

## 5. Considerações Finais

Um procedimento analítico é considerado apropriado para uma determinada aplicação quando este é capaz de gerar resultados confiáveis tornando assim possível e também confiável a tomada de decisão a partir dos resultados por ele gerados. A qualidade do resultado é garantida através da validação do procedimento analítico e suportada pelas diversas técnicas, já bem conhecidas, de garantia de qualidade, que são largamente praticadas por todos os laboratórios pertencentes a redes de laboratórios habilitados, credenciados e acreditados.

No presente trabalho, a adequação de procedimentos analíticos para a quantificação de imidacloprid, tanto em quantidades-traço, na análise de amostras toxicológicas, como para uma faixa de concentração mais elevada, no controle de qualidade dos produtos técnicos e formulados, foi avaliada. Para atingir este objetivo, ênfase foi direcionada ao processo de validação, com a utilização de técnicas estatísticas, e a comparação das incertezas estimadas às tolerâncias estabelecidas.

O procedimento espectrofotométrico alternativo para análise de amostras para ensaios toxicológicos foi detalhadamente validado. Foi demonstrado que este procedimento proposto para a quantificação de imidacloprid em amostras de solução aquosa destinadas a estudos toxicológicas é apropriado ao uso pretendido por ser confiável, livre de tendências e por apresentar incertezas aceitáveis para a faixa de concentração a que se aplica. A confiabilidade do procedimento analítico proposto foi demonstrada em vários aspectos. Inicialmente, através de gráficos de controle, demonstrou-se que o sistema analítico apresentava estado de controle estatístico, sendo por isso confiável. O valor obtido experimentalmente para a absorvidade molar do imidacloprid, após a identificação da curva analítica, foi equiparável àquele encontrado na literatura. Foi comprovada a não existência de interferências espectrais no comprimento de onda selecionado para quantificação deste ingrediente ativo (IA). Isso foi demonstrado pela apresentação de espectros de varredura contemplando amostras de diversas concentrações de IA e das diferentes matrizes envolvidas. Foram realizados ensaios de fortificação para três

diferentes níveis de concentração. A partir dos resultados experimentais obtidos para estes ensaios, foi possível concluir que não há ocorrência de efeito multiplicativo matriz significativo. Além disso, os resultados dos ensaios de fortificação possibilitaram a estimativa da precisão e da exatidão do procedimento. Observou-se que tanto as recuperações como os coeficientes de variação estavam de acordo com limites estabelecidos em norma, NBR-14029. Pela estimativa da incerteza de medição, foi possível verificar que o procedimento alternativo proposto é aceitável, apesar de apresentar incerteza de medição, principalmente para os níveis de concentração mais baixos, um pouco mais elevada que o procedimento de rotina. Para concluir, foi demonstrado, pela comparação direta de resultados experimentais obtidos simultaneamente para ambos os procedimentos, o de rotina (HPLC-UV) e o alternativo (espectrofotométrico), que o procedimento alternativo não é tendencioso, apresentando resultados equivalentes aos obtidos para o procedimento analítico de rotina. Além disso, o método proposto é mais rápido e econômico, para a quantificação de quantidades-traço do ingrediente ativo.

Com relação ao procedimento de quantificação de imidacloprid em produtos técnicos e formulados, a incerteza de medição do procedimento de rotina foi estimada detalhadamente. Já a incerteza de medição do procedimento alternativo foi aproximadamente estimada, a partir dos dados disponíveis. Foi realizada a comparação das estimativas de incerteza de medição dos procedimentos com as tolerâncias estabelecidas por legislação. Demonstrou-se que o procedimento alternativo, baseado em técnica espectrofotométrica, não é adequado ao uso pretendido, por apresenta incerteza de medição maior ou igual a 50 % da tolerância especificada.

Outras contribuições do presente trabalho foram demonstrar, de forma estruturada e de fácil compreensão, como realizar, na prática, a validação de um procedimento analítico e, também, antes da realização da validação em si, como avaliar a adequação de um método analítico a uma determinada aplicação. A avaliação de adequação foi conduzida através da utilização da estimativa da incerteza de medição e comparação das incertezas estimadas com as respectivas tolerâncias estabelecidas. Este trabalho ainda apresentou uma

revisão bibliográfica com relação à validação de metodologia analítica, focalizando o setor de defensivos agrícolas, além de revisar conceitos das técnicas estatísticas nele utilizadas, inclusive a de estimativa de incerteza de medição.