



## AValiação de Modelos de Calibração para a Análise Direta de Solos por pXRF

Mikaela M. Bem<sup>1\*</sup>(PG), Sérgio H. G. Silva<sup>2</sup>(PQ), Luiz R. G. Guilherme<sup>2</sup>(PQ), Marcelo B. B. Guerra<sup>1</sup>(PQ).

<sup>1</sup> UFLA, Departamento de Química, Lavras, MG, Brasil, 37200-900

<sup>2</sup> UFLA, Departamento de Ciência do Solo, Lavras, MG, Brasil, 37200-900

\*e-mail: mikaela.bem1@estudante.ufla.br; marcelo.guerra@ufla.br.

A Espectrometria de Fluorescência de Raios X (XRF) é uma técnica analítica que possibilita a determinação elementar simultânea e não-destrutiva em diversas matrizes e oferece vantagens, como a rapidez nas análises e a ausência/simplificação do preparo de amostras<sup>1,2</sup>. Além disso, a aplicação *in situ* por meio da pXRF (Espectrometria de Fluorescência de Raios X portátil) amplia sua utilidade, em especial na análise de solos<sup>3</sup>. Ao analisar solos, a pXRF destaca-se como uma alternativa eficiente em comparação aos métodos consolidados (USEPA 3051A e USEPA 3052), que envolvem um preparo moroso e destrutivo das amostras<sup>4</sup>. O presente estudo teve como objetivo avaliar modelos de calibração por pXRF para a determinação direta de Fe em amostras de solos originários de distintos materiais de origem (rochas metamórficas e sedimentares), provenientes de diferentes regiões dos estados de Minas Gerais, Espírito Santo e São Paulo. O método de referência envolveu a digestão ácida das amostras, assistida por radiação micro-ondas, usando água régia invertida e HF e posterior quantificação por Espectrometria de Emissão Óptica com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP OES), seguindo a metodologia de Santos *et al.* (2014)<sup>5</sup>. As curvas de calibração foram plotadas utilizando as concentrações obtidas pelo método de referência e a intensidade do sinal de Fe (K $\alpha$  6,40 KeV) obtidos pela determinação em pXRF. De forma geral, os modelos de calibração separados por material de origem apresentaram melhores parâmetros analíticos de desempenho (Tabela 1), como maiores valores de coeficiente de correlação linear (*r*), além de menores erros de previsão (RMSEP). Tal diferença pode ser atribuída ao efeito matricial, o que reforça a necessidade de proposição de estratégias de correção para a realização de medidas com elevada acurácia por pXRF, por exemplo, utilizando-se matrizes mais semelhantes, o que, em solos, pode ser realizado separando as amostras por material de origem.

**Tabela 1.** Parâmetros analíticos de desempenho para determinação do teor total de Fe por pXRF

Elemento	Material de Origem	N° de amostras por faixa linear de trabalho	Faixa Linear de trabalho (g kg <sup>-1</sup> )	Equação	r	LOD* (g kg <sup>-1</sup> )	LOQ** (g kg <sup>-1</sup> )	RMSEP (g kg <sup>-1</sup> )	CV*** (%)
Fe K $\alpha$ (6,40 KeV)	Arenito	14	4,88 - 24,43	$y = 19169,4 (\pm 709,1)x + 34540,6 (\pm 10914,8)$	0,99189	0,0920	0,3066	0,5404	0,48
	Quartzito	12	3,96 - 34,06	$y = 15411,2 (\pm 402,1)x + 58257,7 (\pm 7036,9)$	0,99661	0,0173	0,0576	0,2364	0,49
	Arenito + Quartzito	26	3,96 - 34,06	$Y = 16151,4 \pm (815,4)x + 64950,1 \pm (13331,4)$	0,97075	0,01650	0,05501	1,3455	0,48

\*LOD = Limite de detecção

\*\*LOQ = Limite de Quantificação

\*\*\*CV = coeficiente de variação médio

**Agradecimentos:** UFLA, CAPES, CNPq, FAPEMIG, Departamento de Química da UFLA, Departamento de Ciência do Solo da UFLA.

[1] FARIA, A. J. G. *et al.* *Soil Research*. v. 61, **2023**, 598.

[2] TAVARES, T. R. *et al.* *AgriEngineering*. v. 5, **2023**, 680.

[3] SILVA, S. *et al.* *Advances in Agronomy*. v.167, 1ªed, 2021,**2021**, 14.

[4] SILVA, E. *et al.* *Soil Science Society of China*. v.29, **2019**, 468.

[5] SANTOS, L. *et al.* *Communications in Soil Science and Plant Analysis*. v. 45, **2014**, 249.

