



Serviço Público Federal  
Ministério do Desenvolvimento, Indústria, Comércio e Serviços  
Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia (Inmetro)

# *Relatório de Material de Referência*

**DIMCI 0565/2022a**

**Número do Relatório**

## ***Identificação do item***

Material de Referência (MR) de cereal infantil

## ***Unidade produtora***

Divisão de Metrologia Química (Dquim)

## ***Numeração do lote***

MR 8966.0001

## ***Código do serviço***

8966

***Data de emissão:*** A data de emissão deste relatório é correspondente à data da última assinatura eletrônica presente ao final do relatório.

## ***Declaração***

O MR e seu relatório atendem aos requisitos das normas ABNT NBR ISO 17034[1] e ABNT NBR ISO/IEC 17025[2] e ao guia ABNT ISO GUIA 31[3]. Este relatório é válido apenas para o item acima, não sendo extensivo a quaisquer outros e somente pode ser reproduzido de forma integral.

## ***Descrição e preparação do MR***

Este Material de Referência (MR) consiste de cereal infantil devidamente homogeneizado. O MR foi envasado em frasco de vidro âmbar contendo aproximadamente 80 g de amostra.

## ***Uso pretendido***

Este MR tem sua utilização destinada ao controle da qualidade, ao desenvolvimento e à validação de métodos de análise para cereal infantil e matrizes similares. A comutatividade deste MR não foi avaliada.

### **Valor informativo**

Valor informativo é um valor não certificado que não atende aos requisitos da ABNT NBR ISO 17034 para a certificação e pode ou não ser fornecido com incerteza associada. Esta incerteza pode refletir apenas a precisão das medições e não incluir todas as fontes de incerteza ou refletir uma falta de concordância estatística suficiente entre diferentes métodos.

Os valores de propriedade do MR com suas incertezas expandidas ( $U$ ) para um nível de confiança de aproximadamente 95 % e fator de abrangência  $k=2$  [4] estão discriminados na Tabela 1. A incerteza expandida foi calculada pela multiplicação do fator de abrangência com a combinação das contribuições da incerteza padrão dos estudos de homogeneidade, estabilidade na condição de transporte, estabilidade na condição de armazenamento e caracterização [5]. Estes valores de propriedade são para base seca. Desta forma, deve-se levar em conta o procedimento para determinação do teor de água e considerar sua respectiva quantidade no resultado do laboratório antes da utilização dos valores de propriedade do MR.

**Tabela 1: Valores de propriedade e incertezas expandidas**

Parâmetro	Valor (g/100 g)	$U$ (g/100 g)
Teor de cinzas	1,39	0,11
Teor de proteínas	9,77	0,94
Teor de carboidratos	75,3	9,9
Teor de lipídios	1,20	0,43

Os valores de propriedade do MR são métodos-dependentes, ou seja, os mesmos são válidos para os métodos analíticos usados nos estudos de caracterização, homogeneidade e estabilidade descritos a seguir.

### **Método analítico**

Para os estudos de homogeneidade, estabilidade para o transporte e estabilidade de armazenamento foram utilizados os métodos descritos abaixo:

1. Determinação do teor de cinzas por incineração em forno mufla a 550 °C;
2. Determinação do teor de proteínas por *Kjeldahl*;
3. Determinação do teor de carboidratos por *Lane Eynon* com hidrólise ácida prévia; e
4. Determinação do teor de lipídios através de extração em *Soxhlet* com hidrólise ácida prévia.

Para o estudo de caracterização, foram utilizados os métodos descritos abaixo:

1. Determinação do teor de cinzas por incineração em forno mufla a 550 °C;
2. Determinação do teor de proteínas por *Kjeldahl*;
3. Determinação do teor de carboidratos por *Lane Eynon* com hidrólise ácida prévia; e
4. Determinação do teor de lipídios através de extração líquido-líquido com éter etílico e éter de petróleo com hidrólise ácida prévia.

A correção dos valores de propriedade para base seca foram realizadas através da determinação do teor de água por titulação coulométrica *Karl Fischer*. A perda por dessecação a 105 °C também pode ser usada conforme descrito nas "Instruções para uso".

### **Subcontratação**

Não aplicável.

### **Instruções para uso**

O MR somente deve ser aberto após atingir a temperatura ambiente do laboratório. A alíquota mínima que deve ser utilizada é de 0,05 g para determinação de água pelo método de *Karl Fischer*, 2 g para perda por dessecação, 2 g para o teor de cinzas, 1 g para o teor de proteínas, 2,0 g para o teor de lipídios e 2,5 g para o teor de carboidratos.

O relatório não terá valor caso o MR seja danificado, contaminado ou alterado.

Após aberto, este MR deve ser manipulado apenas durante o tempo necessário para a realização da medição e, após o uso, fechado e armazenado a  $(-20 \pm 5) ^\circ\text{C}$ , podendo ser novamente utilizado desde que seguidas as instruções contidas neste relatório. O contato com possíveis contaminantes (por exemplo, vapores ácidos e óxidos) deve ser evitado. **Todos as propriedades estão declaradas em base seca. Portanto, o usuário deverá converter os valores obtidos em suas medições para base seca ao utilizar este MR, determinando o teor de água durante o uso do material.**

### Determinação de teor de água

Conforme explicitado anteriormente, é necessário determinar o teor de água para utilizar os valores declarados para este MR. Para essa determinação, pode-se utilizar os métodos de titulação coulométrica por *Karl Fischer* ou de perda por dessecação descrito a seguir: tarar um recipiente com tampa previamente seco durante 1 hora em estufa a  $105 ^\circ\text{C}$ ; pesar 2 g de amostra dentro deste recipiente; manter o recipiente com amostra na estufa a  $105 ^\circ\text{C}$  durante 3 horas; pesar o recipiente com amostra; antes da etapa de aquecimento e durante o resfriamento, colocar o recipiente em um dessecador com sílica gel. O recipiente deve ser tampado quando estiver fora da estufa e destampado quando estiver dentro da mesma. Recomendam-se as referências [6] e [7] para a determinação do teor de água por perda por dessecação.

### Transporte e armazenagem

O MR deve ser armazenado a  $(-20 \pm 5) ^\circ\text{C}$ . Após o uso, o frasco deve ser colocado na bolsa aluminizada na qual o MR foi enviado e mantido na temperatura de  $(-20 \pm 5) ^\circ\text{C}$ .

Todas as informações referentes ao transporte e segurança estão contidas na FISPQ (Ficha de Informação de Segurança de Produtos Químicos), disponíveis no endereço eletrônico ([http://www.inmetro.gov.br/metcientifica/formularios/form\\_mrc.asp](http://www.inmetro.gov.br/metcientifica/formularios/form_mrc.asp)).

### Prazo de validade

O MR 8966.0001 é válido até **31 de março de 2026**.

Este MR poderá ser utilizado após aberto desde que seja manuseado e armazenado de acordo com as instruções contidas neste relatório.

O relatório não terá valor caso o MR seja danificado, contaminado ou alterado.

O Inmetro mantém um programa de monitoramento de todos os MR e MRC. Qualquer alteração no valor de referência ou no valor certificado durante o prazo de validade será comunicada ao usuário.

Atribuições	Nomes
Chefe da Divisão de Metrologia Química	Janaína Marques Rodrigues Caixeiro
Chefe do Laboratório de Análise Orgânica	Eliane Cristina Pires do Rego
Responsáveis pelas medições analíticas	Renata Cristina Scarlato; Nara Godinho Motta Miranda; Lucas Junqueira de Carvalho; Tânia Maria Monteiro.
Responsáveis pela avaliação dos resultados	Janaína Marques Rodrigues Caixeiro; Eliane Cristina Pires do Rego; Lucas Junqueira de Carvalho; Tânia Maria Monteiro.

## Observações

Este relatório cancela e substitui o relatório DIMCI 0565/2022 emitido em 16/05/2022.

## Histórico de revisão

14/03/2024: Extensão da validade do material.

## Referências

- [1] ABNT NBR ISO 17034:2017, Requisitos gerais para a competência de produtores de material de referência.
- [2] ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017, Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração.
- [3] ABNT ISO GUIA 31:2017, Materiais de Referência – Conteúdo de certificados, rótulos e documentação associada.
- [4] Avaliação de dados de medição - Guia para a expressão de incerteza de medição – GUM 2008. Tradução da 1ª edição de 2008 da publicação *Evaluation of measurement data - Guide to the expression of uncertainty in measurement* – GUM 2008, do BIPM. Duque de Caxias - RJ, 2012. Publicado pelo Inmetro.
- [5] ABNT ISO GUIA 35:2020, Materiais de referência – Guia para caracterização e avaliação da homogeneidade e estabilidade.
- [6] AOAC - *Association of Official Analytical Chemists. Official Methods of Analysis of AOAC International. 18. ed., current Through Revision 2.* Washington DC USA, 2007. AOAC Official Method 927.05 – Moisture in Milk Powder – First Action 1927 – References: *JAOAC* 10, 308 (1927); 11, 289 (1928).
- [7] INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Métodos físico-químicos para análise de alimentos / coordenadores Odair Zenebon, Neus Sadocco Pascuet e Paulo Tiglea. 4. ed. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2008. 1020 p. Perda por dessecação (umidade) – Secagem direta em estufa a 105 °C. Capítulo 4- Procedimentos e determinações gerais (O12/IV).



DOCUMENTO ASSINADO ELETRONICAMENTE COM FUNDAMENTO NO ART. 6º, § 1º, DO [DECRETO Nº 8.539, DE 8 DE OUTUBRO DE 2015](#) EM 19/03/2024, ÀS 14:03, CONFORME HORÁRIO OFICIAL DE BRASÍLIA, POR

ELIANE CRISTINA PIRES DO REGO

Chefe do Laboratório de Análise Orgânica



DOCUMENTO ASSINADO ELETRONICAMENTE COM FUNDAMENTO NO ART. 6º, § 1º, DO [DECRETO Nº 8.539, DE 8 DE OUTUBRO DE 2015](#) EM 20/03/2024, ÀS 09:51, CONFORME HORÁRIO OFICIAL DE BRASÍLIA, POR

JANAINA MARQUES RODRIGUES CAIXEIRO

Chefe da Divisão de Metrologia Química

A autenticidade deste documento pode ser conferida no site [https://sei.inmetro.gov.br/sei/controlador\\_externo.php?acao=documento\\_conferir&id\\_orgao\\_acesso\\_externo=0](https://sei.inmetro.gov.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0), informando o código verificador **1755622** e o código CRC **0FA85633**.



**Inmetro – Av. Nossa Senhora das Graças, 50 – Xerém – Duque de Caxias – RJ – Brasil – CEP: 25250-020**  
**Dimci – Tel: (21) 2679 9077/9210 – e-mail: mrc-solicitacao@inmetro.gov.br**