

## Alternativas operacionais para o preparo de soluções de referência baseado em seqüências numéricas

Adriana V. Santos<sup>1\*</sup> (PG), Eduardo B.G.N. Santos<sup>1</sup> (PG), Andréa P. Fernandes<sup>2</sup> (PQ), Mauro Korn<sup>1</sup> (PQ), Maria G. A. Korn<sup>2</sup> (PQ) [qdricaquimica@yahoo.com.br](mailto:qdricaquimica@yahoo.com.br)

<sup>1</sup> NQA / Departamento de Ciências Exatas e da Terra, Universidade do Estado da Bahia, Salvador, Bahia, Brasil.

<sup>2</sup> NQA / Departamento de Química Analítica, Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia, Salvador, Bahia, Brasil

Palavras Chave: Soluções de referência, progressões, mecanização de operações, preparo de soluções.

### Introdução

Os procedimentos envolvidos nas análises químicas podem ser considerados como uma sucessão (em série e em paralelo) de operações unitárias que culminam na expressão da(s) quantidade(s) da espécie(s) química(s) de interesse presente(s) em uma dada amostra. O preparo de soluções de referência é uma das operações unitárias que está presente em grande parte dos métodos analíticos, visando permitir o cálculo da concentração do analito por interpolação. O preparo de soluções de referência se baseia em diluições controladas de uma solução estoque, de modo a obter uma série de soluções de trabalho com concentrações conhecidas. Considerando as boas práticas analíticas, três ou mais soluções de referência devem ser preparadas e submetidas ao mesmo procedimento de análise que as amostras, para garantir uma confiabilidade adequada na determinação de concentrações. Para isto, diversos materiais volumétricos são empregados (pipetas, buretas, balões volumétricos) e, na maioria dos casos sem estarem calibrados. No presente trabalho foi proposta uma estratégia de preparo de soluções de referência baseada na (1) minimização dos materiais volumétricos; e (2) na aplicação de seqüências numéricas, como a progressão aritmética (PA) e geométrica (PG). Para avaliação do procedimento proposto foram preparadas soluções mistas de referência para a determinação simultânea de Fe, Al, As, Co, Cd e P em biocombustíveis por ICP OES e de corante (azul de metileno) por fotometria.

### Resultados e Discussão

Há várias opções para o preparo de soluções de referência, baseando-se na transferência de alíquota da solução estoque, ou branco, para a solução-mãe (branco ou solução estoque), seguida da retirada de alíquota da solução (solução-filha) após homogeneização. Na maioria das vezes, as concentrações das soluções de referência seguem seqüências como PA ou PG. Para que as concentrações sigam uma PA, estabeleceu-se a

seqüência de adição e retirada de alíquotas, os volumes da solução inicial (solução-mãe) e de trabalho (soluções-filhas), além do número de pontos na curva de trabalho. No caso de uma PA, o volume da solução-mãe ( $V_i$ ) deve ser exatamente igual ao produto do número de pontos da curva desejada ( $n$ ) pelo volume transferido ( $V_i = n \cdot V_{trans}$ ) e o volume da alíquota transferida deve ser igual a metade do volume das soluções-filhas ( $V_f = 2 \cdot V_{trans}$ ). Para realizar o preparo de soluções de referência com concentração 0; 2,5; 5; 7,5; 10; 12,5 mg L<sup>-1</sup> ( $n=6$ ) foi preparada uma solução estoque mista com diferentes íons metálicos em concentração 12,5 mg L<sup>-1</sup> e esta foi submetida ao processo proposto. O volume transferido para a solução-mãe foi de 1 mL ( $V_{trans}$ ) e o volume das soluções-filha ( $V_f$ ) foram iguais a 2 mL (limite mínimo para medidas com o ICP OES). Para este caso,  $V_i = 12$  mL. Na Fig. 1 é apresentada a curva analítica ( $r=0,9998$ ) obtida para alumínio, empregando a linha de emissão de 237,312 nm, com o procedimento proposto.

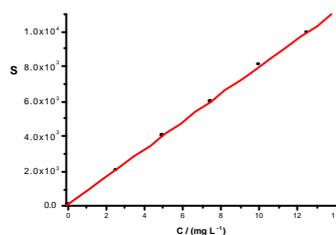


Figura 1. Curva analítica para alumínio

Para as soluções de referência, cujos valores de concentração seguem uma PG ( $A_n = A_1 \cdot (q)^{n-1}$ ),  $V_{trans}$  deve ser igual a  $V_f$ , e  $V_i = n \cdot V_{trans}$ .

### Conclusões

Para a aplicação do processo proposto são necessárias 2 pipetas volumétricas para as tomadas de  $V_{trans}$  e  $V_f$ , além de um balão volumétrico para a tomada de  $V_i$ . O processo é rápido, mesmo em condições não automatizadas, e apresenta baixa probabilidade de erro no preparo de soluções de referência. O processo foi aplicado com sucesso no preparo de soluções para análises de amostras de biocombustíveis por espectrometria atômica e molecular.

## **Agradecimentos**

CT-PETRO, CNPq, CAPES, FAPESB