

Avaliação da Recuperação e Exatidão de Metodologia usada para determinação de Glifosato e AMPA em amostras de água.

Fernanda Benetti (PG)^{1*}, Maria Diva Landgraf (PQ)¹, Maria Olímpia Oliveira Rezende (PQ)¹.

¹Instituto de Química de São Carlos – Universidade de São Paulo - IQSC/USP

*fernandabenetti@bol.com.br.

Palavras Chave: Recuperação, Exatidão, Ácido Aminometil fosfônico (AMPA), Glifosato.

Introdução

O ideal de um método analítico é analisar o analito de interesse diretamente sobre a amostra. Toda amostra que recebe tratamento de análise indireta (diluição, extração, concentração, derivação etc) assim como direta (baixa solubilidade, possibilidade de cristalização etc), deve ter calculado o erro ou perda da espécie em análise, ou seja, sua recuperação¹.

Para avaliar a exatidão pode-se usar testes estatísticos. Calculam-se as médias dos diferentes níveis de fortificação e aplica-se o teste t de Student. O teste é conhecido como Teste de Hipótese².

Resultados e Discussão

Nas tabelas a seguir são apresentados os valores de recuperação obtidos para glifosato e AMPA em água.

Tabela 1 – Recuperação do AMPA em água.

Concentração teórica (ug L ⁻¹)	Concentração obtida (ug L ⁻¹)	Recuperação (%)	Média (%)	s
30	32	111	105	14,0
	28	88,4		
	37	116		
90	91	101	106	8,6
	103	116		
	92	102		
200	179	88,8	96,2	6,8
	196	97,9		
	204	102		

Tabela 02 – Recuperação do glifosato em água.

Concentração teórica (ug L ⁻¹)	Concentração obtida (ug L ⁻¹)	Recuperação (%)	Média (%)	s
30	25	81,3	107	18,4
	32	107		
	35	118		
90	97	108	105	6,8
	99	110		
	88	97,7		
200	179	89,6	102	7,7
	220	110		
	189	94,4		

Tabela 03 – Teste hipótese para AMPA em água.

Nível Fortificação (ug L ⁻¹)	Recuperação (%)	X rec (%)	S rec	t exp
30	111	104	7,53	1,012
90	106			
200	96,2			

Tabela 04 – Teste hipótese para Glifosato em água.

Nível Fortificação (ug L ⁻¹)	Recuperação (%)	X rec (%)	S rec	t exp
30	102	102	3,51	0,822
90	105			
200	98,0			

Os resultados obtidos para recuperação foram considerados bons, visto que apresentaram valores de recuperação entre 96,2 e 111%. A ANVISA recomenda valores de recuperação entre 70-120%³.

O valor de t_{tab} para $t = 95\%$ é de 4,303 ($n-1 = 2$). Os resultados obtidos de acordo com o teste da hipótese nula variam de 0,755 a 4,241, o que mostra que $t_{exp} \leq t_{tab}$, ou seja aceita-se a hipótese nula, isto é, não se pode afirmar que há diferenças entre o valor esperado e o encontrado, com 95% de confiança, mostrando que o método proposto é exato.

Conclusões

Os resultados obtidos para recuperação estão dentro do estabelecido pela ANVISA, e o método proposto é exato a 95% de confiança, visto que $t_{exp} \leq t_{tab}$.

Agradecimentos

Ao programa de pós-graduação em Química Analítica do IQSC-USP, FAPESP, CNPq e a CAPES, pela bolsa concedida.

¹ LEITE, F. Validação em análise química. Átomo, São Paulo, 2008, 357p.

² BARROS NETO, B.; SCARMINIO, I.S.; BRUNS, R.E. Como fazer experimentos: pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria. Editora da Unicamp, Campinas, 2002, 401p.

³ BRASIL. ANVISA. Resolução n°899, de 29 de maio de 2003. Diário Oficial da União, Brasília, 02 de junho de 2003. Seção 1, p.56.