

**AVALIAÇÃO DE PARÂMETROS DE VALIDAÇÃO ANALÍTICA NA DETERMINAÇÃO DE Cd,
Cr, Pb e Ni POR ESPECTROMETRIA DE EMISSÃO ÓTICA COM PLASMA
INDUTIVAMENTE ACOPLADO**

Ana Moira Morás^{1,2} e Míriam de Freitas Soares¹ (orient.)

¹Fundação Estadual de Proteção Ambiental; ²Universidade Federal de Ciências da Saúde de Porto Alegre; anamoira@hotmail.com; mfs2002@hotmail.com

Para o desenvolvimento de uma metodologia analítica é necessário compreender os parâmetros que podem determinar se a técnica cumpre ou não os propósitos a ela designados, possibilitando garantia nos resultados. Com esse intuito, o objetivo desse trabalho foi avaliar algumas figuras de mérito – parâmetros de validação – como, limite de detecção, exatidão e a precisão na determinação de soluções multielementares de Cd, Cr, Pb e Ni, por Espectrometria de Emissão Ótica com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP-OES). O preparo da amostra teste foi realizado por meio de digestão com ácido nítrico, em sistema aberto e chapa elétrica. Foram preparadas sete digestões de uma amostra de concentração conhecida contendo Cd e Cr 10 $\mu\text{g L}^{-1}$, Pb e Ni 25 $\mu\text{g L}^{-1}$, sendo cada digestão realizada em triplicata e em dias diferentes. Padrões de qualidade e brancos foram processados junto com cada digestão. Foram estipulados os seguintes comprimentos de onda (nm): Cd (II) 226,502; Cr (II) 267,716; Ni (II) 231,604 e Pb (II) 220,353. A curva analítica foi preparada utilizando soluções multielementares que abrangeram faixas de 0 a 20 $\mu\text{g L}^{-1}$ para Cd e Cr e 0 a 50 $\mu\text{g L}^{-1}$ para Pb e Ni. As curvas utilizadas apresentaram coeficiente de correlação acima de 0,997 exceto em uma das digestões de Cr. Os limites de detecção parciais encontrados, em $\mu\text{g L}^{-1}$, foram Pb 2,37; Cd 1,55; Ni 2,80; Cr 4,04. Na avaliação da precisão, realizada por teste ANOVA com 95% de confiança e coeficiente de variação com limite em torno de 5%, Cd e Cr apresentaram deficiências nos resultados, enquanto Pb e Ni, em ambos os testes, demonstraram resultados satisfatórios. A exatidão foi estimada por avaliação de resultados dos testes de Z-score, teste T e erro relativo (ER), com limite em torno de 10%. Pb e Cr apresentaram ER menor que 10%, o teste T evidenciou ausência de erro sistemático e com resultado satisfatório conforme teste Z-score. Ni e Cd apresentaram ER próximo a 10%, no teste Z-score foram insatisfatório e questionável, respectivamente, e com erro sistemático segundo teste T, caracterizando uma baixa qualidade na exatidão. De acordo com os resultados, a condição testada não foi satisfatória para os elementos investigados, considerando que as precisões e exatidões foram ruins, com exceção de Pb. É necessário, portanto, concluir os testes para haver um parecer final, tendo em vista que o número de digestões analisadas foram apenas cinco e, para Cr, dois dos resultados foram invalidados.

(Apoio CNPq)