

## DEFINIÇÃO DOS LIMITES DE DETECÇÃO E QUANTIFICAÇÃO PARA MELHORIA NA QUALIDADE DA DETERMINAÇÃO DE SÓLIDOS EM EFLUENTES

**Ismael C. Jacinto<sup>1</sup>; Airton Kunz<sup>2</sup>; Ricardo L. R. Steinmetz<sup>3</sup>; Deisi Tápparo<sup>4</sup>;  
Lucas A. Scussiato<sup>5</sup>**

<sup>1</sup>Graduando de Engenharia Ambiental e Sanitária pela FUnC Fundação Universidade do Contestado, Campus Concórdia, estagiário na Embrapa Suínos e Aves. [ismachimanko7@yahoo.com.br](mailto:ismachimanko7@yahoo.com.br)

<sup>2</sup>Pesquisador da Embrapa Suínos e Aves, professor PGEAGRI-UNIOESTE

<sup>3</sup>Analista da Embrapa Suínos e Aves

<sup>4</sup>Graduanda em Engenharia Ambiental e Sanitária, estagiária na Embrapa Suínos e Aves,

<sup>5</sup>Mestrando PGEAGRI-UNIOESTE

**Palavras-chave:** determinação de sólidos, limite de detecção, limite de quantificação.

### INTRODUÇÃO

A determinação dos sólidos contidos em águas e efluentes se constitui em uma importante ferramenta para avaliar a eficiência dos processos de tratamento de efluentes. Os principais parâmetros de interesse são os teores de sólidos totais (ST) e/ou sólidos suspensos totais (SST) na amostra. Os métodos de análise consistem em procedimentos gravimétricos, com ou sem filtração da amostra e secagem em estufa. De forma complementar, também é utilizada a calcinação em forno mufla para determinar a fração volátil e/ou fixa destes sólidos. Porém alguns fatores da determinação usual de sólidos podem interferir no valor final da análise. Esses fatores estão associados principalmente ao manejo dos cadinhos utilizados, podendo propiciar diferentes níveis de influência no resultado do ensaio. Por isso, é necessário conhecer alguns parâmetros de validação da análise, como exemplo dos limites de detecção (LD) e quantificação (LQ). Limite de detecção é a menor quantidade de analito na amostra que pode ser verdadeiramente distinguido de zero. Limite de quantificação define-se como a característica de desempenho que define a habilidade de um processo de medida química de quantificar um analito adequadamente (3). Este trabalho apresenta o estudo dos limites de detecção (LD) e quantificação (LQ) para a determinação de sólidos no Laboratório de Experimentação e Análise Ambiental da Embrapa Suínos e Aves.

### MATERIAL E MÉTODOS

DETERMINAÇÃO DE LD E LQ: Foram determinados os LQ (Equação 1) e LD (Equação 2) (2). Para os cálculos foram consideradas as médias (ST e SST) e desvios-padrão de 10 repetições do branco (cadinhos pesados sem volume de amostra)

$$LQ = X + 10S$$

**Equação 1**

Onde:

X = média dos valores.

s = desvio-padrão amostral

$$LD = X + t(n-1). S$$

**Equação 2**

Onde:

X = média dos valores.

t = Distribuição de Student dependente do tamanho da amostra e do grau de confiança; (2,093- 95%)

s = desvio-padrão amostral

Após os cálculos foram estimados hipotéticos volumes de amostras, em função dos LD e LQ encontrados.

### RESULTADOS E DISCUSSÃO

Após o tratamento de dados oriundos do experimento foram encontrados, de acordo com o valor máximo (200 mg) de amostra para ST (50 mL) (1) os seguintes valores para Limites de detecção 0,015 g/L e para o SST (100 mL) 0,0445 g/L. Para os Limites de quantificação os valores foram estabelecidos em: 0,0365 g /L para ST e 0,1266 g/L para o SST. De acordo com os volumes de amostras usados no LEAA (Laboratório Experimentação e Análise Ambiental) da Embrapa Suínos e Aves que são 70 mL para ST, e de 20 mL para SST os LD encontrados foram respectivamente: 0,1272 g/L e 0,1491 g/L. Já os LQ foram definidos como: 0,3619 g/L para ST e 0,3650 g/L para SST. Os resultados obtidos dos LD e LQ em função de hipotéticos volumes de amostra para ST e SST estão descritos na Figura 1.

### CONCLUSÃO

A partir dos resultados obtidos neste trabalho é possível ter-se um valor de variação das massas dos cadinhos mais precisos através dos limites de detecção e quantificação, dados que podem nortear e otimizar as análises de determinação de Sólidos.

### REFERÊNCIAS

1. APHA, AWWA & WEF. **Standard methods for the examination of water and wastewater**. 22 ed. Washington, DC: American Public Health Association, 2012.
2. INMETRO Instituto Nacional de Metrologia, Normalização. **Orientações sobre validação de ensaios**. Disponível em: <[http://www.inmetro.gov.br/sidoq/arquivos/cgcre/doq/doq-cgcre-8\\_03.pdf](http://www.inmetro.gov.br/sidoq/arquivos/cgcre/doq/doq-cgcre-8_03.pdf)>. Acesso em: 29/08/14.
3. **Harmonized Guidelines For Single-Laboratory Validation of Methods Of Analysis**, (IUPAC Technical Report). Disponível em: <<http://mollabs.com/pdf/A.%20Guidelines%20single%20lab%20validation%20IUPAC%202002.pdf>>. Acesso em :27/08/14.

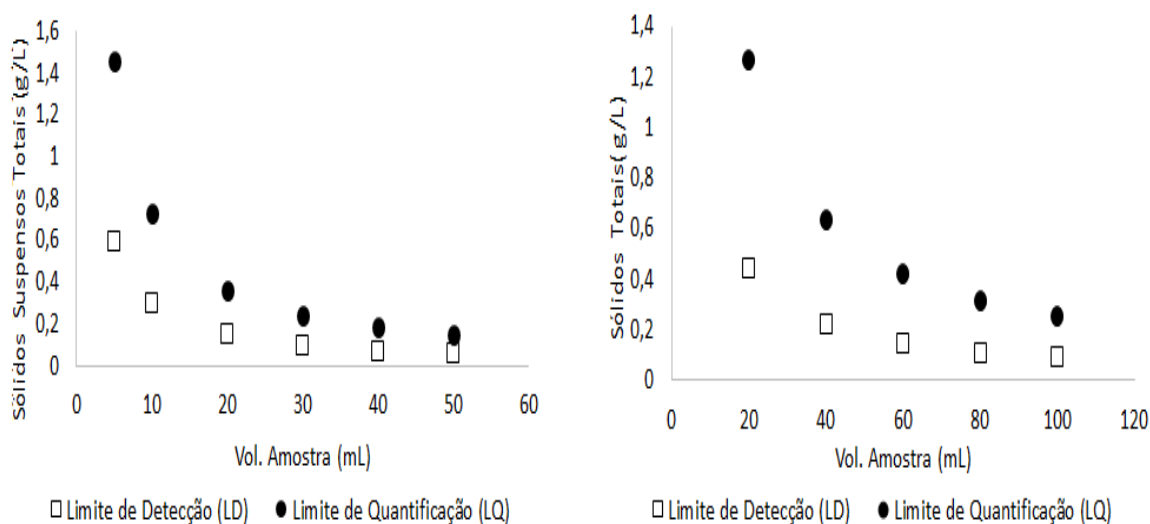


Fig. 1 Estimativa dos LD e LQ em função diferentes volumes de amostra para SST e ST