

Avaliação das propriedades de amostras utilizadas em Ensaio de Proficiência: método quantitativo e método qualitativo.

Mariana Dias^{1,2}(IC)*, Natália de P. Stranghetti^{1,2}(IC), Ana Rita de A. Nogueira² (PQ), Gilberto Batista de Souza² (PQ)

¹ Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos; ² Embrapa Pecuária Sudeste - São Carlos, SP.

Mariana_mmk@hotmai.com

Palavras Chave: NIRS, PCA, Ensaio de Proficiência

Introdução

O Ensaio de Proficiência para Laboratórios de Nutrição animal (EPLNA) da Embrapa Pecuária Sudeste, tem o intuito de avaliar a variabilidade dos resultados analíticos e o desempenho de laboratórios de nutrição animal, instalados no Brasil¹. Para avaliar a performance de cada laboratório, as amostras distribuídas aos participantes do EPLNA devem ser de diferentes espécies de forrageiras e de fontes de alimentos concentrados, sendo de composição química variável e concentração dos analitos abrangendo a faixa de concentração rotineiramente analisada pelos laboratórios. Porém, os lotes de material preparado para o EPLNA devem ser suficientemente homogêneos para cada analito, de modo que todos os laboratórios recebam amostras que não difiram significativamente nas concentrações do analito.

Os objetivos desse trabalho é comparar dois procedimentos, quantitativo e qualitativo, para avaliar a variabilidade da composição química bromatológica e também obter um indicativo da homogeneidade das amostras a serem submetidas ao EPLNA.

Foram utilizadas 8 tipos amostras divididas em dois grupos: forrageiras e alimentos concentrados. Foram avaliados os resultados referentes às seguintes determinações: matéria seca, fibra em detergente ácido, fibra em detergente neutro, fibra bruta, proteína bruta, e cinzas.

No procedimento quantitativo, para cada analito, foi empregado o método referencia (via úmida). Nesse procedimento as análises foram realizadas separando-se aleatoriamente 10 frascos de cada amostra e em cada frasco foram realizadas as análises em duplicatas. Para o procedimento qualitativo, foram obtidos os valores das reflectâncias em espectrofotômetro de infravermelho próximo (NIRS) da marca BÜCHI modelo NIR-Flex N-500, sendo realizadas duas repetições para cada subamostra dos mesmos frascos utilizados para o procedimento quantitativo, na faixa que abrange a região espectral de 4.500 a 10.000 cm^{-1} , com resolução de 4 cm^{-1} .

Para a avaliação e interpretação dos dados quantitativos e qualitativos, foi utilizada análise multivariada de componentes principais (PCA) executadas no Software Pirouette[®] 4.0.

Resultados e Discussão

As amostras de forrageiras estão identificadas como: capim xaraes (01), alfafa (07), cana de açúcar (19), capim estrela (20); e as amostras de alimentos concentrados como: quirera de milho (09), poupa cítrica peletizada (15), farelo de trigo (21) e ração para equinos (22). Após a construção da matriz dos dados quantitativos (Figura 1) e dados qualitativos (Figura 2), e realização da análise de componentes principais foi possível observar a discriminação das amostras em grupos distintos, tanto entre as espécies quanto para a mesma espécie. Também se observa que para a mesma amostra os resultados sugerem homogeneidade suficiente para o ensaio de proficiência.

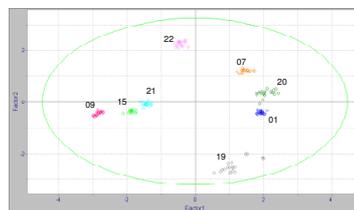


Figura 1. PCA dos resultados analíticos quantitativos obtidos pelos métodos de referência

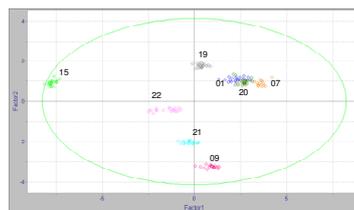


Figura 2. PCA dos dados qualitativos de reflectâncias obtidos por NIRS.

Conclusões

Conclui-se que os dois procedimentos empregados para a avaliação das propriedades das amostras utilizadas no EPLNA foram capazes de evidenciar a variabilidade da composição química das amostras e da homogeneidade.

Agradecimentos

Cnpq, Embrapa, INCTAA

¹Souza, G. B.; Nogueira, A. R. de A.; Santo, V. R. D.; Picchi, C. M. C.; Guimaraes, E. da S.; Junior, W. B. Proficiency testing of animal nutrition laboratories. Accreditation and Quality Assurance, v.14, N.8-9, p. 455-460, 2009

²ABNT ISO/IEC GUIA 43-1, 1999, Ensaios de Proficiência por Comparações Interlaboratoriais - Parte 1: Desenvolvimento e Operação de Programas de Ensaios de Proficiência.