

Estudo da Homogeneidade de Solo Arenoso Candidato a Material de Referência

Tatiane R. Verhalen^{1, 2*} (PG), Caroline S. da Silva^{1, 2} (PG), Carla M. Bossu³, Gilberto B. de Souza² (PQ), Ana R. A. Nogueira^{1, 2} (PQ). E-mail: tatianeverhalen@gmail.com

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: estudo de homogeneidade, material de referência, solo contaminado.

Introdução

A produção de material de referência certificado baseia-se em quatro etapas: preparo e envase do material; avaliação da homogeneidade; teste de estabilidade a curto e a longo prazos, e certificação do material. Serão apresentados os resultados referentes à avaliação da homogeneidade e a incerteza associada à homogeneidade dos contaminantes inorgânicos (As, Cd, Pb, Cr) e macro e micro nutrientes de amostra de solo arenoso, candidato a material de referência. Para isso, 65 kg de amostra de solo arenoso previamente contaminado com As, Cd, Cr, Pb foi seca, moída, homogeneizada e envasada em 645 frascos de vidro âmbar, contendo 100 g de amostra em cada frasco. Para o teste de homogeneidade foram selecionados aleatoriamente 12 frascos do lote preparado¹. Para o preparo de amostra, utilizou-se 200 mg de solo, 10 mL de HNO₃ (14 mol L⁻¹) e foi realizada a digestão em micro-ondas com cavidade, conforme a EPA 3051A². As determinações de As, Cd, Pb, Cr, Ca, Cu, Fe, Na, K, Mg, Mn, P e Zn foram realizadas por espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado ICP OES (Thermo).

Resultados e Discussão

Para avaliar se há ou não homogeneidade dos elementos no lote do material de solo candidato a material referência foi utilizado como ferramenta estatística ANOVA de fator único no nível de significância de 5% ($\alpha = 0,05$). Dessa forma, considerando-se valor crítico de $F_{11, 24} (\alpha = 0,05) = 2,22$ é possível observar na Tabela 1 que os elementos As, Cd, Cr, Pb, Ca, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na e P, não apresentaram diferenças estatísticas significativas podendo ser considerados homogêneos. Para o Zn houve diferença estatística significativa e dessa forma, o material não foi considerado homogêneo para esse elemento ($F_{calculado} > F_{crítico} (6,08 > 2,22)$).

O cálculo da incerteza padrão à não homogeneidade foi realizado conforme a ISO Guide 35^{1,3}. Na Tabela 1, estão os resultados das

incertezas padrão (u_{bb}) à não homogeneidade do material de solo candidato a material de referência.

Tabela 1. Valores do F calculado, valor-p e as incertezas referentes à homogeneidade do material de solo candidato a material de referência.

| Elemento | F cal. | Valor-p | u_{bb} (mg kg ⁻¹) |
|----------|--------|---------|---------------------------------|
| As | 0,84 | 0,60 | 0,78 |
| Ca | 0,83 | 0,62 | 7,52 |
| Cd | 2,13 | 0,06 | 1,91 |
| Cr | 0,70 | 0,72 | 2,25 |
| Cu | 1,42 | 0,23 | 0,22 |
| Fe | 1,79 | 0,11 | 585,88 |
| K | 0,83 | 0,61 | 3,49 |
| Mg | 0,42 | 0,93 | 8,68 |
| Mn | 2,10 | 0,07 | 4,04 |
| Na | 1,20 | 0,34 | 1,01 |
| P | 1,81 | 0,11 | 4,22 |
| Pb | 1,89 | 0,10 | 3,23 |
| Zn | 6,08 | 0,0001 | 0,97 |

u_{bb} : Incerteza padrão à não homogeneidade; F cal.: F calculado.

Conclusões

O teste de homogeneidade é de grande relevância por garantir a confiabilidade ao material de referência. Neste estudo os elementos As, Cd, Pb, Cr, Ca, Cu, Fe, Na, K, Mg, Mn, P apresentaram homogeneidade adequada para a amostra de solo arenoso candidato a material de referência.

Agradecimentos

CAPES, CNPq, INCTAA e Thermo.

¹ ISO Guide 35. *Reference materials: general and statistical principles for certification*. Switzerland: ISO, 2006.

² METHOD 3051A. *Microwave assisted acid digestion of Sediments, sludges, soils, and oils*. 1988.

³ Chui, Q.S.H.; Iamashita, C.O.; Bispo, J.M.A. *Quim. Nova* **2005**, *28*, 497.