor (Laboratório oficial de referência)

Laboratório de Resíduos e Contaminantes em Alimentos (RCA) / Laboratório Federal de Defesa Agropecuária (LFDA-MG)
Rafael Pissinatti (Responsável), Mary Ane Gonçalves Lana (Responsável substituta), Eduardo Gonçalves Esteves (Chefe SELAB)
Equipe de apoio: Eliene Alves dos Santos, Gabriel Barros e Mateus Batista Gomes

2. Parceria

Não se aplica.

3. Objetivos

O *Controle Interlaboratorial de Micotoxinas: Checagem de Amostras* tem como objetivo a fiscalização (preventiva e corretiva), supervisão e monitoramento remoto, em bases continuadas, dos laboratórios credenciados pelo MAPA e LFDA para análises de micotoxinas.

É uma ferramenta que permite avaliar, demonstrar e contribuir para a comparabilidade, confiabilidade e credibilidade dos resultados analíticos emitidos pelos laboratórios supervisionados. Adicionalmente, pode ser utilizada no contexto de auditoria do laboratório, na investigação de suspeita de preparo inadequado amostras, na verificação da exatidão de resultados analíticos emitidos, de rejeições de lotes de produtos por países importadores, de existência de RASFF e apuração de denúncias diversas.

O *Controle Interlaboratorial de Micotoxinas: Checagem de Amostras* é uma comparação interlaboratorial pareada: resultado do laboratório oficial de referência *versus* resultado do laboratório credenciado ou LFDA supervisionado. Baseia-se na análise, por parte do laboratório oficial de referência, da alíquota de controle interlaboratorial (CI) de amostras oficiais arquivadas, cujos resultados já foram emitidos e não deve ser confundido com um ensaio de proficiência (EP).

Em um EP, organizado conforme requisitos estabelecidos pela ABNT NBR ISO/IEC 17043:2024, pressupõe-se que os itens de ensaio estejam na granulometria correta, com estabilidade e homogeneidade avaliadas, o que pode não ser o caso das amostras do *Controle Interlaboratorial*.

Durante as etapas do *Controle Interlaboratorial* é possível retroagir e avaliar como foi conduzido o processo de análise no laboratório supervisionado desde o preparo de amostras - ponto crítico para micotoxinas (granulometria e homogeneização) - passando pela metodologia, reportagem de resultado, atendimento ao tempo de guarda, etc. Ou seja, é possível inferir sobre todo o procedimento realizado na rotina do laboratório supervisionado.

4. Escopo

No *Controle Interlaboratorial de Micotoxinas: Checagem de Amostras*, a Coordenação de Gestão de Demandas Laboratoriais (CDL), a partir do demonstrativo de análise emitido pelos laboratórios credenciados e de relatórios de análises dos LFDA, seleciona e solicita aos laboratórios amostras de rotina arquivadas que serão alvo do controle interlaboratorial (CI). O laboratório recebe a solicitação, retira a via do CI do seu arquivo e a encaminha sob condições de congelamento ao laboratório de referência, juntamente com a documentação pertinente. Em seguida, o laboratório oficial de referência a recebe, realiza a análise crítica das condições de recebimento e a analisa. O resultado emitido é então comparado com o resultado liberado pelo credenciado ou LFDA supervisionado e um relatório de comparação interlaboratorial bilateral é emitido.

Estima-se a solicitação de 02 amostras por laboratório a cada rodada, e a realização de 3 rodadas no ano. As amostras serão solicitadas pela CDL/CGAL utilizando o e-mail credenciados.micotoxinas@agro.gov.br.

5. Critérios para participação

A participação no Controle interlaboratorial de micotoxinas é compulsória para:

- LFDA que trabalham com escopo de análises de micotoxinas em alimentos, e que não estejam atuando no Controle interlaboratorial como laboratório oficial de referência;
- laboratórios credenciados que compõem a Rede Nacional de Laboratórios Agropecuários, e que trabalham com escopo de análises de micotoxinas em alimentos.

Laboratórios postulantes ao Credenciamento junto ao MAPA também podem participar, caso definido pela CGAL.

6. Inscrições

Não se aplica. Vide item 5.

7. Cronograma

Rodadas	Solicitação da amostra ao laboratório supervisionado	Emissão do resultado pelo laboratório oficial de referência	Emissão do relatório
Rodada 1	Abril/2025	Maio/2025	Julho/2025
Rodada 2	Agosto/2025	Setembro/2025	Outubro/2025
Rodada 3	Outubro/2025	Novembro/2025	Dezembro/2025
Final	-	-	Janeiro/2026

8. Informações sobre os itens de ensaio

8.1 Seleção

As amostras são escolhidas, em número e periodicidade estabelecidas pelo Programa, por meio dos Demonstrativos de Análise encaminhados mensalmente pelos laboratórios credenciados ao e-mail credenciados.micotoxinas@agro.gov.br, dentro do período de no máximo 03 meses de armazenamento a partir da emissão do Relatório de Ensaio (RE). No caso dos LFDA supervisionados, as amostras são escolhidas com base em relatórios das análises realizadas no período, obtidos via LIMS.

A escolha da amostra (amostragem), dentro do escopo do respectivo laboratório, é dirigida levando-se em consideração o tipo de matriz (características físico-químicas e preparo), a micotoxina determinada (níveis de contaminação), possibilidade de falsos positivo e negativo dependendo da natureza da amostra, tamanho da amostra recebida e a subamostragem (amostra A, B, C), e o histórico analítico do laboratório.

8.2 Preparação e envio

As amostras do controle interlaboratorial devem ter sido preparadas pelos laboratórios supervisionados seguindo seus procedimentos internos e em conformidade ao descrito no DOC/CDL/003/001, e identificadas como amostras de CI.

As amostras de CI, correspondentes às amostras selecionadas, devem ser encaminhadas ao RCA/LFDA-MG congeladas, devidamente acondicionadas em caixa de isopor contendo gelo reciclável, de forma a preservar sua integridade durante o transporte. As amostras devem estar acompanhadas do FOR PRIMAR/002/01 devidamente preenchido e dos registros do preparo realizado pelo laboratório, em meio físico.

Paralelamente, o laboratório supervisionado deverá enviar ao e-mail credenciados.micotoxinas@agro.gov.br, cópias digitalizadas do FOR PRIMAR/002/01 preenchido, dos registros do preparo realizado pelo laboratório e, adicionalmente, dos respectivos Relatórios de Ensaio (RE) emitidos para estas amostras. Ressalta-se que não há necessidade que cópias dos RE acompanhem as amostras enviadas.

9. Recebimento de itens de ensaio

No recebimento das amostras no laboratório oficial de referência serão avaliados critérios de: identificação, temperatura, embalagem, integridade e documentação.

Caso a amostra seja considerada imprópria para ser analisada (por exemplo, deteriorada, em quantidade insuficiente, rompimento de lacre) será gerado um Termo de Rejeição de Amostra (TRA). A amostra não conforme poderá ser descartada e um nova amostra poderá ser solicitada ao laboratório remetente.

As amostras recebidas serão mantidas congeladas ($\leq -10^{\circ}\text{C}$ ou $\leq -15^{\circ}\text{C}$, conforme o tipo de produto) até o momento da realização das análises no laboratório oficial de referência.

10. Produtos e serviços providos externamente

As análises serão realizadas no Laboratório de Resíduos e Contaminantes em Alimentos (RCA)/Laboratório Federal de Defesa Agropecuária (LFDA-MG), como laboratório oficial de referência.

11. Realização dos ensaios

Antes da execução das análises, será realizada uma análise crítica das amostras com base nos seguintes critérios: inspeção visual do tamanho de partículas, segregação, homogeneização, qualidade e integridade dos frascos e dos lacres. Amostras com homogeneidade e granulometria inadequadas poderão prosseguir para análise e a informação será registrada.

As amostras de controle interlaboratorial serão analisadas seguindo procedimentos e métodos de análise utilizados na rotina do laboratório oficial de referência, observando todos os procedimentos de garantia da validade dos resultados.

Observações:

- Não será realizado nenhum procedimento adicional relacionado a remoagem e homogeneização das amostras, antes da realização das análises.
- A técnica do método de análise selecionado não necessariamente será a mesma da adotada pelo laboratório supervisionado, quando este emitiu o resultado oficial.

12. Instruções para envio de resultados ao provedor

Não se aplica.

13. Análise dos dados

A avaliação de desempenho dos laboratórios supervisionados será calculada através da estatística z-score:

$$z - score = \frac{\bar{x}_{cred} - \bar{x}_{LFDA}}{s_{Horwitz}}$$

Em que \bar{x}_{cred} é a média dos resultado do laboratório avaliado, \bar{x}_{LFDA} é a média do resultado do RCA/LFDA-MG e $s_{Horwitz}$ (desvio padrão oriundo do modelo preditivo de Horwitz modificado).

Caso um laboratório supervisionado reporte o resultado de uma amostra como NQ ou ND (abaixo do LQ), para efeito de cálculo do z-score, o valor de \bar{x}_{cred} será considerado como igual ao LQ relatado no Demonstrativo de Análise.

Caso o laboratório oficial de referência encontre um resultado de uma amostra como NQ ou ND (abaixo do LQ), para efeito de cálculo do z-score, o valor de \bar{x}_{LFDA} será considerado como igual ao LQ do método utilizado, bem como o valor de $s_{Horwitz}$ será obtido através desse mesmo valor de LQ.

Caso ambos laboratórios (laboratório supervisionado e o laboratório oficial de referência) encontrem resultado como NQ ou ND (abaixo do LQ) para a mesma amostra, o valor do z-score será considerado como nulo, ou seja, considera-se que houve total concordância entre os laboratórios.

14. Avaliação de desempenho

O critério para inferir se o resultado do laboratório avaliado é satisfatório ou não é:

- $-2 \leq z\text{-score} \leq 2$: laboratório é considerado satisfatório para aquela avaliação.
- $z\text{-score} < -2$ ou $z\text{-score} > 2$: o laboratório é considerado insatisfatório para aquela avaliação

15. Relatórios

Os relatórios serão emitidos bimestralmente, por laboratório supervisionado. Ao final das rodadas do ano serão emitidos os relatórios preliminares, com o compilado das rodadas. Após o prazo para envio de considerações, serão elaborados os relatórios finais.

O relatório conterá, dentre outras informações, as seguintes:

- descrição dos itens de ensaio;
- resultados individuais dos laboratórios supervisionados;
- procedimentos para análise estatística dos dados;
- informações relativas às amostras.

Os relatórios serão emitidos em formato pdf, e encaminhados por e-mail ao responsável pelo SGQ e/ou responsável técnico do laboratório supervisionado, a CDL/CGAL e CQL/CGAL.

O PRIMAR garante a autenticidade dos dados no arquivo original enviado em formato PDF.

Os relatórios são de uso restrito do MAPA e aos laboratórios supervisionados, não sendo permitido que o relatório do CI, ou partes dele, seja utilizado por terceiros, com fins promocionais ou publicitários.

16. Confidencialidade

Os dados dos laboratórios supervisionados são confidenciais e somente poderão se tornarem públicos por autorização da CGAL/DTEC/SDA.

Os resultados deste programa poderão ser utilizados em trabalhos científicos ou treinamentos a serem ministrados pela organização coordenadora, preservando-se a identidade dos laboratórios supervisionados.

Os laboratórios oficiais e credenciados que compõem a Rede de Laboratórios do Ministério da Agricultura e Pecuária estão sujeitos à quebra da confidencialidade em atendimento aos interesses do MAPA, independente da anuência.

17. Informações sobre falsificações

O laboratório supervisionado deve tomar todas as precauções para garantir a cadeia de custódia das amostras de controle interlaboratorial, prevenindo falsificação de amostras e resultados de análise.

O PRIMAR adota as precauções pertinentes para prevenção de fraudes, garantindo a confidencialidade das informações. Ainda que o PRIMAR adote medidas cabíveis para prevenir falsificações de resultados, convém que os laboratórios supervisionados sejam os responsáveis por evitá-las.

Em caso de suspeita de conluio ou falsificação de amostras ou resultados, as autoridades responsáveis serão imediatamente comunicadas.

18. Reclamações e apelações

Apelações, sugestões e reclamações consideradas pertinentes pelos laboratórios supervisionados deverão ser encaminhadas ao PRIMAR no e-mail primar@agro.gov.br, até 10 dias após a divulgação do relatório periódico, preliminar ou final do Controle Interlaboratorial.

19. Informações complementares

Resultados de análise discrepantes entre o laboratório supervisionado e o laboratório oficial de referência devem ser analisados criticamente pelos laboratórios e, caso necessário, correções imediatas, ações corretivas e ou ações preventivas devem ser tomadas.

20. Referências bibliográficas

ABNT NBR ISO/IEC 17043 – Avaliação da conformidade – Requisitos gerais para a competência de provedores de ensaio de proficiência. 2024. 42 p.

DOC CDL/003/01 – Cadeia de custódia da amostra: análise de micotoxinas – Laboratório.

HORWITZ W., ALBERT R. and NESHEIM S.; 1993; Reliability of Mycotoxin Assays – An Update; Journal of AOAC International; 76; 3.

THOMPSON M. Recent trends in inter-laboratory precision at ppb and sub-ppb concentrations in relation to fitness for purpose criteria in proficiency testing, Analyst, vol. 125, pp. 385-386, 2000.

21. Controle de alterações

Alteração da previsão do número de rodadas a serem realizadas em 2025 de 4 para 3.

Alterações do Cronograma (item 7):

- alteração do prazo de emissão do relatório da Rodada 1 para julho/2025;
- exclusão da Rodada 2;
- Rodadas 3 e 4 passaram a ser Rodadas 2 e 3, respectivamente.

MINISTÉRIO DA
AGRICULTURA
E PECUÁRIA

GOVERNO FEDERAL
BRASIL
UNIÃO E RECONSTRUÇÃO



Saiba mais sobre o LFDA:
<https://www.gov.br/agricultura/pt-br/assuntos/lfda>