

Ensaio de Proficiência em Laboratórios de Nutrição Animal para Amostras de Sal Mineral

Gilberto B. Souza^{1*} (PQ), Patricia H. T. Silva^{1,2} (PG), Carla M. Bossu^{1,2} (PG), Ana Rita A. Nogueira¹ (PQ), Victor R. Del Santo¹

*gilberto@cnpse.embrapa.br

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

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

Palavras Chave: ensaio de proficiência, material de referência certificado, sal mineral.

Introdução

A suplementação mineral visa suprir as necessidades de nutrientes inorgânicos dos animais uma vez que estão presentes em quantidades insuficientes nas forrageiras. O balanceamento da dieta, por meio de misturas minerais, tem o objetivo de complementar todos os nutrientes essenciais ao bom desempenho reprodutivo e produtivo, buscando atender as demandas metabólicas dos animais¹. Dessa forma, para assegurar que a concentração dos constituintes de um suplemento mineral esteja em conformidade com os níveis de garantia rotulados, é necessária a realização de análises químicas desses constituintes. Assim, o laboratório que realiza estas análises deve ter procedimentos de controle de qualidade, e neste contexto o uso de material de referência é essencial para garantia da qualidade dos resultados. O objetivo do presente trabalho é a produção de amostras referência de suplemento mineral (ARM) para ser empregado na validação de métodos de análises e no controle interno de qualidade dos laboratórios de nutrição animal que fazem parte do Ensaio de Proficiência para Laboratórios de Nutrição Animal (EPLNA)² coordenado pela Embrapa Pecuária Sudeste.

Resultados e Discussão

Para a produção da amostra referência de mistura mineral (ARM), foi utilizada uma amostra de sal mineral para vacas em lactação coletado no sistema de produção de leite da Embrapa Pecuária Sudeste, sendo moído 4 kg de amostra em almofariz de porcelana. Para a realização do Ensaio de Proficiência foram distribuídos para os laboratórios quatro frascos contendo 10 g de amostra. O restante da amostra foi dividida em frascos contendo aproximadamente 35 g de amostra, sendo estes acondicionados em câmara fria a temperatura de 10 °C e umidade relativa de 25%. A homogeneidade das amostras foi avaliada de acordo com o procedimento estatístico recomendado pelas normas ABNT³ e com o protocolo internacional harmonizado para ensaio de proficiência em laboratórios analíticos. Para cada tipo de material foram realizadas determinações analíticas com dez repetições (N=10), sendo as alíquotas retiradas das amostras aleatoriamente e analisadas em duplicatas. Foram determinados os

teores de Na e Cu não sendo observado diferença significativa para as amostras, indicando homogeneidade suficiente do material. Para cada análise, considerando todos os resultados e após a exclusão dos resultados considerados “outliers” pelo teste de Hampel, foi feita a avaliação estatística dos resultados, onde a média (**M**), desvio padrão (**sd**), coeficiente de variação (**cv%**), primeiro quartil (**P₂₅**), terceiro quartil (**P₇₅**), amplitude interquartilica (**IQ** = $P_{75} - P_{25}$), IQ normalizado (**IQN** = $IQ \times 0,7413$), mediana (**Méd**), número de análises realizadas (**N**), intervalos de confiança (**IC_{máximo}** e **IC_{mínimo}**) são apresentados na Tabela 1. Para determinar o valor Intervalo de Confiança (IC) das análises, com nível de confiança de 95 % foi adotado o Índice z , o qual permite a comparação direta dos resultados de diferentes analitos em diferentes unidades de concentração. Foram obtidos resultados para as análises dos macronutrientes (Ca, Mg, P, K e Na) e dos micronutrientes (Cu, Fe, Zn e Mn).

Tabela 1. Dados estatísticos para as análises da amostra referência de suplemento mineral para vacas em lactação.

	Ca	Mg	P	K	Na	Cu	Fe	Zn	Mn
	g kg ⁻¹ (m/m)					mg kg ⁻¹ (m/m)			
M	167,9	11,9	87,0	1,5	90,4	729	4885	2702	1436
sd	17,3	1,5	6,3	1,0	10,2	107	731	340	142
cv %	10,3	12,8	7,3	64,6	11,3	15	15	13	10
P₂₅	157,9	11,1	85,3	0,7	84,9	657	4490	2488	1360
P₇₅	179,8	12,9	90,6	2,0	98,4	788	5151	2894	1500
IQ	21,9	1,8	5,3	1,3	13,5	131	661	406	140
IQN	16,2	1,3	4,0	1,0	10,0	97	490	301	104
Med	169,8	11,8	87,9	1,4	91,3	723	4804	2659	1435
N	67,0	55,0	57,0	46,0	47,0	56	55	55	53
IC_{máximo}	200,3	14,8	100,4	3,3	112,3	918	5860	3337	1716
IC_{mínimo}	132,6	8,7	75,1	0,1	71,5	529	3676	2031	1147

Conclusões

A produção de materiais de referência por meio de ensaios de proficiência é um procedimento de baixo custo e conforme foi observado poderá ser empregados na validação de métodos de análises e no controle interno de qualidade dos laboratórios de nutrição animal que fazem parte do EPLNA com enfoque na exatidão dos resultados de análise.

Agradecimentos

CAPES, CNPQ

¹Andrigueto, J.M.; Perly, L.; Minardi, A.; Gemael, A.; Flemming, J.S.; Souza, G.A.; Bona, A. **Nutrição Animal**. 2 ed. São Paulo, 1999, v.1, 395p

²Ensaio de Proficiência para Laboratórios de Nutrição Animal (EPLNA) (2009). Disponível em: <http://eplna.cnpse.embrapa.br>.

³ ABNT ISO/IEC GUIA 43-1: 1999.