

Otimização de um sistema de pré-concentração para determinação de cobre em águas naturais usando planejamento Box-Behnken

Islânia Moreno¹ (IC), Marcos de Almeida Bezerra¹ (PQ), Queila Oliveira dos Santos¹ (IC), mbezerra@uesb.br

¹ – Laboratório de Química Analítica, Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Campus de Jequié, Jequié – Ba, CEP 45.206-190.

Palavras Chave: Planejamento Box-Behnken, águas naturais, cobre, pré-concentração.

Introdução

Os métodos multivariados de otimização oferecem várias vantagens em relação ao univariado como, por exemplo, economia, eficiência e melhor avaliação das variáveis de um sistema¹.

No presente trabalho, um planejamento Box-Behnken² foi usado para otimizar um procedimento de pré-concentração para determinação de cobre em águas de rio coletadas na área urbana da cidade de Jequié/Ba usando espectrometria de absorção atômica com chama. Este procedimento se baseia na complexação do metal com o reagente ditizona imobilizado em uma minicoluna recheada com espuma de poliuretano e re-extração do metal com solução ácida.

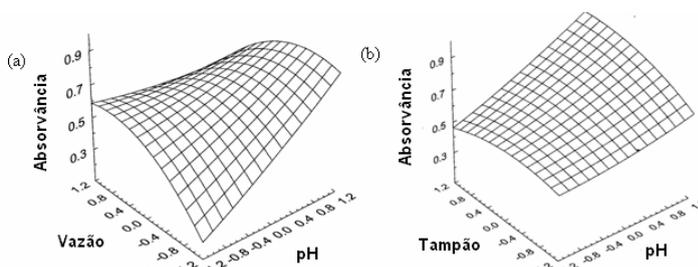
Resultados e Discussão

O sistema de pré-concentração consiste de uma minicoluna recheada com espuma de poliuretano impregnada com o reagente ditizona e conectada a tubos Tygon. Uma bomba peristáltica (Milan 204, Brasil) é usada para impulsionar a solução da amostra através do sistema e controlar a vazão. Após a etapa de amostragem, 2 mL de HCl 1,0 mol L⁻¹ deve ser usada para eluir o metal. A determinação do cobre foi feita em um espectrômetro de absorção atômica com chama (Analyst 200, Perkin Elmer, USA).

Após o ajuste de um modelo quadrático aos dados obtidos pela aplicação da matriz de Box-Behnken, as informações foram analisadas em relação às superfícies geradas. As superfícies apresentadas na Figura 1 são caracterizadas como ponto de sela. Os resultados demonstraram que pH e fluxo de amostragem apresentam os efeitos mais significativos. Este fato está associado com as condições necessárias para que ocorra uma complexação rápida e eficiente do metal dentro da minicoluna. A concentração do tampão também apresenta efeito significativo. Em seu nível mais alto, permite uma rápida recuperação do pH após a etapa de eluição.

Por inspeção visual da superfície de resposta, os seguintes valores 10 (pH), 0,015 mol L⁻¹ (concentração do tampão) e 2 mL min⁻¹, foram

escolhidos como ótimos. O sistema otimizado apresentou fator de enriquecimento de 27 vezes e limite de quantificação de 0,28 µg L⁻¹. O método



desenvolvido foi aplicado em amostras de água de rio coletadas na área urbana do município de Jequié/Ba (Tabela 1).

Figura 1. Superfícies de respostas.

O método foi validado por adição/recuperação do metal nas amostras. Recuperações entre 94 e 102% foram obtidas mostrando a sua aplicabilidade.

Tabela 1. Determinação de Cu em águas de rio coletadas em área urbana.

Amostra	Adicionado (µg L ⁻¹)	Encontrado (µg L ⁻¹)	Recuperação (%)
1	0.0	3.1 ± 0.2	-
	5.0	7.8 ± 0.1	94
2	0.0	1.5 ± 0.2	-
	5.0	6.6 ± 0.3	102
3	0.0	3.7 ± 0.1	-
4	0.0	5.3 ± 0.2	-

Conclusões

Os resultados mostraram que o planejamento Box-Behnken pode ser eficientemente utilizados para o desenvolvimento de um método de pré-concentração para determinação de cobre em águas de rio coletado em áreas urbanas. A análise de amostras reforçadas mostraram que o método desenvolvido para ser satisfatoriamente aplicado com resultados satisfatórios.

Agradecimentos

FAPESB, CAPES, CNPq

¹ Neto, B.B.; Scarmínio, I.S.; Bruns, R.E. *Como fazer experimentos. Pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria*. Editora da Unicamp. Campinas, São Paulo, **2001**.

² Ferreira, S. L. C. et al. Box-Behnken design: An alternative for the optimization of analytical methods- Review. *Analytica Chimica Acta*, v. 597, p. 179, **2007**.