

Ensaio de Proficiência para Amostra de Feno de Alfafa Candidata a Material de Referência

Carla M. Bossu^{1,2*} (PG), Gilberto B. Souza¹ (PQ), Patricia H. T. Silva^{1,2} (PG), Ana Rita A. Nogueira¹ (PQ)

*carlabossu@yahoo.com.br

¹ Grupo de Análise Instrumental Aplicada – Embrapa Pecuária Sudeste, CP 339, CEP 13560-970, São Carlos – SP.

² Departamento de Química - Universidade Federal de São Carlos, CP 676, CEP 13560-970, São Carlos – SP.

Palavras Chave: ensaio de proficiência, material de referência certificado, forrageira.

Introdução

Por fornecer meios para checar, verificar e calibrar procedimentos de medição e instrumentação a importância dos materiais de referência certificados (CRM) na ciência da medição é reconhecida. Esses materiais são preparados para atender combinações específicas analito/matriz e, mesmo existindo milhares de CRMs em uso, ainda há carência em áreas estratégicas, tais como agricultura, saúde, ambiente e indústria. Dentro deste contexto, o Ensaio de Proficiência para Laboratórios de Nutrição Animal (EPLNA) coordenado pela Embrapa Pecuária Sudeste¹ foi utilizado para a avaliação de amostra de forrageira candidata a material de referência. A avaliação contou com a participação de 52 laboratórios. E os resultados foram utilizados no controle interno de qualidade dos laboratórios participantes.

Resultados e Discussão

A produção da amostra envolveu o preparo de 25 kg de feno de alfafa, previamente seca durante 48 horas em 65°C e moído em moinho de facas em aço inoxidável de bancadas, com peneiras de 1,00 mm. A homogeneidade da amostra foi avaliada de acordo com o procedimento estatístico recomendado pelas normas ABNT² e com o protocolo internacional para ensaio de proficiência em laboratórios analíticos³. Para o teste de homogeneidade foram realizadas determinações analíticas com dez repetições (N=10), sendo as alíquotas da amostra retiradas de cada frasco de forma aleatória e analisadas em duplicatas. O teor de proteína bruta (PB) foi a determinação utilizada para avaliar a homogeneidade. Os resultados foram comparados por meio do teste F com análises de variância (ANOVA). Não foram observadas diferenças significativas ($p=0,05$) para as amostras, indicando adequada homogeneidade. Para realização do Ensaio de Proficiência, a amostra foi enviada aos laboratórios participantes do EPLNA em frascos contendo cerca de 40 g de material, sendo quatro frascos enviados para cada laboratório para a realização das análises previstas a cada dois meses, de acordo com as normas do EPLNA. O restante da amostra foi dividida em frascos contendo aproximadamente 80g de material, sendo acondicionada em câmara fria à temperatura de 10°C e umidade relativa de 25%. As análises

realizadas foram voltadas aos ensaios normalmente realizados em laboratórios de nutrição animal, matéria seca (MS), proteína bruta (PB), fibra detergente ácido (FDA), fibra detergente neutro (FDN), fibra bruta (FB), teor de cinzas (Cinzas) e extrato etéreo (EE). Após o envio dos resultados pelos participantes por via eletrônica¹, e a exclusão dos resultados considerados “outliers” pelo teste de Hampel, foi feita a avaliação estatística dos resultados: média, desvio padrão, coeficiente de variação, primeiro quartil (P_{25}), terceiro quartil (P_{75}), intervalo interquartil ($IQ = P_{75} - P_{25}$), IQ normalizado ($IQN = IQ \times 0,7413$), mediana e número de determinações realizadas para cada análise. Para determinar o intervalo de confiança (IC), no nível de 95%, foi adotado o intervalo $|z| \leq 2,0$. A Figura 1 apresenta os valores do índice z para a amostra avaliada.

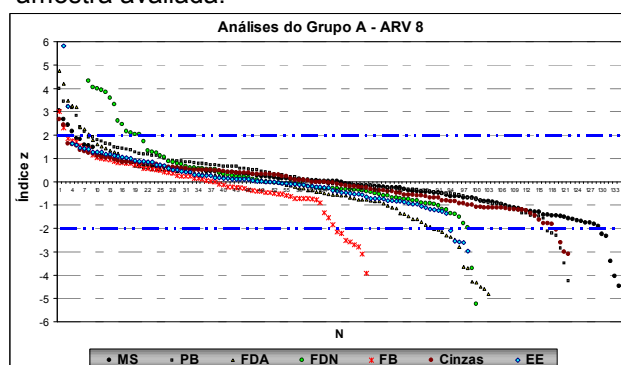


Figura 1. Gráfico com os valores do índice z para a amostra candidata a material de referência.

Conclusões

O estudo permitiu avaliar a estabilidade ao longo do período e o valor de consenso da amostra de feno de alfafa, candidata a material de referência e futuro uso no controle interno de qualidade dos laboratórios e validação de métodos de análises de nutrição animal.

Agradecimentos

CAPES, CNPq

¹ www.cppse.embrapa.br

² ABNT ISO/IEC GUIA 43-1: 1999.

³ Thompson, M., Ellison, S.L.R. & Wood, R., *Pure Applied Chemistry*, 2006, 78(1): 145.