

## Estudo da Homogeneidade de Solo Arenoso Candidato a Material de Referência

Tatiane R. Verhalen<sup>1, 2\*</sup> (PG), Caroline S. da Silva<sup>1, 2</sup> (PG), Carla M. Bossu<sup>3</sup>, Gilberto B. de Souza<sup>2</sup> (PQ), Ana R. A. Nogueira<sup>1, 2</sup> (PQ). E-mail: [tatianeverhalen@gmail.com](mailto:tatianeverhalen@gmail.com)

<sup>1</sup>Grupo de Análise Instrumental Aplicada, Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP, Brasil.

<sup>2</sup>Embrapa Pecuária Sudeste, São Carlos, SP, Brasil.

<sup>3</sup>Instituto de Química, Universidade de São Paulo, São Paulo, SP, Brasil.

Palavras Chave: estudo de homogeneidade, material de referência, solo contaminado.

### Introdução

A produção de material de referência certificado baseia-se em quatro etapas: preparo e envase do material; avaliação da homogeneidade; teste de estabilidade a curto e a longo prazos, e certificação do material. Serão apresentados os resultados referentes à avaliação da homogeneidade e a incerteza associada à homogeneidade dos contaminantes inorgânicos (As, Cd, Pb, Cr) e macro e micro nutrientes de amostra de solo arenoso, candidato a material de referência. Para isso, 65 kg de amostra de solo arenoso previamente contaminado com As, Cd, Cr, Pb foi seca, moída, homogeneizada e envasada em 645 frascos de vidro âmbar, contendo 100 g de amostra em cada frasco. Para o teste de homogeneidade foram selecionados aleatoriamente 12 frascos do lote preparado<sup>1</sup>. Para o preparo de amostra, utilizou-se 200 mg de solo, 10 mL de HNO<sub>3</sub> (14 mol L<sup>-1</sup>) e foi realizada a digestão em micro-ondas com cavidade, conforme a EPA 3051A<sup>2</sup>. As determinações de As, Cd, Pb, Cr, Ca, Cu, Fe, Na, K, Mg, Mn, P e Zn foram realizadas por espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado ICP OES (Thermo).

### Resultados e Discussão

Para avaliar se há ou não homogeneidade dos elementos no lote do material de solo candidato a material referência foi utilizado como ferramenta estatística ANOVA de fator único no nível de significância de 5% ( $\alpha = 0,05$ ). Dessa forma, considerando-se valor crítico de  $F_{11, 24} (\alpha = 0,05) = 2,22$  é possível observar na Tabela 1 que os elementos As, Cd, Cr, Pb, Ca, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na e P, não apresentaram diferenças estatísticas significativas podendo ser considerados homogêneos. Para o Zn houve diferença estatística significativa e dessa forma, o material não foi considerado homogêneo para esse elemento ( $F_{\text{calculado}} > F_{\text{crítico}} (6,08 > 2,22)$ ).

O cálculo da incerteza padrão à não homogeneidade foi realizado conforme a ISO Guide 35<sup>1,3</sup>. Na Tabela 1, estão os resultados das

incertezas padrão ( $u_{bb}$ ) à não homogeneidade do material de solo candidato a material de referência.

**Tabela 1.** Valores do F calculado, valor-p e as incertezas referentes à homogeneidade do material de solo candidato a material de referência.

Elemento	F cal.	Valor-p	$u_{bb}$ (mg kg <sup>-1</sup> )
As	0,84	0,60	0,78
Ca	0,83	0,62	7,52
Cd	2,13	0,06	1,91
Cr	0,70	0,72	2,25
Cu	1,42	0,23	0,22
Fe	1,79	0,11	585,88
K	0,83	0,61	3,49
Mg	0,42	0,93	8,68
Mn	2,10	0,07	4,04
Na	1,20	0,34	1,01
P	1,81	0,11	4,22
Pb	1,89	0,10	3,23
Zn	6,08	0,0001	0,97

$u_{bb}$ : Incerteza padrão à não homogeneidade; F cal.: F calculado.

### Conclusões

O teste de homogeneidade é de grande relevância por garantir a confiabilidade ao material de referência. Neste estudo os elementos As, Cd, Pb, Cr, Ca, Cu, Fe, Na, K, Mg, Mn, P apresentaram homogeneidade adequada para a amostra de solo arenoso candidato a material de referência.

### Agradecimentos

CAPES, CNPq, INCTAA e Thermo.

<sup>1</sup> ISO Guide 35. Reference materials: general and statistical principles for certification. Switzerland: ISO, 2006.

<sup>2</sup> METHOD 3051A. Microwave assisted acid digestion of Sediments, sludges, soils, and oils. 1988.

<sup>3</sup> Chui, Q.S.H.; Iamashita, C.O.; Bispo, J.M.A. *Quim. Nova* **2005**, *28*, 497.