

Otimização de sistema em fluxo para determinação de Cd²⁺ em álcool combustível acoplado a detecção por FAAS

Rafael Mosquetta (PG)^{1*}; Vanessa N. Alves (PG)¹; Nívia M. M. Coelho (PQ)¹; Kalya Cravo Di Pietro (PG)²; Joyce Nunes Bianchin (PG)²; Edmar Martendal (PG)²; Eduardo Carasek (PQ)²
*rafaelmosquetta@hotmail.com

¹Instituto de Química, Universidade Federal de Uberlândia, Av. João Naves de Ávila 2121, CEP 38400-902, Uberlândia, Brazil; ²Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis 88040900, SC, Brazil.

Palavras Chave: Cádmio, álcool combustível, otimização.

Introdução

A Espectrofotometria de Absorção Atômica por Chama (FAAS) é uma técnica empregada para determinação de elementos em diferentes tipos de amostras. Entretanto apresenta problemas quanto a sensibilidade e efeito matriz, principalmente quando o analito está presente em baixas concentrações. Neste caso, métodos de separação e pré-concentração são necessários. Entre as técnicas de pré-concentração existentes a extração em fase sólida, usando um material adsorvente se torna atrativa quando acoplada *online* ao instrumento de detecção¹. Métodos quimiométricos, como planejamento fatorial e metodologias de superfícies de resposta podem ser usados para otimizar os fatores que influenciam as condições de extração². Este trabalho tem por objetivo otimizar variáveis químicas e de fluxo, do sistema proposto, para pré-concentração de Cd²⁺ em amostra de álcool combustível acoplada a detecção por FAAS.

Resultados e Discussão

O método de pré-concentração foi conduzido utilizando uma mini-coluna (60 mm x 0,2mm) contendo 200 mg de sementes de moringa com granulometria entre 140 - 850µm, como fase sólida. A figura 1 apresenta o sistema em fluxo usado na pré-concentração.

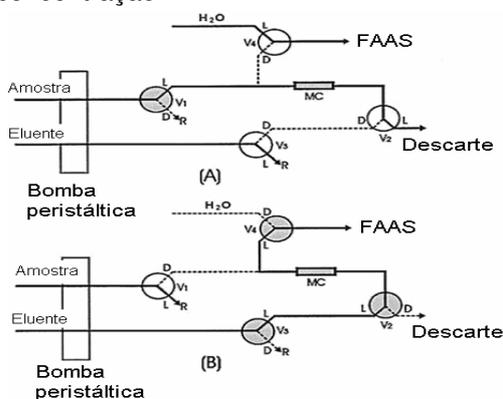


Figura1- Diagrama do sistema de pré-concentração em linha. (A) etapa de pré-concentração e (B) etapa de eluição.

O planejamento fatorial 2⁴ com ponto central, foi usado para avaliar a influência das variáveis

32ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

desenvolvidas no processo de pré-concentração. As variáveis otimizadas foram: pH (7,30; 8,30 e 9,30), concentração do tampão (0,01; 0,03 e 0,05 mol L⁻¹), concentração do HNO₃ (0,5; 1,0 e 1,5 mol L⁻¹) e vazão de pré-concentração (3,0; 4,5 e 6,0 mL min⁻¹). O resultado do planejamento fatorial mostrou que as variáveis pH e concentração do tampão nos níveis estudados necessitavam de otimização posterior. Assim, um planejamento Doehlert foi realizado para as variáveis pH e concentração do tampão. Os dados obtidos na realização dos experimentos que compõem esta matriz de Doehlert geraram a superfície de resposta (figura 2).

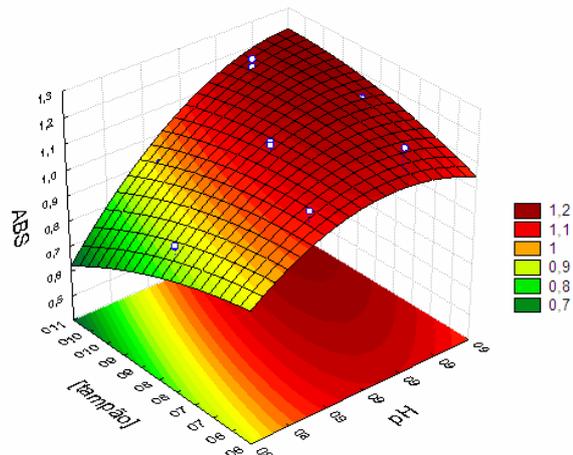


Figura 2. Superfície de resposta.

Conclusões

A otimização multivariada utilizando-se planejamento fatorial de dois níveis e matriz de Doehlert permitiram uma otimização do sistema, tendo sido definidos como condições ótimas: tampão 0,05 mol L⁻¹, HNO₃ 0,5 mol L⁻¹, pH 9,1 e vazão da amostra 6,0 mLmin⁻¹. Sendo assim, um número menor de experimentos foi realizado, economizando tempo, reagentes e gases, além de ter gerado informações sobre os efeitos das variáveis e suas interações.

Agradecimentos

Capes, IQUFU. UFSC

¹Silva, e.L.; Budziak, D.; Carasek, E. *Anal. Lett.* **2004**; 37.

²Bianchin, J.N. et all. *Talanta*, **2008**;78; 333-336.