

Avaliação de parâmetros para o preparo de materiais de referência

Tatiane R. Verhalen¹; Caroline S. da Silva²; Gilberto B. Souza³; Ana Rita A. Nogueira⁴

¹ Aluna de mestrado em Química, Programa de Pós Graduação em Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP, taty.verhalen@hotmail.com.

² Aluna de doutorado em Química, Programa de Pós Graduação em Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP.

³ Analista, Embrapa Pecuária Sudeste, São Carlos, SP.

⁴ Pesquisador, Embrapa Pecuária Sudeste, São Carlos, SP.

Os materiais de referência desempenham papel fundamental no estabelecimento da rastreabilidade em química analítica, assegurando confiabilidade e exatidão dos resultados de medição. A credibilidade dos resultados das análises quantitativas torna-se fundamental para cada propósito pretendido, garantindo a comparação dos resultados em programas de controle de qualidade. Para assegurar junto a seus clientes que é capaz de fornecer dados com a qualidade requisitada, o laboratório deve possuir procedimentos de qualidade e certificação. Tais procedimentos incluem uso de métodos de análise validados; uso de procedimentos internos de controle de qualidade com o emprego de material de referência (MR) e de certificação (CRM) e procedimentos externos de controle de qualidade como a participação em ensaios de proficiência. Neste contexto, os materiais de referência solo e fosfato de rocha estão sendo preparados na Embrapa Pecuária Sudeste para controle de nutrientes e contaminantes inorgânicos. O solo foi previamente fortificado artificialmente com As, Cd, Cr e Pb e a amostra de fosfato de rocha selecionada é uma amostra comercial proveniente do Marrocos (apatita). As amostras foram moídas, peneiradas, homogeneizadas e submetidas à avaliação granulométrica para determinação da distribuição dos tamanhos de partículas. A seguir foram acondicionadas em frascos de vidro previamente desmineralizados, sendo produzidos 100 e 645 frascos contendo 100g, respectivamente, de fosfato de rocha e solo, que foram irradiadas por radiação gama (25-30 kG) para controle microbiológico. Para avaliação da homogeneidade, 10 e 12 frascos foram escolhidos aleatoriamente do lote de material candidato, respectivamente, de fosfato de rocha e de solo. No primeiro caso foi feita a digestão 200mg da amostra com adição de 6mL de HNO₃ (7mol L⁻¹) e 2mL de H₂O₂ (30% m m⁻¹). Para o solo utilizou-se 200mg de amostra, 10mL de HNO₃ (14 mol L⁻¹). As digestões foram feitas em micro-ondas com cavidade e as determinações por espectrometria de emissão óptica com plasma acoplado (ICP OES). Os resultados foram submetidos à análise de variância de fator único (ANOVA) para avaliação da homogeneidade da amostra (*ISO Guide 35*) e os resultados indicaram que os materiais são homogêneos, sendo o fosfato homogêneo para As, Ca, Cd, Cr e Ni e o solo para As, Cd, Pb, Cr, Ca, Cu, Fe, Na, K, Mg, Mn e P. Pode-se concluir que, apesar da digestão das matrizes ser considerada incompleta (não foi usado HF para a digestão dos silicatos), os procedimentos foram adequados e possibilitaram a determinação dos analitos com suas respectivas incertezas. As amostras foram encaminhadas para ensaio de proficiência para a determinação dos valores de consenso. Paralelamente, estão sendo definidas as estabilidades dos materiais a curto e longo prazos. Os materiais de referência solo e fosfato de rocha deverão ser disponibilizados aos interessados nos próximos 12 meses.

Apoio financeiro: CAPES/Embrapa; CNPq.

Área: Qualidade de Produtos Agropecuários.