



**ENSAIO DE PROFICIÊNCIA PARA LABORATÓRIOS
DE NUTRIÇÃO ANIMAL – EPLNA ANO 16**

Certificado de Análises

MATERIAL DE REFERÊNCIA DE FORRAGEIRA

***B. decumbes* cv. Basilisk**

Código: MRV 16

Data de emissão: Maio de 2014

Valores de referência para a fração massa (na base seca) atribuídos aos ensaios determinados no MRV 16.

Ensaio	Unidade	M	σ	cv (%)	N	$ z \leq 2$		$ z \leq 1$	
						LS	LI	LS	LI
MS	g/100g	94,16	0,71	0,8	167	95,58	92,74	94,87	93,45
PB		8,40	0,73	8,6	153	9,85	6,95	9,13	7,67
FDA		37,29	2,66	7,1	128	42,60	31,98	39,95	34,63
FDN		69,43	3,49	5,0	127	76,41	62,45	72,92	65,94
FB		29,92	1,84	6,2	113	33,61	26,23	31,76	28,08
Cinzas		9,93	0,39	3,9	157	10,71	9,15	10,32	9,54
EE		1,64	0,43	26,3	123	2,50	0,78	2,07	1,21
Lignina	g/100g	3,20	0,87	27,2	53	4,94	1,46	4,07	2,33
DIVMS		64,54	2,92	4,5	18	70,38	58,70	67,46	61,62
NNP		0,53	0,18	34,0	20	0,89	0,17	0,71	0,35
NIDN		0,31	0,24	77,4	17	1,19	0,43	0,55	0,07
NIDA		0,11	0,06	50,8	24	0,41	0,08	0,17	0,05
NITBF		0,65	0,24	37,2	6	1,13	0,17	0,89	0,41
Ca	g/kg	2,77	0,38	13,8	107	3,54	2,00	3,15	2,39
Mg		2,90	0,35	12,1	77	3,60	2,20	3,25	2,55
P		2,26	0,24	10,7	114	2,74	1,78	2,50	2,02
K		22,70	3,92	17,3	85	30,53	14,87	26,62	18,78
Na		0,33	0,31	94,8	64	-	-	0,63	0,02
Cu	mg/kg	5,01	1,96	39,1	77	8,92	1,10	6,97	3,05
Fe		219,01	28,76	13,1	80	276,53	161,48	247,77	190,24
Zn		26,01	4,65	17,9	84	35,30	16,72	30,66	21,36
Mn		41,69	5,09	12,2	85	51,88	31,50	46,78	36,60

M = média aritmética dos resultados; σ = desvio padrão após exclusão de outliers; cv % = coeficiente de variação; N = número de determinações realizadas; intervalos de confiança baseado na distribuição normal padrão z: $|z| \leq 2$ valores dentro de dois desvios padrão da média (95% de confiança); $|z| \leq 1$ valores dentro de um desvio padrão da média (68% de confiança); LS = limite superior; LI = limite inferior;

Ensaio colaborativo

Os resultados acima foram obtidos através do ensaio colaborativo realizado em 2013 com a participação efetiva de empresas da iniciativa privada, instituições de pesquisa estatais e de ensino superior e Unidades da Embrapa, participantes do EPLNA.

Obtenção do material

A amostra foi coletada na Embrapa Pecuária Sudeste. A amostra de forrageira foi desidratada em estufa com circulação de ar a temperatura de 60 °C por 72h. Após, 25 kg da amostra foi moída em moinho de facas em aço inoxidável (moinho tipo Wiley), com peneiras de 1 mm (1000µm) de abertura. Após as etapas de secagem e moagem, a amostra homogeneizada e em seguida foi envasada em frascos com aproximadamente 100g de material.

Uso pretendido

Esta amostra destina-se ao uso como um material de referência para a determinação dos ensaios previstos no EPLNA (grupo A, B e C). O material também pode

ser utilizado em controle de qualidade para a avaliação de um trabalho analítico, para a validação de métodos de análise e para o controle de qualidade dentro do laboratório.

Preparação do material

Após o envase do material, resultando em um total de 110 frascos contendo 100 g de amostra para cada frasco, para assegurar a estabilidade a longo prazo e esterilização do material, foi realizada irradiação com raios gama (Co^{60}) (5 a 10 kGy) no Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN).

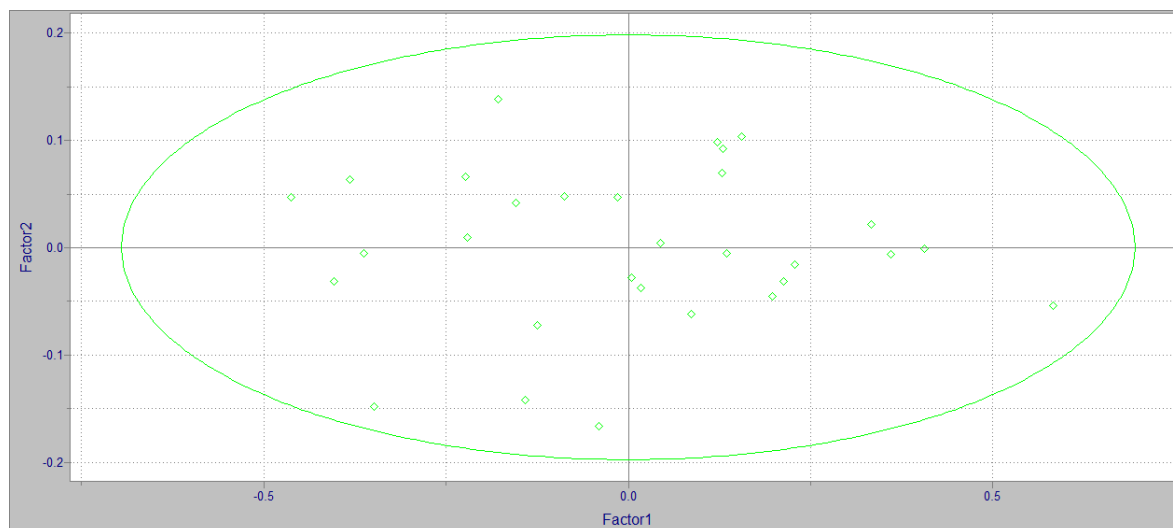
Instruções para uso

A massa mínima para a análise deve seguir a metodologia analítica para cada tipo de ensaio. Deve-se realizar uma homogeneização manual prévia do frasco antes da análise e deve-se tomar as devidas precauções para evitar a contaminação do material restante no frasco.

Homogeneidade

Para o estudo da homogeneidade foram reservados 10 frascos, escolhidos de forma aleatória, sendo que a obtenção dos espectros de infravermelho foi realizada com três repetições independentes em cada frasco. Para a verificação da variabilidade entre frascos foi utilizado espectrofotômetro de infravermelho próximo (NIRS) da marca BÜCHI modelo, NIR-Flex N-500 na faixa que abrange a região espectral de 4.500 a 10.000 cm^{-1} , com resolução de 4 cm^{-1} . A partir dos valores de reflectância foi realizada análise multivariada de componentes principais (PCA) e dessa forma foi possível avaliar de forma qualitativa a homogeneidade da amostra intrafrascos e interfrascos.

Por meio da PCA, considerando os resultados de reflectância para cada tipo de amostra (dez frasco e três repetições em cada frasco) e considerando o intervalo de 95% de confiança (o intervalo delineado pelo círculo no gráfico da PCA) e a distribuição nos quatro quadrantes, se observa homogeneidade suficiente.



Armazenamento

O material deve ser mantido fechado no frasco original e armazenado no escuro em temperatura de aproximadamente 25 °C. Os frascos também podem ser armazenado em dessecador.

Determinação do peso seco

Todos os valores estão expressos na base seca. Portanto, o peso seco tem de ser determinado no momento da análise, utilizando-se sub-amostras separadas de pelo menos 1g até peso constante em estufa a temperatura de 105 °C em alíquota que não será utilizada para determinação dos elementos de interesse.

Prazo de validade

Estipulou-se que o tempo de prateleira poderia ser em torno de 2 anos para o candidato a material de referência de forrageira. É possível que o material seja estável por tempo maior que o definido.

Referências

¹ABNT, ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Termos e definições relacionados com materiais de referência. 1 ed. Rio de Janeiro: ABNT, 2000a (ABNT ISO Guia 30).

²ABNT, ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Materiais de referência – Conteúdo de certificados e rótulos. 2 ed. Rio de Janeiro: ABNT, 2002 a (ABNT ISO GUIA 31).

³ABNT, ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Calibração em química analítica e uso de materiais de referência certificados. 1 ed. Rio de Janeiro: ABNT, 2000b (ABNT ISO Guia 32).

⁴ABNT, ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Utilização de materiais de referência certificados. 1 ed. Rio de Janeiro: ABNT, 2002b (ABNT ISO Guia 33).

⁵ABNT, ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Requisitos gerais para a competência de produtores de material de referência. 1 ed. Rio de Janeiro: ABNT, 2004 (ABNT ISO GUIA 34).

⁶ISO, International Organization for Standardization, 2006, Reference materials – General and statistical principles for certification (ISO Guide 35). 3rd ed. Genève, Switzerland, 64p.

Emitido e fornecido por

Embrapa Pecuária Sudeste
Rodovia Washington Luiz, km 234 Caixa Postal 339 13560-970 São Carlos SP