

## 7

### Conclusões e recomendações

Neste trabalho foram desenvolvidos e validados os métodos analíticos baseados na SSRTP para determinação seletiva de criseno e de pireno. O desenvolvimento do método foi planejado prevendo aplicabilidade da técnica analítica em amostras específicas (cachaça e bÍlis de peixe).

O estudo univariado mostrou ser de extrema importância antes da aplicação do planejamento fatorial para que se pudesse conhecer o comportamento do sinal fosforescente da substância de interesse.

O estudo multivariado foi muito útil na avaliação dos principais efeitos e possibilitou a identificação de interações entre esses fatores responsáveis pelo sinal fosforescente do criseno, pireno.

De acordo com os estudos de características fosforescentes, ajustes de condições, tratamentos estatísticos e avaliação crítica de resultados, o nitrato de prata foi indicado como sal indutor de fosforescência seletivo para permitir a determinação de criseno na presença de pireno e demais HPA envolvidos no estudo. Já o nitrato de chumbo foi indicado para determinação seletiva do pireno na presença de criseno e demais HPA. O modo de varredura sincronizada foi crucial para o sucesso da SSRTP nesse tipo de determinação seletiva. A previsão das estratégias de análise foi confirmada pelo resultado analítico utilizando MRC. Da mesma forma, a comparação de resultados encontrados com SSRTP e HPLC corroborou a adequação do método proposto.

A validação dos métodos por SSRTP e a estimativa da incerteza da medição foram muito importantes para garantir a confiabilidade dos resultados e a rastreabilidade nas medições. Pela primeira vez em SSRTP um estudo foi realizado para identificar as fontes de incerteza. A

partir da conclusão desses estudos pode-se dizer que as medições por SS RTP são providas de rastreabilidade pelo SI, visto que os valores do MRC são rastreáveis ao NIST (SI).

A incerteza calculada para o método foi relativamente alta quando comparada aos limites de quantificação estimados. No entanto uma avaliação das fontes de incerteza e um trabalho cuidadoso para minimizar as suas contribuições podem melhorar esse resultado. A partir dos resultados obtidos na estimativa da incerteza da medição por SS RTP, concluiu-se que, o componente que mais contribuiu no valor da incerteza foi à reprodutibilidade. Estudos futuros com o intuito de minimizar a incerteza incluem avaliações quanto a: (i) flutuação da intensidade da fonte de excitação (pois a luminescência é proporcional à intensidade da fonte de excitação); (ii) degradação da amostra no papel durante excitação, sendo assim, pode-se avaliar a janela de tempo na qual se pode fazer à medição do analito no papel (tempo de exposição à luz no compartimento da amostra); (iii) flutuação da posição do “spike” de amostra no centro do papel. Pode-se fazer uma estimativa de área excitada medindo a área de exposição ao feixe e verificar a variação da área de espalhamento da solução no papel; (iv) flutuação devido a erros de volume na mistura de solventes, em casos em que a proporção de solventes influencia no sinal luminescente (interação solvente-papel implicando na variação de migração do analito verticalmente nas camadas do papel); (v) flutuação da não-homogeneidade do substrato. Diferentes pedaços do mesmo papel com diferentes sinais, implicando em círculos com diferentes sinais de fundo. Pode-se avaliar o papel utilizado, Whatman 42 neste caso, em diferentes amostragens de substrato.

A técnica SS RTP mostrou que, após ajustes experimentais, a SS RTP pode ser utilizada para determinações seletivas de criseno e de pireno em matriz biológica, bÍlis de peixe, aguardentes de cana (cachaças). O método SS RTP foi usado em teste de homogeneidade e estabilidade de criseno na bÍlis.

Como trabalho futuro, espera-se desenvolver o método clássico de estabilidade, com duração, em princípio, de seis meses. Fará-se necessário o cálculo da incerteza para a fonte de estabilidade quanto ao transporte, no caso de envio do material para outras instituições e universidades.

Pretende-se também com esse trabalho produzir, em conjunto com o INMETRO, um material de referência certificado (MRC) de bÍlis de peixe para determinação de HPA, em especial os 16 prioritários segundo EPA, pois a importância e o uso de MRC vêm se intensificando na medida em que os processos analíticos exigem cada vez mais controle e a exatidão de seus resultados. É crescente a necessidade de MRC na indústria, para o controle de processos, nas transações comerciais, nas legislações em segurança e controle de poluição ou na saúde, uma vez que essas áreas requerem resultados de medições que sejam confiáveis e comparáveis.

Pretende-se também participar efetivamente de testes interlaboratoriais a fim de avaliar não só a repetitividade e a reprodutibilidade, mas a tendência, erros sistemáticos que possam vir a ocorrer com o uso dos métodos SSRTP.

Os resultados obtidos indicam que métodos seletivos para outros dois HPA podem ser desenvolvidos, por exemplo, usando sal de cádmio e varredura sincronizada para determinar benzoantraceno e fenantreno simultaneamente.