

## Validação de procedimento analítico para determinação de Cu em solos por espectrometria de absorção atômica com chama

Amanda Alves Soares

Orientadora: Prof.<sup>a</sup> Leticia Malta Costa

**Introdução.** Muitos setores da indústria, comércio, pesquisa & desenvolvimento, que prestam ou compram serviços de laboratórios de ensaios, precisam assegurar a qualidade de seus resultados através do atendimento de vários requisitos metrológicos, como o cálculo da incerteza de medição, validação dos procedimentos analíticos, controle de qualidade, ensaios de proficiência, etc., que compõe os princípios básicos de Garantia da Qualidade Laboratorial.

**Objetivos.** Nesse contexto, vale frisar a importância do conhecimento dos conceitos da Metrologia Química e suas aplicações na rotina de laboratórios de ensaio. Visto isso, o tema principal deste trabalho é a validação de um procedimento analítico, devido à sua relevância no processo de acreditação de ensaios.

**Materiais e métodos.** Foi validado um procedimento de determinação de Cu em solos. O preparo das amostras foi feito por digestão com água régia diluída, assistida por radiação microondas. A técnica analítica escolhida foi a espectrometria de absorção atômica com chama.

Os parâmetros de validação escolhidos foram linearidade, precisão intermediária, recuperação/tendência, seletividade/efeito de matriz, limite de detecção, limite de quantificação e a faixa de trabalho.

**Resultados e discussão.** A tabela 1 mostra as concentrações de Cu em  $\mu\text{g.g}^{-1}$  para várias amostras de solo obtidas pelo procedimento validado, juntamente com os valores obtidos para recuperação através da comparação com materiais de referência certificados (MRC's). Foi estudado também o efeito de matriz nas análises, através da comparação entre as curvas de calibração feitas na matriz e em meio aquoso. Devido às inclinações de ambas as curvas serem iguais estatisticamente, concluiu-se que não há efeito de matriz.

Dessa forma, os parâmetros de validação foram avaliados em curvas em meio aquoso.

Tabela 1. Concentração de Cu nas amostras avaliadas e nos MRC's.

Amostra	Cu/ $\mu\text{g.g}^{-1}$	MRC Cu/ $\mu\text{g.g}^{-1}$
Nitossolo	(34,08 $\pm$ 1,93)	-
Cambissolo	(13,12 $\pm$ 6,92)	-
Solo Agricultura	(122,4 $\pm$ 5,3)	(114 $\pm$ 2)
Sedimento de Rio	(54,60 $\pm$ 2,72)	(53 $\pm$ 6)
Fosfato de Rocha	(48,35 $\pm$ 3,17)	-
Solo arenoso	(12,90 $\pm$ 0,92)	-

Os níveis de concentração utilizados na construção das curvas de calibração foram 0,3; 0,6; 0,9; 1,2 e 1,5  $\text{mg.L}^{-1}$ . Os limites de detecção e quantificação obtidos foram, respectivamente, 0,16 e 0,95  $\mu\text{g.g}^{-1}$ . A seletividade foi avaliada em concentrações crescentes de um dos componentes majoritários na composição do solo escolhido – o Fe, considerando-o como um provável interferente da análise. Constatou-se que não houve efeito de matriz devido à alta concentração de Fe no meio.

Bons coeficientes de correlação em torno de 0,999, além de testes para homoscedasticidade, independência, normalidade dos resíduos e presença de outliers comprovaram a adequação do ajuste linear pelo método dos mínimos quadrados ordinários aos dados experimentais. As condições para os cálculos da precisão foram consideradas intermediárias, e ainda serão obtidos resultados pelos dados de 5 curvas de calibração.

**Conclusão.** Foi possível avaliar e estimar, através dos experimentos realizados, todos os parâmetros de validação propostos inicialmente neste trabalho.