

Validação do método de determinação de matéria mineral empregado em diferentes matrizes utilizadas na nutrição animal

Natalia Geraldo Cecilio¹; Thayse Christina Elias de Oliveira²; Gabriela Momenté Masselli²; Guilherme Cazagrande Félix³; Vinicius Wellington dos Santos de Souza³, Cristina Maria Cirino Picchi⁴; Gilberto Batista de Souza⁵; Avelardo Urano de Carvalho Ferreira⁵.

¹Graduada em Química, Bolsista de Desenvolvimento Tecnológico e Inovação - C, Embrapa Pecuária Sudeste, São Carlos, SP; cecilionatalia1@gmail.com ²Aluno de graduação em Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP. Bolsista PIBITI/CNPq, Embrapa Pecuária Sudeste, São Carlos, SP ³Aluno de graduação em Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP. Estagiário, Embrapa Pecuária Sudeste, São Carlos, SP ⁴Técnica Embrapa Pecuária Sudeste, São Carlos, SP; ⁵Analista Embrapa Pecuária Sudeste, São Carlos, SP; avelardo.ferreira@embrapa.br

Em concordância com o Ciclo da Garantia de Qualidade Analítica (CGQA), é necessário que o laboratório realize a validação de seus métodos para demonstrar que o método é reproduzível, exato, preciso e adequado para o propósito pretendido. O Laboratório de Nutrição Animal da Embrapa Pecuária Sudeste, em cumprimento ao CGQA, emprega materiais de referência (MR) nas suas análises de rotina e participa regularmente de ensaios de proficiência. A matéria mineral, ou cinzas, é o resíduo inorgânico gerado após a combustão da matéria orgânica do alimento seco. A matéria orgânica é decomposta em gás carbônico, vapor de água e outros gases, como óxidos de nitrogênio e enxofre. A determinação da matéria mineral é importante como indicativo de pureza e de adulteração de alguns alimentos e na identificação da presença de contaminantes inorgânicos. Este trabalho teve como finalidade calcular os parâmetros de validação para a determinação de teores de matéria mineral de alimentos empregados na nutrição animal através do método de cinzas secas. Consiste na pesagem de 1g de amostra seca e moída a 1 mm de granulometria, determinação de umidade e calcinação da amostra em forno mufla com rampa de temperatura até 600°C por 4h, para garantir a queima total da matéria orgânica. Inicialmente ocorre a evaporação da água, seguido de substâncias voláteis até a oxidação e evaporação da matéria orgânica. Após a queima, os resíduos de cinza foram pesados para obtenção dos teores de matéria mineral. A validação foi baseada no documento orientativo sobre validação de métodos analíticos - DOQ-CGCRE-008/Inmetro (Revisão 07 – Julho 2018). Os parâmetros de validação determinados foram: precisão quanto à repetibilidade (*r*) e reproduzibilidade (*R*) e veracidade (recuperação), determinada com o uso de quatro MRs provenientes do Ensaio de Proficiência de Laboratórios de Nutrição Animal (EPLNA) (milho parte aérea (*Zea mays* - MRV18), sorgo em grãos (MRC16), *Panicum maximum* cv. Tobiatā (MRV17) e farelo de soja (MRC15)). Os MRs empregados apresentaram faixa dos valores de matéria mineral entre 1,24% e 7,62% (m/m). O desvio padrão relativo (DPR) foi o critério para a avaliação da repetibilidade, obteve-se resultados < 5%. Os índices de recuperação obtidos foram > 96%. Os parâmetros de validação obtidos se mostraram de acordo com requisitos internacionais de validação, conforme o AOAC (Appendix F: Guidelines for Standard Method Performance Requirements).

Apoio Financeiro: Embrapa BRS Aqua, BNDES e PIBITI/CNPq (Processo nº:180217/2020- 8); PIBITI/CNPq (Processo nº: 421502/2017-7); DTI-C/CNPq (Processo nº380679/2021-3.)

Área: Ciências Exatas e da Terra

Palavras-chave: Validação de Métodos, Matéria Mineral, Forrageiras, Nutrição Animal