

A UTILIZAÇÃO DE AMOSTRAS DE ANÁLISE POR ATIVAÇÃO NEUTRÔNICA EM TESTES DE PROFICIÊNCIA DE AMOSTRAS DE ALIMENTOS

Maihara, Vera Akiko, Favaro; Déborah Inês Teixeira; Moreira, Edson Gonçalves, Saiki, Mitiko; Vasconcellos, Marina Beatriz Agostini

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares- IPEN-CNEN/SP
Laboratório de Análise por Ativação – LAN
Av. Prof. Lineu Prestes 2242, CEP: 05508-000 São Paulo, SP tel: 11-38169182
vmaihara@ipen.br

Palavras-chave: teste de proficiência; análise por ativação; alimentos

1 INTRODUÇÃO

Testes de proficiência (PT) são exercícios externos de controle analítico que têm como objetivo verificar o desempenho de um laboratório individual ou de um grupo de laboratórios. Amostras "cegas" são enviadas aos participantes e os resultados são retornados aos provedores do PT.

De acordo com a ABNT ISO/IEC Guia 43-1/1999 [1], a participação em testes de proficiência e/ou programas interlaboratoriais é um meio para que um laboratório possa avaliar e demonstrar a confiabilidade dos dados que esteja produzindo. Essa participação é também uma exigência da NBR/ISO/IEC 17025/2001 [2] para a obtenção de acreditação e/ou habilitação junto aos órgãos competentes.

O método de Análise por Ativação com Nêutrons Instrumental (AANI) é um método multielementar, relativamente livre de efeito de matriz e de alta qualidade metrológica [3]. O Laboratório de Análise por Ativação Neutrônica (LAN) do IPEN-CNEN/SP, dentro do Sistema de Qualidade implementado, vem participando ativamente de testes de proficiência e de programas interlaboratoriais em diversos tipos de matrizes [4].

2 OBJETIVO

O presente trabalho tem o objetivo de apresentar resultados da participação do LAN em dois testes de proficiência de amostras de alimentos de origem marinha, organizados pelo Laboratório de Material de Referência da Comissão de Energia Nuclear do Chile (CCHEN). Estes testes foram realizados no contexto dos seguintes Projetos da Agência Internacional de Energia Atômica, AIEA: INT/1/054 "Preparation of the reference material and organization of proficiency test rounds" e ARCAL LXXXVI

11 570

(Programa Latino-Americano) "Sostenibilidad de los sistemas de calidad em los laboratorios que utilizam técnicas analíticas nucleares e complementarias".

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 DESCRIÇÃO DOS MATERIAIS

MR-CCHEN-002 da Comissão Chilena de Energia Nuclear –CCHEN. Este material foi preparado a partir de tecido de almejas (*Venus antiqua*) e foi selecionado após exaustivo estudo que incluía muitas espécies de moluscos de diferentes regiões da costa chilena[5].

Material hidrobiológico: é uma proteína de pescado extraída da espécie *Merluccius gayi*, que foi posteriormente hidrolizada por meio industrial. Os procedimentos de homogeneização, peneiramento e envase foram realizados pelo laboratório de Materiais de Referência da CCHEN [6].

3.2 PARTE EXPERIMENTAL

As amostras foram irradiadas em 2 minutos em fluxos de nêutrons de $10^{11} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ e em 8 horas em fluxos de $10^{13} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$, onde foram determinados As, Br, Ca, Cl, Cr, Co, Cs, K, Fe, La, Na, Rb, Se, Sc, V e Zn. Padrões sintéticos dos elementos foram simultaneamente irradiados com as amostras. As atividades induzidas dos radioisótopos presentes nas amostras e nos padrões sintéticos foram medidas em sistema de medida de radioatividade constituído de detector de Ge de alta resolução (Modelo 20190 POP TOP - ORTEC EG&G), com resolução de 1,9 keV para o pico de 1332 keV ^{60}Co e eletrônica associada.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os testes de proficiência contaram com a participação de diversos laboratórios dos países participantes dos Projetos da AIEA. A amostra CCHEN-002 foi enviada a 20 laboratórios de 10 países e o material hidrobiológico para 27 laboratórios de 11 países da América Latina. Os valores de concentração dos elementos determinados por AANI assim como os valores certificados para os materiais de referência analisados são mostrados na Tabela 1.

Tabela 1: Concentrações de elementos nos materiais determinados por AANI (em $\mu\text{g g}^{-1}$)

	MR-CCHEN-002		Material hidrobiológico	
	Este trabalho ^a	Valor certificado ^b	Este trabalho ^a	Valor certificado ^b
As	4,75 ± 0,14	6,05 ± 0,25	2,85 ± 0,09	3,18 ± 0,22
Br	106 ± 3	104,6 ± 4,17	-	-
Ca	1423 ± 151	1451 ± 289	567 ± 68	490 ± 25
Cl	19520 ± 510	---	-	-
Co	0,69 ± 0,04	0,68 ± 0,052	0,028 ± 0,005	0,031 ± 0,003
Cr	4,72 ± 0,24	4,35 ± 0,64	-	-
Cs	0,038 ± 0,003	---	-	-
Fe	801 ± 14	607 ± 189	38,4 ± 1,7	39,2 ± 2,6
K	9843 ± 267	1066 ± 627	17658 ± 852	17600 ± 550
La	0,299 ± 0,039	0,35 ± 0,04	-	-
Na	12184 ± 792	13016 ± 679	1960 ± 98	2120 ± 80
Rb	4,9 ± 0,2	5,23 ± 0,082	-	-
Se	1,16 ± 0,03	1,07 ± 0,1	1,29 ± 0,10	1,31 ± 0,08
Sc	0,247 ± 0,05	0,25 ± 0,0063	-	-
V	2,87 ± 0,04	2,63 ± 0,27	-	-
Zn	33,7 ± 0,40	35,35 ± 1,75	15,4 ± 0,6	14,6 ± 0,8

^a Valor médio e desvio padrão de 6 determinações

^b Valor certificado e incerteza expandida [5,6]

Entre os parâmetros de avaliação dos resultados de um teste de proficiência está o valor de z-score. O organizador dos testes de proficiência apresentados calculou os valores segundo a equação abaixo.

$$z\text{-score} = (x_{\text{lab}} - x_{\text{certificado}}) / \sigma$$

Onde: x_{lab} : valor obtido pelo laboratório; $x_{\text{certificado}}$: valor certificado; σ : representa 5% do valor de referência

Os critérios de avaliação foram: para $z < 2$ o resultado é considerado satisfatório; para $2 < z < 3$ o resultado é questionável; $z > 3$ o resultado é insatisfatório.

As Figuras 1 e 2 mostram os valores de z-score, para cada elemento determinado no LAN nos materiais analisados.

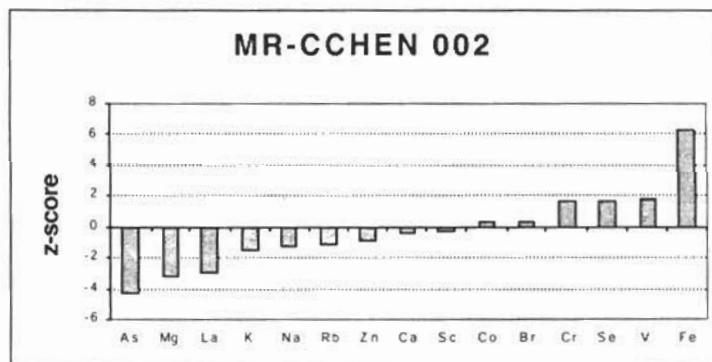


Figura 1: Carta controle (z-score) para os elementos no material CCHEN 002

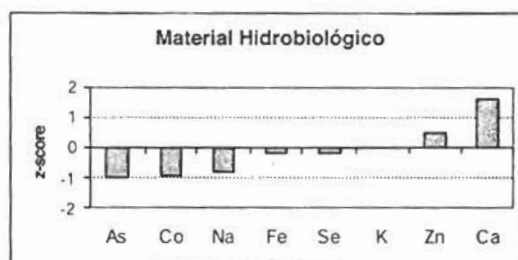


Figura 2: Carta controle (z-score) para os elementos no material hidrobiológico

Foram 15 elementos determinados no material CCHEN-002, sendo que 11 elementos apresentaram valores de $|z| < 2$, considerados satisfatórios. O valor mais discrepante obtido foi para os elementos As e Fe. Já para o material hidrobiológico, todos os elementos determinados por AANI foram considerados satisfatórios.

5 CONCLUSÕES

Estes resultados mostram o bom desempenho da AANI para a análise de amostras de origem marinha, permitindo determinar elementos de importância nutricional como As, Co, Fe, Se e Zn, entre outros. Com a participação em testes de proficiência, aliados ao uso de materiais de referência e a uma gestão comprometida com a qualidade, o Laboratório de Análise por Ativação do IPEN-CNEN/SP está continuamente avaliando seus resultados analíticos, detectando os problemas e conduzindo ações corretivas necessárias.

6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] ABNT Associação Brasileira de Normas Técnica ABNT ISO/IEC **Guia 43**, Ensaio de Proficiência por Comparações Interlaboratoriais, Rio de Janeiro, 1999.
- [2] ABNT Associação Brasileira de Normas Técnica NBR/ISO/IEC 17025, Requisitos Gerais para a Competência de Laboratórios de Ensaio e Calibração, Rio de Janeiro, 2001.
- [3] BODE, P.; FERNANDES, E. A.N., GREENBERG, R.R., Metrology for chemical measurements and the position of INAA, J, Radioanal, Nucl, Chem., vol, 245, n.1, pp,109-114, 2000.
- [4] FIGUEIREDO, A.M.G.; FÁVARO, D.I.T.; SAIKI, M., PAIVA, R.P.; MAIHARA, A.V.; VASCONCELLOS, M.B.A, Trace elements quality control analysis of environmental samples at the Neutron Activation Analysis Laboratory, IPEN, São Paulo, Brazil, J, Radioanal, Nucl, Chem., vol, 269, n.2, pp,383-387, 2006.
- [5] CORTES, E.; NURI, G. Proficiency test for IAEA-INT/1/054. Elements in seafood -Final report. 41 p., Janeiro 2005.
- [6] CORTES, E.; NURI, G Ensayo de Aptitud para la determinación de elementos traza em producto hidrobiológico: actividad dentro del proyecto ARCAL LXXVI. 26 p, Março 2005.