

5. Conclusões

No presente trabalho foram otimizadas e avaliadas duas metodologias para determinar, com maior precisão e exatidão possíveis, a razão Ca/P em hidroxiapatitas, utilizando a espectrometria de absorção atômica de alta resolução com fonte contínua (HR-CS AAS) e a espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES). Primeiramente foram otimizados os parâmetros potencialmente relevantes relativos a cada técnica utilizada. Os valores de partida foram definidos buscando-se, inicialmente, de modo manual e univariado aqueles que levavam aos maiores sinais. Posteriormente este valor, assim como suas vizinhanças, foram investigados por um procedimento multivariado, tomando-se como resposta a razão sinal-ruído e as condições ótimas foram estabelecidas pela função desejabilidade. Em ambas as técnicas, apenas em poucas ocasiões os parâmetros avaliados não apresentaram significância estatística nos intervalos estudados. Contudo, observando-se as superfícies de resposta, foi possível visualizar as condições que levavam à melhor resposta.

Nas determinações por HR-CS AAS do cálcio, os parâmetros taxa de aspiração, vazão de acetileno, tempo de integração (termo quadrático) e altura do queimador (termo quadrático), bem como sua interação com a vazão de acetileno (termo linear) mostraram-se estatisticamente significativos. Já nas determinações de fósforo utilizando sua banda molecular de 324,62 nm, os parâmetros que apresentaram importância estatística foram altura do queimador e taxa de aspiração (quadrática), assim como suas interações lineares. No ICP OES foram otimizados três parâmetros, a vazão do gás de nebulização, a potência da radiofrequência e a taxa de aspiração, sendo significativa a taxa de aspiração e a potência da radiofrequência, a um nível de significância de 0,05 e no intervalo estudado.

Nas condições ótimas, os resultados obtidos para a razão Ca/P pelas duas técnicas em uma mesma amostra de hidroxiapatita foram de $1,665 \pm 0,075$ e $1,547 \pm 0,066$, para HR-CS AAS e ICP OES, respectivamente, ambos para $k=2$ e com intervalo de confiança de 95%. Estes valores não se mostram estatisticamente diferentes entre si e nem do valor esperado ($1,658 \pm 0,20$). O presente trabalho alerta que os valores de incerteza devem ser levados em

consideração quando da utilização destas técnicas, e nenhuma inferência envolvendo esta razão em estudos posteriores pode descartá-las.