

## Box-Behnken na otimização de sistema de pré-concentração para determinação de Cu e Zn em amostras de alimentos por FS-FAAS.

Hadla Sousa Ferreira<sup>1</sup>(PG), Ana Carolina do Nascimento Santos (IC)<sup>1</sup>, Antonio Celso Spinola Costa (PQ) Sérgio Luis Costa Ferreira<sup>1\*</sup> (PQ), [slct@ufba.br](mailto:slct@ufba.br).

1 – Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia, Rua Barão de Geremoabo, s/n, Campus de Ondina, Salvador/BA, 40170-290.

Palavras Chave: extração em ponto nuvem, Box-Behnken, espectrometria de absorção atômica com chama.

### Introdução

Técnicas envolvendo otimização multivariada, atualmente vêm sendo aplicadas em desenvolvimento de procedimentos analíticos por permitir, dentre outras vantagens, a otimização simultânea de todas as variáveis com menos experimentos e menos tempo de análise, o que acarreta maior eficiência do processo. O planejamento Box-Behnken é uma técnica multivariada que ainda é pouco aplicada em química analítica.

Métodos de separação e pré-concentração vêm sendo empregados na química analítica para possibilitar a eliminação dos efeitos de matriz e diminuição dos limites de detecção da técnica utilizada no processo de quantificação dos analitos.

A extração em ponto nuvem vem tornando-se uma alternativa bastante eficiente para separação e pré-concentração de metais em níveis traço em diversas matrizes<sup>1</sup>.

Neste trabalho, foi empregado a matriz Box-Behnken na otimização do sistema de pré-concentração de cobre e zinco usando extração em ponto nuvem 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 X114) após sua complexação usando 1-(2-Piridilazo)-2-naftol (PAN).

### Resultados e Discussão

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

Os valores ótimos encontrados foram os seguintes: 8,5 (pH), 0,0015mol L<sup>-1</sup> (concentração do tampão), 2,75 µg L<sup>-1</sup> (concentração de PAN). O ponto ótimo encontrado pela avaliação dos resultados experimentais foi caracterizado como um ponto de máximo localizado dentro da região experimental.

Os parâmetros de mérito do procedimento desenvolvido estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1. Parâmetros de méritos.

Parâmetros	Cu	Zn
Limite de detecção (µg L <sup>-1</sup> )	0,10	0,15
Limite de quantificação (µg L <sup>-1</sup> )	0,34	0,50
%RSD (10 µg L <sup>-1</sup> )	2,1	2,7
%RSD (50 µg L <sup>-1</sup> )	1,3	1,5
Fator de enriquecimento	56	52
Faixa dinâmica (µg L <sup>-1</sup> )	0,34 - 220	0,5 - 180

O procedimento desenvolvido foi aplicado na determinação de cobre e zinco em amostras certificadas de água, folha de soja e farinha de milho. Obtendo resultados satisfatórios, não havendo nenhuma diferença significativa entre os resultados encontrados pelo sistema proposto e os valores certificados num nível de confiança de 95%.

### Conclusões

A otimização do método empregando planejamento Box-Behnken possibilitou encontrar de forma rápida e econômica as melhores condições operacionais para o sistema de pré-concentração por extração em ponto nuvem para determinação simultânea de cobre e zinco. As características analíticas demonstram que o método pode ser aplicado para determinação desses metais, em quantidades traço, em amostras de água, folha de soja e farinha de milho.

### Agradecimentos

CNPq, CAPES, FAPESB

<sup>1</sup> Bezerra, M.A.; Arruda, M.A.Z.; Ferreira, S.LC. App. Spect. Rev. 2005, 40, 269.