

## Estudo da estabilidade a longo prazo em material de referência de forrageira (*Brachiaria brizantha*)

Carla M. Bossu<sup>1,2,3\*</sup> (PQ), Nayara A. Cazo<sup>1,2</sup> (IC), Gilberto B. Souza<sup>2</sup> (PQ), Ana Rita A. Nogueira<sup>1,2</sup> (PQ)  
\*e-mail: [carlabossu@yahoo.com.br](mailto:carlabossu@yahoo.com.br)

<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: Material de referência, Forrageira, Estabilidade, Contaminantes inorgânicos, Macro e micronutrientes

### Introdução

“Materiais de referência são amostras que possuem um ou mais valores de propriedades suficientemente homogêneos, estáveis e bem estabelecidos, de maneira a poderem ser empregados na calibração de um instrumento de medição, na validação de um método analítico, ou na atribuição de valores a um dado material”<sup>1</sup>. Existem dois tipos de estudos de estabilidade a serem considerados: a curto e a longo prazos. No primeiro caso é definida a estabilidade do material a diferentes condições de transporte e armazenamento e com a estabilidade a longo prazo pode-se determinar o chamado “tempo de prateleira”, ou seja, qual o período para o qual os valores de propriedades estão garantidos<sup>2</sup>.

### Resultados e Discussão

O material de referência foi preparado a partir do plantio da forrageira *Brachiaria brizantha* Stapf cv. Marandu em 375 vasos de 25 kg de solo em casa de vegetação na Embrapa Pecuária Sudeste. Definiu-se previamente a dose de 25 mmol/vaso de As, Cr, Cd e Pb, para que o material produzido apresentasse esses contaminantes em sua estrutura. Foram realizados dois cortes, um a cada 60 dias, sendo todo o material produzido seco em estufa a 45 °C e moído em moinho de facas. Visando diminuição do tamanho de partículas, foi utilizado moinho ultracentrífugo, obtendo-se 20 kg de material seco e moído. Após essa etapa a amostra foi homogeneizada em homogeneizador tipo Y e a seguir foi envasada em frascos de vidro previamente desmineralizados. O objetivo desta etapa do trabalho foi realizar o estudo de estabilidade a longo prazo em relação à presença de As, Ca, Cd, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, P, Pb e Zn como uma das etapas do processo de preparação do material de referência de forrageira. Para realizar esse teste, 3 frascos (n<sup>o</sup> 61, 81, 357) foram sorteados aleatoriamente e a cada 3 meses foi feita a quantificação dos analitos, em triplicata, durante o período total de 9 meses. O material foi armazenado a temperatura ambiente, visando acompanhar a estabilidade do material sob condições de armazenamento<sup>3</sup>. Para o preparo da amostra foi realizada a digestão de 200 mg de

amostra e 4 mL de HNO<sub>3</sub> (7,0 mol L<sup>-1</sup>), 4 mL H<sub>2</sub>O e 2 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (30% m m<sup>-1</sup>) em micro-ondas com cavidade. As, Cd, Cr e Pb foram determinados por ICP-MS (CRI, Varian 820-MS) e Ca, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, P e Zn foram determinados por ICP OES. Os materiais de referência certificados “Tomato Leaves” (NIST 1573a) e “Peach Leaves” (NIST 1547) foram incluídos nas determinações analíticas para controle de qualidade e garantia da rastreabilidade dos resultados obtidos. Foi realizada a análise de variância ANOVA one-way, sendo possível observar que o  $F_{crítico} > F_{analítico}$  para todos os elementos de interesse. Na Tabela 1 são apresentados os resultados para o período avaliado.

**Tabela 1.** Teores médios e desvio-padrão da estabilidade a longo prazo (base seca).

| Elemento                  | Início    | meses     |           |           |
|---------------------------|-----------|-----------|-----------|-----------|
|                           |           | 3         | 6         | 9         |
| As (mg kg <sup>-1</sup> ) | 2,15±0,36 | 1,41±0,04 | 1,70±0,12 | 1,78±0,09 |
| Cr (mg kg <sup>-1</sup> ) | 3,03±0,23 | 3,52±1,34 | 2,17±0,37 | 2,20±0,20 |
| Pb (mg kg <sup>-1</sup> ) | 5,07±0,83 | 3,94±0,23 | 4,78±0,25 | 4,96±0,33 |
| Cd (mg kg <sup>-1</sup> ) | 23±0,8    | 19±0,6    | 19±1,2    | 20,0±0,7  |
| Ca (g kg <sup>-1</sup> )  | 5,6±0,3   | 5,6±0,1   | 5,3±0,4   | 5,4±0,6   |
| Mg (g kg <sup>-1</sup> )  | 3,14±0,12 | 3,11±0,05 | 2,96±0,30 | 3,26±0,17 |
| Na (g kg <sup>-1</sup> )  | 0,15±0,01 | 0,13±0,01 | 0,21±0,03 | 0,20±0,05 |
| Fe (mg kg <sup>-1</sup> ) | 90±7      | 81±3      | 83±9      | 81±4      |
| Cu (mg kg <sup>-1</sup> ) | 3,43±0,10 | 3,44±0,10 | 3,26±0,12 | 3,27±0,14 |
| Zn (mg kg <sup>-1</sup> ) | 6,3±0,4   | 7,1±1     | 6,8±0,6   | 7,7±0,8   |
| K (g kg <sup>-1</sup> )   | 11±0,6    | 12±0,5    | 14±1,1    | 14±1,7    |
| Mn (mg kg <sup>-1</sup> ) | 73±2      | 70±2      | 68±6      | 81±4      |
| P (g kg <sup>-1</sup> )   | 1,0±0,1   | 1,1±0,1   | 1,0±0,3   | 1,0±0,3   |

### Conclusões

Concluiu-se que o material de referência de forrageira é suficientemente estável para ser armazenado sob temperatura ambiente, sem alterações significativas na composição dos elementos avaliados neste trabalho.

### Agradecimentos

CNPq, INCTAA e Processo n<sup>o</sup> 2006/59083-9, Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP).

<sup>1</sup>Vocabulário Internacional de Metrologia: conceitos fundamentais e gerais de termos associados (VIM 2012). Duque de Caxias, 1. Ed. RJ : INMETRO, 2012, 94 p.

<sup>2</sup>ISO, 2006, Reference materials – General and statistical principles for certification (ISO Guide 35). 3rd ed. Genève, Switzerland, 64p.

<sup>3</sup>SILVA, P. H. T. Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos-SP, 2011. Dissertação de mestrado, 148p.