

## **QUALIDADE DE MEDIÇÕES EM QUÍMICA ANALÍTICA. ESTUDO DE CASO: DETERMINAÇÃO DE CROMO HEXAVALENTE EM ESPECTROFOTÔMETRO UV - VISUAL**

Gabriel Duarte Ribeiro<sup>(1)</sup>; Guilherme Filipe Bicalho<sup>(2)</sup>, Kelly Cristina Alves<sup>(3)</sup>, Diego Roberto Silva<sup>(4)</sup>, Dayane do Carmo Carvalho<sup>(5)</sup>

<sup>(1)</sup>Graduando em Engenharia Química - Centro Universitário de Patos de Minas – UNIPAM.

gabriel.dracademico@outlook.com.

<sup>(2)</sup>Graduando em Ciências Biológicas - Centro Universitário de Patos de Minas - UNIPAM.

guilhermecalho@hotmail.com.br.

<sup>(3)</sup>Engenheira Agrônoma - Água e Terra Análises Ambientais. kelly.cristinakca@hotmail.com.br

<sup>(4)</sup>Biólogo, Gerente da Qualidade - Água e Terra Análises Ambientais. diego@labaguaeterra.com.br

<sup>(5)</sup>Professor Doutor do curso de Engenharia Química - Centro Universitário de Patos de Minas – UNIPAM.

dayenec@unipam.edu.br

### **1. INTRODUÇÃO**

Milhões de medições analíticas são efetuadas a cada dia em milhares de laboratórios ao redor do mundo. Uma forte infra-estrutura internacional de medições está sendo implementada e, verifica-se a necessidade progressiva de dados analíticos comparáveis e consistentes, para a eliminação de barreiras técnicas entre os países. (BARROS, 2002)

A concentração de uma amostra não é uma grandeza física observável. Em um ensaio analítico toda concentração é obtida de forma indireta, medidas através de outras grandezas como absorção ou emissão de luz, condutividade e até mesmo gravimetria. (PIMENTEL, 1995)

A calibração é utilizada como método de validação, pelo fato de afetar diretamente o ensaio, interferindo na exatidão, precisão, aplicabilidade, duração e custo da análise. Sendo disposta por vários gráficos analíticos incluindo a linearização. (BARROS, 2002; AMORIM, 2001; BRITO, 2003).

Devido ao alto teor de toxicidade do cromo hexavalente, diversos processos de tratamento específico vem sendo desenvolvidos com tal finalidade. Estudos demonstrados por Amorim (2000) e Hayashi (2001), apresentam processos biológicos através de enzimas e biossensores. Com grandes fontes e de pesquisa torna-se necessária uma avaliação quantitativa com precisão e exatidão garantindo a eficiência do método.

O cromo hexavalente se encontra na listagem realizada pela EPA (Environmental Protection Agency) dos 129 poluentes mais críticos (EPA, 2009). Dados publicados pela CETESB 1998 já avaliavam o cromo hexavalente com alto teor tóxico, carcinogênico e com alta

irritabilidade em olhos e nariz. Por esse motivo a avaliação do mesmo deve apresentar grande precisão.

O método avaliativo proposto pelo Standard Methods for Examination of the Water and Wastewater - SMEWW (RICE, 2012), através de ensaio colorimétrico apresenta seletividade de até 10 µg/L atendendo a legislação vigente CONAMA 020/1986 que exige quantidade mínima de descarte de 50µg/L. (ABNT, 1986).

O objetivo do presente estudo, discursa na avaliação e confirmação do método proposto pelo SMEWW utilizando curva de calibração. Avaliando estatisticamente a precisão do método, coeficiente de correlação e erros apresentados.

## 2. MATERIAL E MÉTODOS

O experimento foi realizado no laboratório de análises físico químicas, na empresa Água e Terra Análises Ambientais, localizado no município de Patos de Minas, avenida Marabás, número 3737. As concentrações das soluções padrão foram avaliadas de acordo com o método 3500-Cr C descrito em SMEWW (2012). A vantagem deste método é por ser colorimétrico sensível e que envolve reações brandas (RICE, 2012).

A rota de análise seguida através do SMEW (2012), dá-se início após o preparo das amostras onde é realizada a preservação com solução tampão elevando o pH a 9,5 evitando assim a oxidação do metal analisado em cromo trivalente. A sequência cronológica do procedimento está presente na Figura 1. Os padrões utilizados foram produzidos a partir de solução padrão de Cr (VI) 100 mg/L, sendo utilizado para a curva de calibração as concentrações de 10 a 100 µg/L.

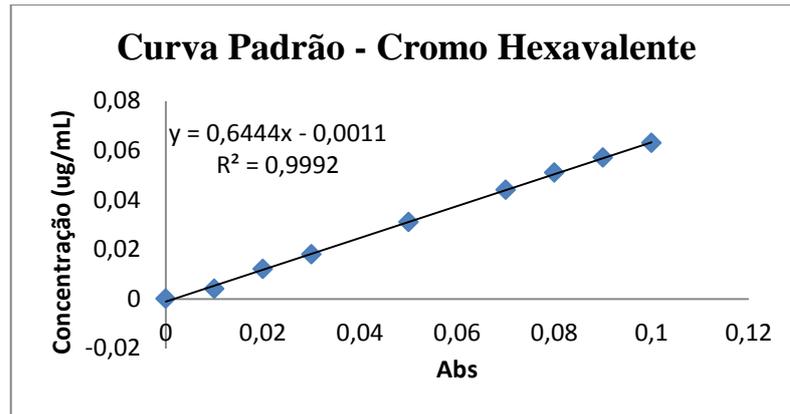
Após a adição de difenilcarbazona as amostras foram levadas a medição em espectrofotômetro com comprimento de onda 540 nm. O modelo foi avaliado a partir da incerteza da curva de calibração, avaliando o intervalo de confiança entre os pontos e a correlação com o grau de confiança estabelecido de 99%.

Após a avaliação do modelo linear realizou-se a validação do modelo linear, avaliando o valor  $F \geq F_{\text{crítico}}$  o que indica que  $a \neq 0$ , assim então indicando que a regressão é significativa.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A avaliação do modelo seguiu a metodologia pressuposta, aplicando os resultados em gráfico de dispersão linear obtiveram-se os resultados demonstrados na Figura 2.

Figura 2– Curva de calibração de cromo hexavalente.



Fonte: Autorial Própria, Ribeiro (2017)

Os resultados dos testes para o medelo previsto mostra razão de  $MQL/MQEP = 0,1749$ , valor bem inferior ao valor tabelado do  $F_{crítico}$  que e 1. A indicação de existência linear entre as variáveis dependentes x e as independentes y foi altamente significativa e confirmada a partir da relação entre  $MQR/MQE = 8845,45$ .

O valor obtido de  $R^2 = 0,999$  demonstrou a eficiência da regressão, com  $R2_{máx}$  de 0,9992. Os parâmetros da regressão foram estimados (coeficiente angular,  $a = 0,6444$  e coeficiente linear,  $b = -0,0011$ ). Todos os dados utilizados para os cálculos estão representados na Tabela 1.

Tabela 1 – Análise de variâncias .

ANOVA					
	gl	SQ	MQ	F	F de significação
Regressão	1	0,0108	0,01086	8830,5	4,078E-12
Resíduo	7	8,6E-06	1,28E-06		
Total	8	0,0108			
Estatística de regressão					
		R múltiplo			0,999604
		R-Quadrado			0,999208
		R-quadrado ajustado			0,999095
		Erro padrão			0,001105

Fonte: Autorial Própria, Ribeiro (2017)

Avaliando o resultado da amostra problema com concentração de 0,05 mg/L de Cr (VI) obteve-se o resultado de 0,05025 mg/L com 99% de confiança da concentração em porcentagem a sua variação de c=acordo com a calibração foi de 0,5%.

#### 4. CONCLUSÕES

- (i) A função calibração, com grande emprego na química analítica, pode ser planejada e utilizada, a fim de proporcionar uniformidade às práticas metrológicas nos diversos laboratórios que venham a gerar resultados a serem comparados, ou que venham a representar informações para decisões em situações de impasse;
- (ii) O método se mostrou extremamente preciso, tendo intervalo de confiança acima do pressuposto de 99%;

#### REFERÊNCIAS

- AMORIM, Wanda Batista de. Estudo de Processo de Dessorção de Cromo Hexavalente Presente em Algas Marinhas Provenientes do Processo de Biossorção. 2000. 122 F. **Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Química, Engenharia de Processos, Unicamp, Campinas, 2000.** Disponível Em: <<http://repositorio.unicamp.br/jspui/handle/REPOSIP/267569>>. acesso em: 05 set. 2017.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TECNICAS. CONAMA N° 20: Dispõe Sobre a Classificação das Águas Doces, Salobras e Salinas do Território Nacional. 1 ed. são paulo: gen, 1986. v. 1.
- BARROS, Cleide Bassani de. Validação de Métodos Analíticos. **Biológica, São Paulo**, v. 64, n. 2, p.175-177, dez. 2002.
- BRITO, Natiele Mesquita et al. Validação de Métodos Analíticos: Estratégia e Discussão. **Pesticidas: R. Ecotoxicol e Meio Ambiente, Curitiba**, v. 13, n. 1, p.129-146, dez. 2003.
- EVIROMENT PROTECTION AGENCY. EPA 816-F-09-004: National Primary Drinking Water Regulations. Washington,.: **Epa, 2009.** Disponível em: <<https://www.epa.gov/ground-water-and-drinking-water/national-primary-drinking-water-regulation-table>>. acesso em: 05 set. 2017.
- HAYASHI, Angela Mitsuyo. Remoção de Cromo Hexavalente Através de Processos de Biossorção em Algas Marinhas. 2001. 232 f. **Tese (Doutorado) - Curso De Engenharia Química, Engenharia De Processos, Unicamp, Campinas, 2001.** Disponível Em: <<http://repositorio.unicamp.br/jspui/handle/REPOSIP/266215>>. acesso em: 05 set. 20178.
- RICE, Eugene W. et al. Standard Methods for Examination of the Water and Westwater. 22. Ed. Washington: **Water Environment Federation, 2012.**