

Avaliação de Parâmetros Instrumentais para Garantia de Dados Analíticos do Laboratório de Dosimetria Química do Centro Regional de Ciências Nucleares (CRCN)

V. L. B. Souza; M. D. C Figueirêdo; M. S. Cunha

Divisão de Técnicas Analíticas e Nucleares, Centro Regional de Ciências Nucleares, 50740-540, Recife-PE, Brasil

vlsouza@cnen.gov.br

(Recebido em 28 de julho de 2008; aceito em 25 de setembro de 2008)

Parâmetros instrumentais avaliam a aceitabilidade dos dados analíticos obtidos por um instrumento. O desempenho do espectrofotômetro UV-VIS é avaliado para os comprimentos de onda e as escalas de absorbância com materiais apropriados (soluções de diferentes concentrações de K_2CrO_4 , por exemplo). O objetivo deste trabalho é demonstrar os resultados obtidos pelos procedimentos de controle da qualidade do laboratório de Dosimetria Química (Dosimetria Fricke) nos últimos quatro anos. As leituras foram realizadas no espectrofotômetro e gráficos de controle foram elaborados, levando em consideração os resultados das medidas realizadas com soluções de K_2CrO_4 e de Fe^{3+} . As variações nos valores obtidos para a estabilidade do espectrofotômetro, bem como para o controle de sua calibração não ultrapassaram 2%.

Palavras-chave: controle de qualidade, calibração de espectrofotômetro, dosimetria química.

Instrumental parameters need to be evaluated for obtaining acceptable analytical results for a specific instrument. The performance of the UV-VIS spectrophotometer can be verified for wavelengths and absorbances with appropriate materials (solutions of different concentrations of K_2CrO_4 , for example). The aim of this work was to demonstrate the results of the procedures to control the quality of the measurements carried out in the laboratory in the last four years. The samples were analyzed in the spectrophotometer and control graphics were obtained for K_2CrO_4 and Fe^{3+} absorbance values. The variation in the results obtained for the stability of the spectrophotometer and for the control of its calibration did not exceed 2%.

Keywords: quality control, calibration of spectrophotometer, chemistry dosimetry

1. INTRODUÇÃO

É de fundamental importância, para a confiabilidade dos seus serviços e pesquisas de um laboratório, o controle da qualidade dos seus dados, sendo assim, alguns parâmetros devem ser seguidos e utilizados na rotina laboratorial. Dentre eles: a *especificidade*, que é a capacidade que o método possui de medir exatamente um composto (no nosso caso Fe^{3+}) em presença de outros componentes, como impurezas, produtos de degradação e componentes da matriz; a *linearidade*, que é a capacidade de demonstrar que os resultados obtidos são proporcionais à concentração do analito (Fe^{3+}), num intervalo especificado, sendo este intervalo a faixa entre os limites quantificação superior e inferior de um método analítico [1], neste caso, a curva de calibração obtida deve passar o mais próximo possível de todos os pontos do intervalo; e a *repetitividade*, que é o grau de concordância entre os resultados de medições sucessivas de um mesmo mensurando (analito), efetuadas sob as mesmas condições de medição; mesmo procedimento, mesmo observador, mesmo instrumento, mesmo local, repetição em curto período de tempo, e é expressa quantitativamente em função das características da dispersão dos resultados [2].

O controle da qualidade, de um laboratório, estabelece a frequência das avaliações usando amostras de controle da qualidade (padrões) durante as análises, critérios de conformidade e de ações corretivas em casos de falhas. O controle da qualidade da dosimetria Fricke envolve múltiplos aspectos, dentre eles a *calibração* do espectrofotômetro utilizado. A *Calibração* de um equipamento é segundo o Instituto Nacional de Metrologia, Normatização e Qualidade Industrial (INMETRO) (2000) [2], o conjunto de operações que estabelece, sob condições

especificadas, a relação entre os valores indicados por um instrumento de medição e os valores correspondentes das grandezas estabelecidas por padrões (ex. material de referência) e a finalidade da calibração de um instrumento é verificar a conformidade de um determinado instrumento com as especificações ou normas aplicáveis, estabelecendo uma relação entre a indicação do instrumento e o valor verdadeiro da grandeza que ele mede. Para estabelecer o tempo de intervalo entre as calibrações o analista deve verificar se existe alguma recomendação do fabricante do instrumento; conhecer as exigências legais e/ou as normas aplicáveis, e basear-se no histórico do instrumento. A importância da calibração do espectrofotômetro UV-VIS é para detectar problemas que afetam os resultados das leituras espectrofotométricas causados pelo desgaste natural dos equipamentos ou de seus componentes ópticos e eletrônicos, eliminar a influência da estabilização da rede elétrica e garantir a confiabilidade das medições realizadas.

O objetivo deste trabalho é demonstrar, no período de 2004 a 2007, os resultados obtidos pelos procedimentos de controle da qualidade do laboratório de Dosimetria Química levando em consideração a calibração do espectrofotômetro UV-VIS, além da especificidade do método utilizado na Dosimetria Fricke para a determinação de íons férricos, a linearidade do mesmo e a repetitividade dos resultados.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

Uma solução de Fe^{3+} foi utilizada, como padrão, para ter sua densidade óptica (1,5) medida no mesmo momento das amostras, para verificar quão próximas essas medidas estão do valor verdadeiro, bem como, para determinar a especificidade e a linearidade do método analítico utilizado. Essa solução padrão foi sintetizada com: 0,0314g de $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$; 0,1645g de $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$; 0,03g de NaCl; 11mL de H_2SO_4 ; diluídos para 500mL de água tridestilada. A solução utilizada como branco foi a solução Fricke, não irradiada, sintetizada com 0,1960g de $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$; 0,03g de NaCl; 11mL de H_2SO_4 ; diluídos para 500mL de água tridestilada [3]. Para a calibração do espectrofotômetro (Beckman Coulter DU-640) utilizou-se soluções de diferentes concentrações de K_2CrO_4 (55mg/L, 100mg/L, 130mg/L) dissolvidas em solução de ácido perclórico, segundo normas da American Society for Testing and Materials (ASTM) [4].

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 mostra valores de densidades ópticas avaliados em quatro anos, com o padrão de Fe^{3+} . O valor médio da densidade óptica foi de $1,4512 \pm 1\%$, e o desvio em relação ao valor pré-estabelecido como padrão foi de 3,25%. Demonstrando uma estabilidade para o Fe^{3+} .

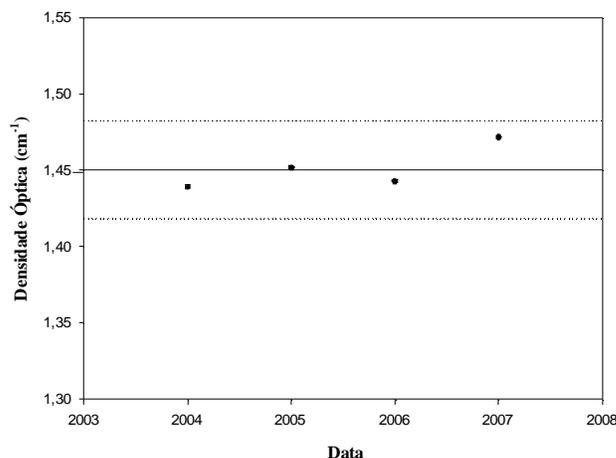


Figura 1: Resultados da Estabilidade do Fe^{3+} desde o ano de 2004 até o ano de 2007.

As Figuras 2 e 3 mostram os resultados das densidades ópticas da solução de dicromato de potássio para o comprimento de onda de 257 nm (Figura 2) e 313 nm (Figura 3). As linhas tracejadas indicam os limites inferiores e superiores máximos permitidos por norma (ASTM). A média e o desvio percentual para o comprimento de onda de 257 nm foi de $1,448 \pm 0,75\%$ enquanto que a média e o desvio percentual para o comprimento de onda de 313 nm foi de $0,4798 \pm 0,54\%$. As densidades ópticas medidas (absorbâncias) encontram-se em concordância com os valores pré-estabelecidos em norma [4].

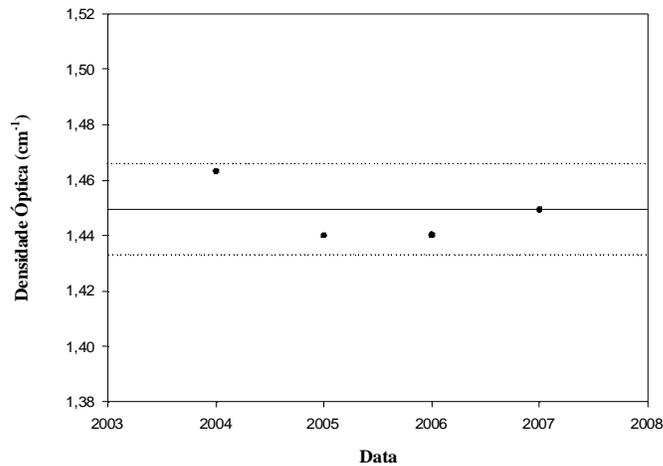


Figura 2: Resultados da calibração do espectrofotômetro com dicromato de potássio para o comprimento de onda de 257nm.

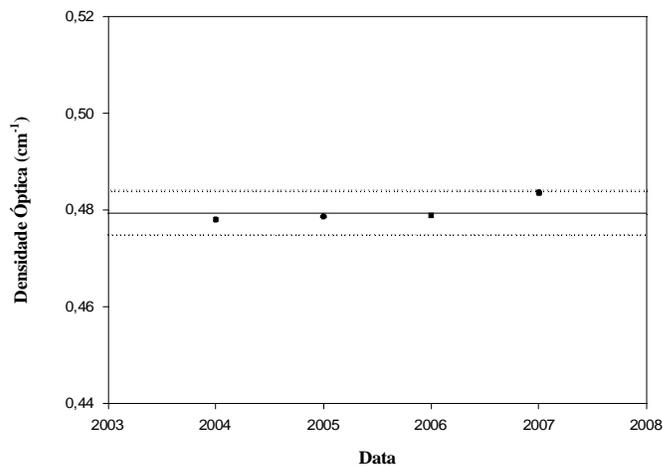


Figura 3: Resultados da calibração do espectrofotômetro com dicromato de potássio para o comprimento de onda de 313nm.

Para a linearidade observada pela curva de calibração do espectrofotômetro (Figura 4), num intervalo de 10^{-6} a 10^{-4} observou-se um coeficiente de correlação de 0,9995. E o coeficiente de extinção molar, ϵ (coeficiente angular da curva) obtido ($217,8 \text{ m}^2 \cdot \text{mol}^{-1}$) foi similar ao da literatura ($218 \text{ m}^2 \cdot \text{mol}^{-1}$) [5].

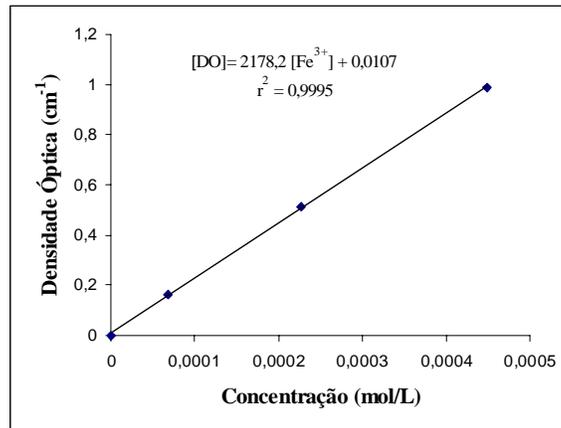


Figura 4: Linearidade determinada pela curva de calibração do espectrofotômetro determinada com Fe^{3+} .

4. CONCLUSÃO

A metodologia utilizada no laboratório de dosimetria Fricke atende às exigências quanto à especificidade, linearidade e repetitividade na determinação de íons férricos. Além disso, os resultados foram considerados satisfatórios e o método de determinação de Fe^{3+} utilizado provou ser adequado para determinação da dose na água com o dosímetro Fricke. E os resultados obtidos para as densidades ópticas nos comprimentos de onda estudados, com as soluções de dicromato de potássio, para a calibração do espectrofotômetro, encontram-se em concordância com os valores pré-determinados por normas com variações menores que 1%.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à Fundação de Amparo à Ciência e Tecnologia do Estado de Pernambuco (FACEPE), e ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pelo suporte financeiro.

1. STULZER, H. K.; TAGLIARI, M. P.; SILVA, M. A. S. Desenvolvimento e validação de um método analítico para a quantificação por espectroscopia UV de captropil em comprimidos de liberação prolongada. *Rev. Col. Cienc. Quím. Farm.*, 35 (2): 212-223. (2006).
2. INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, NORMATIZAÇÃO E QUALIDADE INDUSTRIAL (INMETRO), *Vocabulário Internacional de Termos Fundamentais e Gerais de Metrologia –VIM. 2.* ed. Brasília, SENAI/DN. (2000). 75p.
3. OLSZANSKI, A.; KLASSEN, N. V.; ROSS, C. K; SHORTT, K. R. *The IRS Fricke Dosimetry System.* Institute for National Measurement Standards, National Research Council, PIRS-0815, Ottawa, Ontario. (2002).
4. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM), *Standard Practice for Monitoring the Calibration of Ultraviolet-Visible Spectrophotometers whose Spectral Slit Width does not Exceed 2 nm - E 925 – 02.* ASTM Internacional, USA. (1996).
5. ATTIX, F. H. *Introduction to Radiological Physics and Radiation Dosimetry*, Wiley-Interscience Publication, USA. (1986).