



Validação da Metodologia para Análise de Formaldeído por Fluorescência

Izabela Gonçalves da Silva, Camila Ramos de Oliveira Nunes, Maria Cristina Canela

O processo de validação é reconhecido internacionalmente como um dos fatores fundamentais para garantir a qualidade e a confiabilidade em uma análise química. Não existe um procedimento de validação padrão, portanto devem ser conhecidas e avaliadas as características gerais envolvidas em uma metodologia de análise e a partir disto elaborar um procedimento que leve a melhor eficiência deste método. Sendo assim, o objetivo deste trabalho foi validar metodologia para análise de formaldeído por fluorescência, onde foram avaliados os seguintes parâmetros: seletividade, linearidade, limite de detecção, limite de quantificação e precisão. A metodologia baseou-se em duas curvas analíticas preparadas a partir de um padrão líquido de formaldeído aquoso 37% padronizado. As curvas foram feitas com 7 pontos, a de alta na faixa de 0,1210 a 1,1698 $\mu\text{g mL}^{-1}$, e a baixa de 0,0075 a 0,1210 $\mu\text{g mL}^{-1}$. Ambas foram preparadas contaminando 10 mL do derivatizante reagente de Nash (solução preparada com acetilacetona, ácido acético e acetato de amônio), com determinados volumes do padrão líquido. Três tubos sem padrões foram utilizados como branco. As amostras foram analisadas por fluorescência em um espectrofluorímetro Cary Varian, modelo Eclipse. Quanto aos parâmetros analisados, o método demonstrou boa seletividade sendo este discutido teoricamente. O limite de detecção foi de 1,77 $\mu\text{g mL}^{-1}$, e o limite de quantificação de 5,31 $\mu\text{g mL}^{-1}$, ambos calculados segundo o método baseado em parâmetros da curva analítica. A linearidade foi avaliada pelo coeficiente de correlação (r), sendo de 0,996 e 0,999 para as curvas de alta e baixa concentração, respectivamente, mostrando boa linearidade na faixa estudada. A precisão foi avaliada pelo desvio padrão relativo (DPR) de duas concentrações dentro da faixa da curva analítica, sendo realizadas em triplicatas. Os resultados de DPR foram de 1,7% e 6,5 %, respectivamente para a curva de alta e baixa concentração. Aceita-se DPR de até 20% quando se trata da análise de traços ou impurezas e com matriz complexa. A validação de metodologias para análises de compostos através de derivatização é importante para a qualidade dos resultados obtidos nas amostragens de formaldeído que serão realizadas no Laboratório de Anatomia do hospital veterinário da UENF.

Palavras-chave: Validação, Formaldeído, Fluorescência.

Instituição de fomento: CAPES, UENF.