



## ESTUDOS DE HOMOGENEIDADE PARA DETERMINAÇÃO DE MACRO E MICRONUTRIENTES EM FOSFATOS DE ROCHA CANDIDATO A MATERIAL DE REFERÊNCIA

Caroline S. da Silva<sup>1,2\*</sup>, Silmara R. Bianchi<sup>3</sup>, Clarice D. B. do Amaral<sup>1,2</sup>, Gilberto B. de Souza<sup>2</sup>, Ana Rita de A. Nogueira<sup>2</sup>.

\*[carollinesantos@yahoo.com.br](mailto:carollinesantos@yahoo.com.br)

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

A determinação dos níveis de macro e micronutrientes em fertilizantes e suas principais fontes são importantes para garantir a qualidade dos alimentos, o que implica a necessidade de materiais de referência que avaliem a exatidão dos resultados para um controle interno de qualidade. Na produção de um material candidato a material de referência, o teste de homogeneidade deve ser projetado para avaliar a variabilidade oriunda da possível heterogeneidade do material<sup>1-3</sup>. O objetivo desse trabalho foi avaliar a homogeneidade para Al, Ca, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, V e Zn em amostras de fosfato de rocha candidato a material de referência. A partir da análise prévia de analitos de interesse provenientes de diferentes fontes, 10 Kg do material selecionado (apatita) 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 HNO<sub>3</sub> (7 mol L<sup>-1</sup>) e 2 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (30% m m<sup>-1</sup>) em forno de micro-ondas com cavidade e as determinações dos teores dos analitos foram realizadas por ICP OES nas configurações radial e axial. Para avaliação da homogeneidade, 10 frascos foram escolhidos aleatoriamente do lote do material candidato. 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, além disso, foram calculados os valores das incertezas da homogeneidade ( $U_{bb}$ ) e o valor-p conforme a ISO Guide 35<sup>3</sup>. A homogeneidade foi avaliada por meio do teste de Fischer, e o material foi considerado homogêneo para todos elementos estudados, pois não houve diferença estatística significativa no nível de confiança de 5%.

CNPq, CAPES e INCTAA

### Referências Bibliográficas

- <sup>1</sup> Elpo, E. R. S. e Freitas, R. J. S. B. *Cent. Pesqui. Proc. A.* **1995**, 13, 71-84.
- <sup>2</sup> Senesi, G. S.; Baldassarre, G.; Senesi, N. e Radina, B. *Chemosphere*, **1999**, 39, 343-377.
- <sup>3</sup> ISO GUIDE 35 (International Organization for Standardization) – Reference material – General and statistical principles for certification, **2006**, 3ªed., 64.