

Caracterização de nutrientes e contaminantes inorgânicos em material de referência de forrageira (*Brachiaria brizantha*)

Carla M. Bossu^{1,2,3*} (PQ), Nayara A. Cazo^{1,2} (IC), Gilberto B. Souza² (PQ), Ana Rita A. Nogueira^{1,2} (PQ)
*e-mail: carlabossu@yahoo.com.br

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

²Embrapa Pecuária Sudeste, São Carlos, SP, Brasil.

³Instituto de Química, Universidade de São Paulo, São Paulo, SP, Brasil.

Palavras Chave: Material de referência, Forrageira, Contaminantes inorgânicos, Macro e micronutrientes

Introdução

Existem várias abordagens válidas para se caracterizar um material de referência: uso de um método primário, uso de dois ou mais métodos independentes por uma organização, medição por meio de uma rede de laboratórios que utilizem métodos de exatidão e uma abordagem para um método específico com estudo interlaboratorial e que forneça os valores de propriedades para esse método¹. Para o preparo do material de referência de forrageira realizou-se o ensaio colaborativo, no qual se obtém os valores de propriedades dos analitos obtidos por diversos laboratórios². O ensaio colaborativo contou com a participação de 16 laboratórios de diferentes instituições.

Resultados e Discussão

Para a realização dos estudos prévios de homogeneidade e estabilidade com suas respectivas incertezas foram feitas as determinações por ICP-MS (CRI, Varian 820-MS) para As, Cd, Cr e Pb, e as concentrações de Ca, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, P e Zn foram estabelecidas usando ICP OES (Varian Vista). Os materiais de referência certificados NIST 1573a e NIST 1547 foram incluídos nas análises para garantir a rastreabilidade dos resultados (Fig 1).

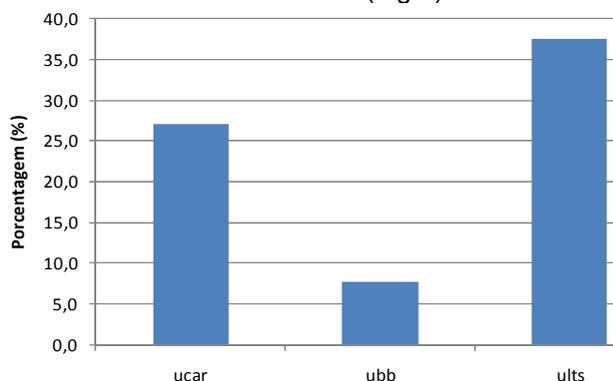


Figura 1. Impacto das incertezas-padrão combinadas para a caracterização (u_{char}), homogeneidade (u_{bb}), e estabilidade a longo prazo (u_{lts}) em relação à incerteza expandida (U_{MR}), obtidas em porcentagem (base seca).

As técnicas analíticas utilizadas pelos laboratórios para a determinação dos elementos de interesse

foram FAAS, ICP OES, ICP-MS, GFAAS, INAA, colorimetria, espectrofotometria de absorção molecular e fotometria de chama. Para o preparo da amostra, os laboratórios empregaram principalmente bloco digestor (sistema aberto) e micro-ondas com cavidade (frascos fechados). Os teores de referência obtidos e sua incerteza associada são apresentados na Tabela 1.

Tabela 1. Teores de referência atribuídos aos elementos determinados no MR de forrageira e incerteza expandida (U_{MR}) em porcentagem (base seca).

Elementos	Média \pm U_{MR}	U_{MR} (%)
As (mg kg ⁻¹)	1,69 \pm 0,97	57
Cr (mg kg ⁻¹)	3,30 \pm 1,66	50
Pb (mg kg ⁻¹)	4,0 \pm 1,8	44
Cd (mg kg ⁻¹)	20 \pm 5	26
Ca (g kg ⁻¹)	4,37 \pm 0,58	13
Mg (g kg ⁻¹)	2,95 \pm 0,44	11
Na (g kg ⁻¹)	0,20 \pm 0,12	59
Fe (mg kg ⁻¹)	91 \pm 13	14
Cu (mg kg ⁻¹)	4,0 \pm 0,7	19
Zn (mg kg ⁻¹)	9,9 \pm 1,6	16
K (g kg ⁻¹)	12,0 \pm 2,4	20
Mn (mg kg ⁻¹)	76,0 \pm 18,5	24
P (g kg ⁻¹)	0,65 \pm 0,19	30

Conclusões

A participação dos diversos laboratórios foi importante para a obtenção dos valores de consenso, ou seja, a determinação da caracterização de todos os analitos.

O desenvolvimento de um material de referência agropecuário, tão carente nesse setor, demonstra a viabilidade da produção de materiais de referência nacionais.

Agradecimentos

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

¹ABNT. Requisitos gerais para a competência de produtores de material de referência. 1 ed. Rio de Janeiro: ABNT 34, 2004.

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