

Otimização de digestão de amostras com microondas empregando planejamento fatorial para determinação de metais em sedimentos

Maria Lúcia T. G. Mendonça^{1,4} (FM), Rosana Petinatti da Cruz^{2,4} (PQ), José Marcus Godoy^{3,4} (PQ)

¹Colégio Pedro II - Unidade Tijuca II – Rua São Francisco Xavier 206 Tijuca Rio de Janeiro RJ.

²CTUR, Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, BR-465 km 8, Seropédica, RJ, s/n (Antiga RJ-SP, Km 47)

³Instituto de Radioproteção e Dosimetria, Comissão Nacional de Energia Nuclear, CP 37750, Rio de Janeiro – RJ

⁴Departamento de Química, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rua Marquês de São Vicente 225, Gávea, CEP 22453-900, Rio de Janeiro, RJ, Brazil.

luguerra@uol.com.br

Palavras Chave: Metal, microondas, planejamento fatorial.

Introdução

Em regiões de ação antropogênica, o monitoramento de sedimentos tem-se mostrado uma importante medida para a avaliação do grau de contaminação, já que a maioria dos agentes contaminadores, quando lançados na água do mar, rapidamente associa-se a material particulado marinho e são incorporados nos sedimentos. O propósito deste trabalho é obter um método simples e econômico, para análise de poluentes.

Resultados e Discussão

Foram realizados três planejamentos fatoriais com três variáveis e dois níveis-2³ (Tab.1) para digestão ácida de amostras de sedimento, visando à determinação de metais (Al, Fe, Mn, Cr, Ni, V, Cu, Zn e Pb), usando-se microondas em frasco fechado¹. As variáveis ou fatores utilizados foram: mistura ácida (HF, HCl e HNO₃), tempo de digestão e potência máxima empregada no microondas. A resposta de cada experimento foi definida como a média das recuperações de todos os elementos nos dois materiais de referência certificados utilizados: MESS-3 (NRCC) e SRM 1645 (NIST), onde a concentração foi determinada por ICP-OES:

Resposta, % = $1/18 [R_{Al\ Bess} + R_{Fe\ Bess} + R_{Mn\ Bess} + R_{V\ Bess} + R_{Ni\ Bess} + R_{Cu\ Bess} + R_{Cr\ Bess} + R_{Zn\ Bess} + R_{Pb\ Bess} + R_{Al\ NBS} + R_{Fe\ NBS} + R_{Mn\ NBS} + R_{V\ Bess} + R_{Ni\ NBS} + R_{Cu\ NBS} + R_{Cr\ NBS} + R_{Zn\ NBS} + R_{Pb\ NBS}]$

Os resultados obtidos estão na Tabela 1 e foram interpretados através da análise da variância (ANOVA) e do gráfico de Pareto (Fig. 1). As recuperações referentes à média (n = 10) do experimento (mistura ácida: 2 mL HNO₃ + 6 mL HCl, P=600W e T= 40 min) do material de referência certificado MESS-3 variaram de 50,06 ± 0,16% para o Al a 97,96 ± 1,48% para o Cu.

Tabela 1. Resultados do 1^o, 2^o e 3^o planejamentos fatoriais, para estudar a digestão da amostras de sedimento, respectivamente:

Fator	(-)	(+)
1-Ácido/Mistura	4mL HNO ₃ + 4 mL HCl	8 mL HNO ₃
2-Potência(W)	600	890
3-Tempo/dig.(min)	30	40

Ensaio	1	2	3	Resposta (%) [*]
1	-	-	-	65,7 ± 1,2
2	+	-	-	67,6 ± 0,9
3	-	+	-	65,8 ± 0,7

4	+	+	-	67,4 ± 1,7
5	-	-	+	66,3 ± 0,6
6	+	-	+	68,8 ± 0,4
7	-	+	+	66,7 ± 0,1
8	+	+	+	68,9 ± 0,2

Fator	(-)	(+)
1-Ácido/Mistura	4mL HNO ₃ +4 mL HCl	2mL HNO ₃ +6 mL HCl
2-Potência(W)	600	890
3-Tempo/dig.(min)	30	40

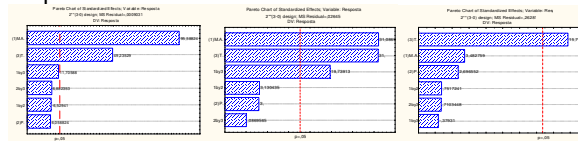
Ensaio	1	2	3	Resposta (%) [*]
1	-	-	-	67,6 ± 0,9
2	+	-	-	68,4 ± 1,6
3	-	+	-	67,4 ± 1,7
4	+	+	-	69,2 ± 2,4
5	-	-	+	68,8 ± 0,4
6	+	-	+	74,4 ± 1,8
7	-	+	+	68,9 ± 0,2
8	+	+	+	75,0 ± 1,5

Fator	(-)	(+)
1-Ácido/Mistura	2mLHNO ₃ +6 mL HCl	2mLHNO ₃ +6 mL HCl+2mL HF
2-Potência(W)	600	890
3-Tempo/dig.(min)	30	40

Ensaio	1	2	3	Resposta (%) [*]
1	-	-	-	68,4 ± 1,6
2	+	-	-	69,9 ± 2,3
3	-	+	-	69,2 ± 2,4
4	+	+	-	70,5 ± 2,3
5	-	-	+	74,4 ± 1,8
6	+	-	+	74,8 ± 1,6
7	-	+	+	75,0 ± 1,5
8	+	+	+	76,7 ± 0,5

*média de duas réplicas

Figura 1- Gráfico de Pareto dos efeitos principais e interações obtidos do 1^o, 2^o e 3^o planejamentos, respectivamente* :



*software Statistica 6.0- a linha vertical mostra a significância estatística do efeito com 95% de confiança

Conclusões

A metodologia determinada neste trabalho através da análise dos três planejamentos foi: mistura ácida 2 mL HNO₃ + 6 mL HCl para 250 mg de amostra de sedimento, um tempo total de digestão de 40 minutos e uma potência de 600W.

¹Bertinelli, M.; Beone, G. M.; Spezia, S.; Baffi, C. *Anal. Chim. Acta*, **2000**, 424, 289.

