

Estudos de homogeneidade para análise elementar em fosfatos de rocha candidato a material de referência.

Caroline S. da Silva^{1,2*} (PG), Silmara R. Bianchi³ (TC), Clarice D. B. do Amaral^{1,2} (PG), Gilberto B. de Souza² (PQ), Ana Rita de A. Nogueira (PQ)².

*carollinesantos@yahoo.com.br

¹Grupo de Análise Instrumental Aplicada, Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos - SP, ²Embrapa Pecuária Sudeste, São Carlos - SP, ³Embrapa Solos, Rio de Janeiro - RJ.

Palavras Chave: teste de homogeneidade, material de referência, fosfatos de rocha, análise elementar.

Introdução

A qualidade dos alimentos apresenta relação direta com os elementos químicos presentes no solo, condições do ambiente, os métodos de produção e processamento, exposição a defensivos agrícolas e fertilizantes, além do local de origem do produto agrícola. Dentre as principais fontes de contaminação do solo e das plantas podemos destacar os fertilizantes comerciais, corretivos do solo, inseticidas, herbicidas e fungicidas.^{1,2} A determinação dos níveis de nutrientes e contaminantes em fosfatos de rocha é importante, e com isso a disponibilidade de materiais de referência permite avaliar a precisão e a exatidão dos resultados para um controle interno de qualidade. Na produção de um material candidato a referência, o teste de homogeneidade deve ser projetado para avaliar a variabilidade devido a possível heterogeneidade do material.³ Com isso, o objetivo desse trabalho foi avaliar a homogeneidade para As, Ca, Cd, Cr e Ni em amostras de fosfato de rocha candidato a material de referência.

Resultados e Discussões

A amostra de fosfato de rocha proveniente do Marrocos (apatita) foi selecionada para a produção do material candidato a material de referência. Foi realizado um estudo preliminar, com o emprego de dois tipos de moinhos: (1) almofariz e pistilo, e de (2) copos com alta rotação, para uma análise prévia do tamanho da partícula. Uma porção de 50 g da amostra moída foi submetida à análise de distribuição de partícula, sendo possível observar a homogeneidade de 80 % do material nos dois moinhos utilizados. Posteriormente, 10 kg desse material seco foi separado, moído, peneirado, homogeneizado e engarrafado em 100 frascos com 100 g de amostra por frasco. Para a determinação dos analitos de interesse foi realizada a digestão de 200 mg da amostra com adição de 6 mL de HNO₃ (7 mol L⁻¹) e 2 mL de H₂O₂ (30% m m⁻¹) em forno de micro-ondas com cavidade. As determinações dos teores dos analitos foram realizadas por ICP OES nas configurações radial e axial (iCAP 6000 series, Dual view, Thermo Scientific). Para avaliação da homogeneidade, 10 frascos foram escolhidos aleatoriamente do lote do material candidato.

A variabilidade dos resultados entre os frascos representa a variação das medidas de um lote. Os materiais de referência certificado de “Western Phosphate Rock” (NIST 694) e “Trace Elements in Multi-Nutrient Fertilizer” (NIST 695) foram incluídos na determinação analítica para avaliação da exatidão do método. A avaliação estatística dos resultados foi obtida utilizando a análise de variância com fator único (ANOVA) no nível de significância de 5 % ($\alpha = 0,05$) considerando-se valor crítico de $F_{9,20} (\alpha = 0,05) = 2,39$. Também foram calculados os valores das incertezas da homogeneidade (U_{bb}) e o valor-p conforme a ISO Guide 35³ e os valores de recuperação baseados nos materiais de referência NIST 694 e 695 (Tabela 1).

Tabela 1. Resultados da avaliação estatística utilizando a análise variância com fator único (ANOVA):

Análito (Å nm)	F calculado	u_{bb} (mg kg ⁻¹)	Valor-p	Recuperação MRC
As (189,0)*	1,25	0,11	0,32	82 %
Ca (422,6)**	1,10	0,18	0,41	97%
Cd (228,8)**	1,43	0,22	0,24	90%
Cr (283,5)**	1,50	2,07	0,21	92%
Ni (341,4)*	1,12	0,24	0,40	80%

*visão axial; ** visao radial; MRC: NIST 694 e 695

Conclusões

Foi possível observar que o lote de fosfato de rocha pode ser considerado homogêneo para As, Ca, Cd, Cr e Ni, pois não houve diferença estatística significativa no nível de confiança de 5%. Deve-se destacar que o teste de homogeneidade é uma das etapas mais importantes para o desenvolvimento de um material de referência, pois garante a confiabilidade e a qualidade do material produzido.

Agradecimentos

CAPES, FAPESP (2006/59083-9), CNPq, INCTAA e Thermo Scientific.

¹ Elpo, E. R. S. e Freitas, R. J. S. B. *Cent. Pesqui. Proc. A.* **1995**, 13, 71-84.

² Senesi, G.S.; Baldassarre, G.; Senesi, N. e Radina, B. *Chemosphere*, **1999**, 39, 343-377.

³ ISO GUIDE 35 (International Organization for Standardization) – Reference material – General and statistical principles for certification, **2006**, 3ªed., 64.