

# Candidato a material de referência de sedimento de rio na determinação de elementos químicos: homogeneidade – uma etapa fundamental

Poliana B. Oliveira<sup>1</sup> (PG)\*, Wellinton A. Aragão<sup>1</sup> (IC), Geisamanda P. Brandão<sup>1</sup> (PQ), Otavio A. Heringer<sup>2</sup> (PQ), Jefferson R. de Souza<sup>3</sup> (PQ), Maria Tereza W. D. Carneiro<sup>1</sup> (PQ)

**e-mail: polianaborges05@hotmail.com**

<sup>1</sup>Universidade Federal do Espírito Santo – Brasil

<sup>2</sup>Tommasi Ambiental – Brasil

<sup>3</sup>Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro – Brasil

Palavras-Chave: Material de referência, sedimento, homogeneidade, ICP-MS, ICP-OES.

## Introdução

Materiais de referência (MRs) são geralmente produzidos em lotes compostos por unidades individuais, como frascos ou ampolas. Para garantir a confiabilidade das propriedades certificadas, é essencial que essas unidades apresentem homogeneidade dentro da incerteza declarada. A homogeneidade pode ser avaliada considerando a variação entre e dentro das unidades, com base em estudos experimentais ou em dados prévios. Além de assegurar a consistência do material, essa etapa é fundamental para a estimativa da incerteza de certificação. As diretrizes para essa avaliação estão descritas nas normas ISO Guia 35:2017 e ISO 17034:2017.

Neste trabalho, foi realizado o estudo de homogeneidade de um candidato a material de referência de sedimento de rio, método dependente, para a determinação de elementos químicos, utilizando como procedimento de preparo o método EPA 3051A. Para o estudo, foram selecionados aleatoriamente 10 frascos do lote, sendo realizada uma triplicata por frasco. As amostras foram analisadas por Espectrometria de Massas com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP-MS) e Espectrometria de Emissão Atômica com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP-OES), visando à determinação dos elementos Al, As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Hg, Mn, Mo, Ni, Pb, Se, Sn, Sr, Tl, Ti, V e Zn. A avaliação foi realizada por meio de análise de variância (ANOVA).

## Resultados e Discussão

Foram conduzidos estudos de homogeneidade e de massa mínima para o candidato a material de referência. O teste de massa mínima indicou homogeneidade adequada dentro das unidades, enquanto a avaliação entre frascos demonstrou variabilidade aceitável na maior parte dos analitos. A análise estatística por ANOVA indicou homogeneidade satisfatória para todos os elementos, com exceção de Cr, Hg e Ti, que apresentaram maior variação entre frascos, a incerteza da homogeneidade pôde ser calculada através da Equação 1.

$$\mu_{\text{hom}} = \mu_{bb} = \sqrt{\frac{MQ_{\text{between}} - MQ_{\text{within}}}{n}}$$

**Equação 1.** Cálculo da incerteza.

A incerteza obtida foi comparável à do material de referência certificado (MESS-4), utilizado para verificar a exatidão das análises, indicando que o material avaliado apresenta desempenho compatível com materiais amplamente utilizados.

## Conclusões

Os estudos realizados indicaram homogeneidade satisfatória intra e entre unidades para a maioria dos elementos avaliados, reforçando a viabilidade do material como candidato a material de referência. As exceções observadas para Cr, Hg e Ti destacam a necessidade de atenção específica a esses analitos na definição da incerteza associada.

## Agradecimentos

CAPES, CNPq, FAPES, UFES, TOMMASI, UENF, IPEN, LABPETRO.

<sup>1</sup>ABNT. ISO Guia 35:2017 - Materiais de referência — Orientações para a caracterização e avaliação da homogeneidade e estabilidade. Rio de Janeiro, 2017a.

<sup>2</sup>ABNT. NBR ISO 17034:2017 - Requisitos gerais para a competência de produtores de materiais de referência. Rio de Janeiro, 2017b.