

NOME: JUSSARA APARECIDA DE OLIVEIRA COTTA

TÍTULO: DESENVOLVIMENTO DE METODOLOGIAS ANALÍTICAS E ELABORAÇÃO DE PROCEDIMENTOS OPERACIONAIS PADRÕES (POP'S) PARA DETERMINAÇÃO DE CARACTERÍSTICAS FÍSICAS E QUÍMICAS DE SOLO

AUTORES: JUSSARA APARECIDA DE OLIVEIRA COTTA, Thainá Brandão Fonseca

PALAVRA CHAVE: POP, solo, metodologias analíticas

RESUMO

Qualidade, Qualidade, Qualidade... Nunca esta palavra foi tão disseminada. Aliás, nos últimos tempos tem havido uma reorganização destes conceitos. A Qualidade sempre foi procurada pelos consumidores, exigida pelas autoridades e desejada pelos produtores. Com a criação da ISO e a modernização da indústria, deu-se uma importância à Qualidade de produtos e serviços que antes existia de forma desorganizada e regional. Manual de Procedimentos é a sistematização de todos os Procedimentos Operacionais Padrão (POP's) de uma organização. O POP é o procedimento escrito de forma objetiva que estabelece instruções sequenciais para a realização de um procedimento analítico visando à garantia resultados livre de variações indesejáveis. O mercado exige cada vez mais de seus laboratórios novas adaptações para garantir a qualidade de seus resultados. Basicamente, a importância do estabelecimento de POP's em laboratórios e em grupos de pesquisa reside em: melhor preparo na condução de estudos analíticos; garantia de processos consistentes, profissionalismo e credibilidade; garantia da qualidade por meio da padronização; rastreabilidade do processo (revisões e atualizações); harmonização dos processos em pesquisa analíticas na instituição. Considerando que nos laboratórios experimentais existem uma alta rotatividade de monitores e/ou voluntários, a implantação de operações padronizadas, permite a otimização do tempo dedicado ao laboratório, elimina os erros experimentais e de resultados, diminui as perdas de reagentes e permite dessa forma, que os recursos financeiros destinados aos laboratórios para aquisição de reagentes sejam melhores aproveitados. As boas práticas de medição devem estabelecer uma especificação clara dos requisitos de medição; realizar uma amostragem apropriada; utilizar um método de medição validado; estabelecer a rastreabilidade através de padrões de calibração; estimar a incerteza da medição; utilizar o Controle de Qualidade. Nesse sentido, o objetivo desse trabalho foi elaborar para o laboratório de Química e das águas, Procedimentos Operacionais Padrões (POP's) para coleta, amostragem, armazenagem de amostras de solo, e lavagem de vidraria; bem como validar metodologias analíticas e POP's para as determinações de algumas características físicas e químicas do solo. Foram elaborados POP's para a determinação de fósforo pelo método de ácido ascórbico, este método consiste na reação entre o molibdato de amônio e antimonial tartarato de potássio, em meio ácido, com ortofosfato para formar um heteropolíacido, ácido fosfomolibdico, que é reduzido para molibdeno que apresenta uma intensa coloração azul por ácido ascórbico. Foi utilizado o fosfato ácido de potássio como padrão, obtendo a equação: $y = 0,464x - 0,003$ e coeficiente de regressão igual a 0,994 com a mistura e reagente combinado preparado em laboratório; e $y = 0,076x - 0,0005$ e coeficiente de regressão igual a 0,994 com reagente da HACH (molybdate reagent e amino acid reagent for phosphate). Foram elaborados POP's para a determinação de nitrogênio pelo método Nessler, utilizando cloreto de amônio como padrão, obtendo a equação: $y = 1,631x - 0,009$ e coeficiente de regressão igual a 0,982 para o reagente preparado em laboratório; e $y = 0,04033x - 0,03547$ e coeficiente de regressão igual a 0,99853 com reagente da HACH. As curvas de calibração dos métodos foram montadas utilizando-se um espectrofotometro modelo SP-220, marca Biospectro. Foram adaptadas metodologias de determinação de umidade, matéria orgânica, pH e capacidade de troca catiônica (CTC efetiva) do solo. Para determinar a umidade (Claessen, 1997) a amostra in natura é levada à estufa por 24 horas a 100 –1100C. A matéria orgânica (MO) é determinada por perda de massa aquecida a 500 °C durante 4 h, em mufla, por meio da pesagem de 10 g de cada resíduo (seco em estufa a 100 °C) em cadinhos de porcelana, considerando-se o material perdido pela queima entre 100 e 500 °C como a MO contida nos resíduos (Melo et al., 2008). Para as demais análise, as amostras secas em estufa a aproximadamente 500C por 24h é trituradas e peneiradas (> 0,25 mm). Para a determinação do pH, a amostra é suspensa em uma solução de cloreto de sódio 0,01 mol L⁻¹, com agitação ocasional (Claessen, 1997). Para determinar o que se denomina de CTC efetiva, que é definida como a soma dos cátions metálicos totais trocáveis (bases) + acidez efetiva (H +Al). A acidez (H +Al) é determinada pela liberação da reação com solução não tamponada de KCl e titulada com solução de hidróxido de sódio padronizada. Já a determinação dos cátions metálicos totais trocáveis baseia-se no deslocamento dos cátions metálicos trocáveis dos componentes da amostra pelo próton do CH₃COOH. Mediu-se cuidadosamente a variação de pH ocorrida, determinando-se a quantidade de ions H⁺ deslocados (Raij et al., 1996). Dessa forma, haverá a harmonização dos processos em pesquisas analíticas nessa instituição.