

NA 5 Base de referencia para la variación analítica y, fuentes de error en determinaciones analíticas de alimentos a través de ensayos interlaboratorio. Comunicación.

Ramos, M.L.*¹, Frasson, M.F., Wawrzkiwicz, M. y Jaurena, G.¹

¹Universidad de Buenos Aires (Facultad de Agronomía) Av. San Martín 4453 (C1417 DSQ) Buenos Aires – Argentina.

*E-mail: mrmos@agro.uba.ar

Reference base for the analytical variation, and sources of error in analytical feed determinations through interlaboratory tests. Communication.

Introducción

La incertidumbre de la medición tiene importancia sobre los resultados analíticos para que sean confiables y reproducibles. Es un “parámetro no negativo que caracteriza a la dispersión de los valores atribuidos a un mensurando” (i.e. concentración de un analito). La variación analítica (VA, $2 \times$ Coeficiente de variación; FAO, 2012) se calcula para controlar la incertidumbre, pero raramente se cuenta con referencias para establecer comparaciones. Los ensayos de aptitud contribuyen a validar los resultados analíticos de los laboratorios, estimar la incertidumbre y generar puntos de comparación (ISO 17043-2010). El **objetivo** fue comparar las VA de un conjunto de laboratorios locales con los valores límites sugeridos por FAO y analizar las fuentes de variación entre e intra laboratorio (S_E y S_I respectivamente).

Materiales y métodos

Se utilizaron los resultados de las determinaciones de fibra en detergente neutro con amilasa, proteína bruta, cenizas y extracto etéreo (EE) obtenidos en el marco del **PROMEFA** (Programa para el mejoramiento de la evaluación de forrajes y alimentos; Centro de Investigación y Servicios

de muestras de alimentos Nutrición Animal, **CISNA**). Se utilizaron alimentos típicos de rumiantes (Cuadro 1) preparados y distribuidos entre los participantes durante el año 2018. El coeficiente de variación ($\%CV \geq 10$) fue utilizado para descartar los “outliers”. La variación entre réplicas para un mismo laboratorio fue medida como la VA (%) = $2 \times CV$ (%) --FAO, 2012--. Las VA para cada laboratorio se compararon con los límites sugeridos por FAO, i.e.: PB, $20/x+2$; EE, 10; Cenizas, $45/x+3$; FDN, $30/x+6$, siendo “x”: la media general para la ronda y analito correspondiente. Para estimar los parámetros S_E y S_I , los resultados fueron previamente depurados de aquellos cuyo “z” fue mayor a 3 (según metodología robusta de la Norma ISO 13528, Anexo C). Los componentes de varianza S_E y S_I se estimaron por análisis de varianza para cada analito y muestra.

Resultados y Discusión

La determinación de PB presentó la mayor proporción de laboratorios con VA superior a los límites sugeridos por FAO (Cuadro 1), indicando una alta incidencia de dificultades relativas a la técnica aplicada en muchos laboratorios (e.g. digestión, destilación). En segundo orden, la determinación de aFDN en matrices de alimentos concentrados presentó también una alta incidencia de laboratorios que superaron la VA esperada. Por otro lado, las determinaciones de cenizas y EE presentaron menor proporción de laboratorios fuera de los límites admitidos. Se observó que para $x > 100$ g/kg, la proporción de laboratorios con VA por encima de LVA se redujo. Por otro lado, para PB y Cenizas en todos los casos, la relación entre S_E y S_I fue menor a 2, indicando una contribución de magnitud similar entre ambas fuentes de variación. Por el contrario, en EE y aFDN la relación fue sustancialmente mayor, derivado de la mayor contribución de las diferencias entre laboratorios.

Conclusiones

Los resultados aportaron valores LVA de referencia que aplican a nuestras condiciones de trabajo y pueden ser aplicadas a alimentos para animales de uso común en nuestro país. Asimismo, se identificó la necesidad de ajustes analíticos, especialmente en las determinaciones de PB y aFDN

Agradecimientos

Agradecemos a los laboratorios participantes del PROMEFA por su apoyo y aporte a lo largo del tiempo.

Bibliografía

- FAO. 2012. Quality assurance for animal feed analysis laboratories. FAO Animal Production and Health Manual No14. Rome. pp 178.
- ISO/IEC 17043. 2010. Evaluación de conformidad - Requisitos generales para los ensayos de aptitud. pp 43.
- ISO/IEC 13528. 2005. Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons. pp 66.

Cuadro 1. Parámetros.

Analitos ¹	X [g/kg]	LVA ² (%)	PL>LVA ³ (%)	Componente de Varianza		
				S_E	S_I	S_E/S_I
Nitrógeno total						
Residuo galletita	10,3	2,3	75	0,45	0,44	1,0
Grano de sorgo	12,8	2,2	74	0,77	0,56	1,4
Harina de soja	79,9	2,0	45	2,38	1,73	1,4
Pasto llorón	6,8	2,5	71	0,34	0,39	0,9
Bal. lecheras	25,6	2,1	72	1,03	0,81	1,3
Cenizas						
Residuo galletita	21,2	5,1	25	0,78	1,1	0,7
Grano de sorgo	15,3	5,9	20	1,24	0,91	1,4
Harina de soja	74,7	3,6	40	4,44	2,75	1,6
Pasto llorón	58,6	3,8	18	2,93	2,02	1,5
Bal. lecheras	73,9	3,6	24	4,89	2,94	1,7
EE						
Residuo galletita	10,0	10,0	33	4,71	0,68	6,9
Grano de sorgo	38,1	10,0	31	11,19	2,82	4,0
Harina de soja	20,8	10,0	15	2,58	1,31	2,0
Pasto llorón	nc	nc	nc	nc	nc	nc
Bal. lecheras	41,7	10,0	25	8,24	2,6	3,2
aFDN						
Residuo galletita	63,8	6,5	58	17	5,38	3,2
Grano de sorgo	111,4	6,3	47	21,47	8,98	2,4
Harina de soja	107,5	6,3	44	25,28	6,1	4,1
Pasto llorón	773,2	6,0	0	14,65	13,87	1,1
Bal. lecheras	322,6	6,1	19	16,52	11,04	1,5

¹ PB, proteína bruta; EE, extracto etéreo; aFDN, fibra en detergente neutro con alfa amilasa.² Límite de variación analítica (FAO, 2012)

³ Proporción de laboratorios por encima de límite de LVA.