

Otimização multiresposta de um procedimento para determinação de Cu, Cd e Pb em águas usando FAAS após extração no ponto nuvem.

Hadla Sousa Ferreira¹ (PG), Lindomar Andrade Portugal¹ (PG), Sérgio Luis Costa Ferreira^{1*} (PQ), Marcos de Almeida Bezerra² (PQ), mbezerra47@yahoo.com.br.

1 – Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia, Rua Barão de Geremoabo, sn, Campus de Ondina, Salvador/BA, 40170-290. 2 - Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Laboratório de Química Analítica, Rua José Moreira Sobrinho s/n, Jequiezinho, Jequié/BA, 45206-190.

Palavras Chave: extração em ponto nuvem, águas, otimização multiresposta.

Introdução

A determinação direta de traços de metais em águas, a depender da amostra, pode apresentar certas dificuldades devido aos baixos níveis de concentração dos analitos e aos efeitos da matriz. Uma etapa de pré-concentração torna-se então necessária quando a concentração do metal na amostra está abaixo ou próximo do limite de detecção da técnica usada na quantificação desse elemento.

Neste trabalho, foi realizada a otimização multiresposta de um procedimento para pré-concentração de cobre, cádmio e chumbo usando extração em ponto nuvem¹ e determinação por espectrometria de absorção atômica com chama (FAAS). O procedimento baseia-se na extração simultânea dos metais em meio micelar de octil-fenoxi-polietoxi-etanol (Triton X-114) após sua complexação usando 2-(bromo-2-piridilazo)-5-dietil-amino-fenol (Br-PADAP).

Resultados e Discussão

Uma matriz Box-Behnken para três variáveis (pH, concentração de tampão e tempo de centrifugação) foi usada na otimização do procedimento de extração no ponto nuvem. As respostas avaliadas foram os sinais do cobre, do cádmio e do chumbo.

Para realizar a otimização multiresposta do processo de extração simultânea dos três metais no ponto nuvem foi utilizada uma ferramenta matemático-estatística desenvolvida por Derringer² que se baseia no emprego de uma função de desejabilidade. Esta função permitiu combinar em uma única resposta (a desejabilidade global) os três sinais particulares de cada analito estudado.

A desejabilidade global pode variar de 0 a 1. Desta forma, quanto mais próximo de 1 for o valor obtido, mais próximo estarão os valores ótimos relacionados a cada resposta individual. O ponto ótimo encontrado pela avaliação dos resultados experimentais foi caracterizado como um ponto de máximo e possui um valor de 0,9628 para a desejabilidade global mostrando que a extração máxima dos analitos pode

ser realizada simultaneamente sem nenhuma perda significativa. Os valores ótimos encontrados foram os seguintes: 8,1 (pH), 0,0155 mol L⁻¹ (concentração do tampão) e 12 min (tempo de centrifugação).

Os parâmetros de mérito do procedimento desenvolvido são apresentados na Tabela 1

Tabela 1. Parâmetros de méritos.

Parâmetros	Cu	Cd	Pb
Limite de detecção ($\mu\text{g L}^{-1}$)	1,3	0,2	2,3
Limite de quantificação ($\mu\text{g L}^{-1}$)	4,3	0,7	8,3
%RSD(5 $\mu\text{g L}^{-1}$)	2,1	1,7	4,4
%RSD(10 $\mu\text{g L}^{-1}$)	1,8	1,5	1,5
Fator de enriquecimento	30,7	22,2	26,6

O procedimento desenvolvido foi aplicado na determinação de cobre, cádmio e chumbo em amostras de águas (lagoa e mar). Para avaliar a sua exatidão, testes de adição de padrão e cálculos de recuperação foram realizados nas amostras analisadas apresentando recuperações satisfatórias em relação aos analitos estudados.

Conclusões

A utilização conjunta de matriz Box-Behnken e função de desejabilidade como ferramentas estatísticas permitiram a otimização da extração simultânea de cobre, cádmio e chumbo no ponto nuvem em amostras de águas com características analíticas suficientes para determinação desses metais em quantidades traço.

Agradecimentos

CNPq, CAPES, FAPESB

¹ Bezerra, M.A.; Arruda, M.A.Z.; Ferreira, S.L.C. App. Spect. Rev. **2005**, *40*, 269.

² Derringer, G.; Suich, R., J. Qual. Technol., **1980**, *12*, 214.