



Palavras-chave: Carbono orgânico. Solo. Analytikjena modelo multi n. C 2100 s

Introdução/Objetivo:

Os estudos sedimentológicos e paleopedológicos se beneficiam das determinações de Carbono Orgânico Total (COT) em muitos campos específicos de pesquisas geológicas. O conteúdo de matéria orgânica nas amostras permite estudar, por exemplo, a química atmosférica, o clima e os processos morfológicos e sedimentológicos ocorridos na terra. Existia no Instituto de Geociências uma demanda para este tipo de análise em amostras sólidas e ela motivou a realização deste trabalho. Uma rotina de análise para determinação de carbono orgânico em amostras de solos foi implementada e a qualidade dos dados foi avaliada através do cálculo de incerteza e acurácia.

Metodologia:

O instrumento utilizado foi o Analytikjena multi N/C 2100S para as determinações das frações mássicas de Carbono Orgânico Total, em amostras de rochas/solos moídas a granulometria < 75 µm. Uma pequena quantidade de amostra é introduzida no tubo de combustão do instrumento e incinerada. O CO₂ liberado é deslocado para fora do tubo pelo bombeamento com excesso de O₂. O gás gerado passa através de filtros e é direcionado para o detector (NDIR).

Resultados:

Para avaliação da qualidade dos dados analíticos foram efetuadas medidas de materiais de referência (MR's) com diferentes faixas de concentrações. O limite de detecção (LD) foi calculado a partir da medição de uma amostra com baixa concentração de carbono, material de referencia BRP-1 (Basalto de Ribeirão Preto-Cotta et al.2008), conforme recomendado por Kaus (1998) e Gazulla et al (2012). Dez porções da amostra foram medidas em condições de reprodutibilidade. O LD foi obtido através da seguinte equação: LD = 3,29s, onde s é o valor do desvio padrão das medidas (n-1 graus de liberdade). O limite de quantificação (LQ) que expressa quão quantificável é o analito, foi calculado de acordo com as diretrizes da IUPAC, ou seja, dez vezes o desvio padrão da medição, para um número de medições igual a dez (Boqué e Heyden 2009): LQ = 10s. A incerteza (u) foi calculada conforme descrito por Gazulla et al. 2012. O cálculo do z-score foi utilizado para avaliar a exatidão analítica. Os valores de LD, LQ e incerteza (u) (tabela 1) obtidos, foram equivalente aos apresentados por Andrade et al. 2009. Além disso, os resultados de COT nos MR's analisados comparados aos valores certificados evidenciam boa correspondência como indicado pelos valores de acurácia (z-score) (tabela 2).

Conclusão:

A metodologia utilizada mostrou-se adequada para os materiais geológicos estudados como demonstrado pelos valores estatísticos da incerteza e acurácia obtidos. Baseado nestes resultados a metodologia foi introduzida na rotina de análises do laboratório e está sendo utilizada pelos pesquisadores do Instituto de Geociências que não necessitam mais enviar amostras para laboratórios externos com esta finalidade.

Tabela 1: LD e LQ determinados com o material de referência BRP-1 utilizando o instrumento Analytikjena mult N/C 2100S

Material de referência	LD (% m/m)	LQ (% m/m)	u(% m/m)
BRP-1	0,03	0,09	0,001

$u = t \times \frac{s}{\sqrt{n}}$; onde, u é a incerteza, s o desvio padrão da amostra, t o valor de Students t-test com intervalo de confiança de 95% e (n-1) graus de liberdade. (Gazulla et al. 2010)

Tabela 2: Resultados das determinações das frações mássicas de carbono orgânico total (COT). Valores obtidos, recomendados e cálculo da acurácia (z-score)

Material de referência	Obtido (% m/m)		Certificado (% m/m)		Acurácia (z≤2)
	Valor COT	s	Valor COT	s	z-score
GSS-1	1,73	0,08	1,80	0,13	0,54
GSS-2	0,47	0,04	0,49	0,05	0,33

$z = \frac{\bar{x} - c_{ref}}{s_{ref}} \leq 2$; onde \bar{x} é o valor médio das medições, c_{ref} e s_{ref} são respectivamente, o valor da fração mássica e o desvio padrão contidos no certificado do material de referência.

Tabela 2: Resultados das determinações das frações mássicas de carbono orgânico total (COT). Valores obtidos, recomendados e cálculo da acurácia (z-score)

Tabela 1: LD e LQ determinados com o material de referência BRP-1 utilizando o instrumento Analytikjena mult N/C 2100 S