

## Certificação de material de referência de cobre e chumbo em cachaça

Maria Cristina B. Quaresma<sup>1\*</sup> (PQ), Fagner F. da Silva<sup>1</sup> (PQ), Monique G. de Mello<sup>1</sup> (PQ), Rodrigo C. Sena<sup>1</sup> (PQ), Lindomar A. Reis<sup>1</sup> (PQ)

\*mcquaresma@inmetro.gov.br

<sup>1</sup>Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial (INMETRO), Divisão de Metrologia Química (Dquim), Av. Nossa Senhora das Graças, 50- Xerém - Duque de Caxias - Rio de Janeiro, Brasil.

Palavras Chave: Material de referência, cachaça, metais, cobre, chumbo.

### Introdução

A cachaça, produto tipicamente brasileiro, vem se destacando entre as exportações nacionais, com uma produção de cerca de 1,3 bilhão de litros/ano<sup>1</sup>.

A certificação de um material de referência (MR) em cachaça agregará qualidade e confiabilidade aos resultados de análises dos contaminantes presentes nessa matriz, o que permitirá prover amostras com valores de referência para ensaios de proficiência além de contribuir para prevenir possíveis barreiras técnicas impostas na exportação.

Para um material de referência ser certificado é essencial que a homogeneidade, a estabilidade e a caracterização sejam conhecidas. O estudo da homogeneidade da amostra é um dos fatores preponderantes para a garantia da manutenção das propriedades físico-químicas do material estudado para demonstrar que as unidades do lote são suficientemente homogêneas entre si.<sup>2,3</sup>

A estabilidade deve ser estabelecida por dois estudos que podem ocorrer sob condições de repetitividade (isócrona) ou de reprodutibilidade (clássico) e simula as condições de transporte das amostras e outro que simula as condições de estocagem do material. O tempo e a temperatura dos estudos são definidos de acordo com o material.<sup>3</sup>

A caracterização de um MR é a determinação de um ou mais valores de propriedades físicas, químicas, biológicas ou tecnológicas, que são relevantes para o uso proposto.<sup>2</sup> Uma das formas de caracterização é através de um método primário.

Os resultados dos estudos para as medições de cobre (Cu) e chumbo (Pb) no material de referência de cachaça serão apresentados nesse trabalho.

### Resultados e Discussão

O material de referência foi preparado a partir de cachaça comercial e fortificado com os analitos Cu e Pb e envasado em ampolas de 10 mL.

Para avaliar a homogeneidade do material produzido, foram escolhidas aleatoriamente 15 ampolas do lote preparado.

A estabilidade de curta duração foi estudada utilizando-se o método isócrona por 7 semanas. A

34<sup>a</sup> Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

cada semana duas ampolas foram colocadas na estufa, para cada analito, na temperatura de estudo (50°C). Para a estabilidade de longa duração o estudo foi realizado a 20°C por 10 meses.

Todas as determinações foram realizadas por Espectrometria de Massas com Plasma Indutivo Acoplado (ICPMS), exceto a homogeneidade para cobre, realizada pela técnica de Espectrometria de Absorção Atômica com chama.

A caracterização de ambos foi realizada por ICPMS utilizando o método primário da Diluição Isotópica. Na Tabela 1 estão apresentados os dados referentes aos estudos de certificação do MR em cachaça.

Tabela 1. Valor certificado e incertezas dos estudos para a certificação do MR de cachaça. (fator de abrangência, k=2, nível de confiança de 95%).

Parâmetros	Cobre (mg/kg)	Chumbo (mg/kg)
Caracterização	0,019	0,0005
Homogeneidade	0,0068	0,0039
Estabilidade	0,0011	0,0067
Valor certificado	2,088 ± 0,046	0,195 ± ,0016

### Conclusões

De acordo com a análise de variância fator único, o material apresentou-se homogêneo para os analitos investigados.

O material é estável por 6 semanas para cobre e 5 para chumbo quando submetido as condições do estudo (50°C). Os estudos de longa duração não detectaram alterações nos valores de referência.

Os valores certificados após a composição da incerteza da homogeneidade e estabilidade são, 2,088 ± 0,046 mg/kg (Cu) e 0,195 ± 0,0016 mg/kg (Pb).

### Agradecimentos

Ao CNPq, FINEP e Faperj.

<sup>1</sup>Brasil quer aumentar exportações de cachaça em 10% ao ano. Viviane Cardoso Disponível em:

<http://www.agrosoft.org.br/agropag/102016.htm>

Acesso em 01 fev. 2011

<sup>2</sup>ISO Guia 30 :2000, Termos e definições relacionados com materiais de referência

<sup>3</sup>ISO Guide 35:2006, Reference materials - General and statistical principles for certification.