

Tendências na Validação de Métodos Eletroanalíticos

Trends in the Validation of Electroanalytical Methods

E. D. P. Schwab, M. L. Felsner, A. Galli*

Universidade Estadual do Centro-Oeste/UNICENTRO

Resumo: Dentro da Química Analítica, a validação de métodos destaca-se por meio de uma série de parâmetros que possibilitam obter uma estimativa dos erros inerentes aos resultados quantitativos obtidos, possibilitando conduzir as determinações químicas de maneira confiável e permitindo assim, avaliar a relevância e a significância estatística dos fatores estudados. Neste contexto, a validação de novos métodos eletroanalíticos [1,2,3] vem se destacando, a fim de garantir que se gere informações confiáveis sobre a amostra. Adicionalmente, é cada vez mais crescente a utilização de ferramentas quimiométricas, na otimização do sistema em estudo, aliadas à validação do método [2], verificando se o método sob investigação tem capacidade e condições de ser aplicado. Comumente, os parâmetros requeridos para a validação do método eletroanalítico proposto são: curva analítica, linearidade, sensibilidade, limite de detecção (LD), limite de quantificação (LQ), seletividade, exatidão e precisão. Desta forma, pode-se mencionar a validação para a determinação eletroanalítica de 2,4,6 – triclorofenol (2,4,6 – TCF) em amostras de águas naturais e alimentos [3]. Os resultados obtidos por voltametria de onda quadrada (VOQ) em tampão B-R 0,1 mol L⁻¹ (pH 8,0) sobre o eletrodo de diamante dopado com boro (DDB), mostraram que o 2,4,6 – TCF possui apenas um pico de oxidação em 0,72V vs Ag/AgCl, com características irreversíveis e processo controlado por difusão das espécies na superfície do eletrodo. Após a otimização do sistema, foi realizada a validação do método desenvolvido, onde foi empregada curva analítica por adição de padrão para o analito de interesse, onde esta apresentou boa linearidade na faixa de concentração investigada, com valores de $F_{regressão} \gg F_{crítico}$ e sem falta de ajuste do modelo linear. Os limites de detecção (LD) e quantificação (LQ) obtidos foram de 2,05x10⁻⁸ mol L⁻¹ e 6,82x10⁻⁸ mol L⁻¹, respectivamente. As taxas de recuperação realizadas em matrizes de águas naturais e alimentos foram adequadas e variaram entre 90% e 118%, indicando que a análise direta das amostras sem tratamento prévio apresenta exatidão adequada. Os desvios padrão relativos alcançados nos testes de precisão foram inferiores aos recomendados pela ANVISA e AOAC, (RSD (%) < 1,51). Desta forma, sugere-se que a metodologia eletroanalítica desenvolvida pode ser aplicada na determinação de 2,4,6 – TCF com vantagens em relação aos métodos tradicionais, como rapidez, baixo custo e redução do uso de reagentes.

Agradecimentos:

CNPq, Capes, Fundação Araucária e Unicentro.

Referências:

- [1] S. C. dos Santos, A. Galli, M. L. Felsner, K. C. Justi, *Revista Virtual de Química* 6 (4) (2014) 866-883
- [2] L. Miranda, M. L. Felsner, Y. R. Torres, I. Hoss, A. Galli, S. P. Quináia, *Química Nova* 38 (3) (2015) 419-426
- [3] Schwab, Emanuele Dal Pisol. Desenvolvimento, Otimização e Validação de Metodologia Eletroanalítica para a Determinação de 2,4,6 – Triclorofenol em Amostras e Águas e Alimentos. Dissertação (Mestrado em Química Aplicada) – Universidade Estadual do Centro – Oeste/Unicentro, 2017

* e-mail do autor principal: adressagalli@gmail.com