

# OTIMIZAÇÃO MULTIVARIADA DOS PARÂMETROS OPERACIONAIS PARA DETERMINAÇÃO DE METAIS EM AREIA DE PRAIA POR ICP OES.

Rafael M. Sousa<sup>1</sup> (IC), Antônio C. Oliveira<sup>2</sup> (PQ), Eustáquio V. R. de Castro<sup>1</sup> (PQ), Rosângela C. Barthus<sup>1</sup> (PQ), Geisamanda P. Brandão<sup>1</sup> (PQ), Maria T. W. D. Carneiro\*<sup>1</sup>(PQ). \*mariacarneiro@hotmail.com

1. Universidade Federal do Espírito Santo - DQUI — Av. Fernando Ferrari, 514 – Goiabeiras – Vitória (ES)
2. Centro Universitário do Espírito Santo – Av. Fioravante Rossi, 2930 – Martinelli – Colatina (ES)

Palavras Chave: otimização multivariada, areia, metais, ICP OES.

## Introdução

A área marinha próxima dos continentes, como as praias, têm sido regiões de grandes interesses de estudos, por se tratarem de pontos de deposição de sedimentos provenientes de diferentes regiões, além de serem facilmente acessíveis a vários seres vivos<sup>1</sup>. A partir da areia de praia é possível analisar o aumento ou decréscimo das concentrações de metais e de outras substâncias depositadas. No entanto, para uma avaliação criteriosa, cuidados devem ser tomados em todo o procedimento analítico, desde a amostragem até o uso apropriado da técnica de análise. Na espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES), as condições operacionais devem ser estabelecidas para alcançar resultados de forma rápida e confiável. A otimização multivariada tem sido muito utilizada para o estabelecimento dos parâmetros operacionais em espectrometria atômica<sup>2</sup>. O objetivo deste trabalho foi otimizar as condições operacionais da técnica ICP OES, através da análise multivariada, visando a determinação de elementos traço (Fe, Ni, Cu, Zn, Cd, Mn, Cr e Pb) em areia de praia.

## Resultados e Discussão

Neste trabalho foi utilizado o equipamento Optima 7000 DV (Perkin Elmer) para determinação dos metais. Uma solução foi obtida pela digestão de aproximadamente 2 g de areia de praia (Guarapari-ES) com 20,0 mL de água régia (HCl:3HNO<sub>3</sub>) a 50% v/v, a 200°C por 2 h. O filtrado foi diluído a um volume final de 100,00 mL. O planejamento composto central e a metodologia de superfície de resposta foram empregados na análise multivariada, usando as intensidades normalizadas (I), obtidas para a solução amostra, como sinal de resposta. Os parâmetros instrumentais investigados foram o fluxo do gás de nebulização, o fluxo do gás auxiliar e a potência da radiofrequência. Este planejamento resultou em 18 experimentos, sendo quatro destes, repetições do ponto central para cálculos de erros padrões. Estes experimentos foram executados aleatoriamente, usando o modo de visão radial do equipamento. A tabela 1

apresenta as variáveis estudadas e seus respectivos níveis.

**Tabela 1.** Variáveis e seus respectivos níveis estudados pelo planejamento composto central.

Variável	Nível				
	-1,68	-1	0	+1	+1,68
N* (L min <sup>-1</sup> )	0,33	0,50	0,75	1,00	1,17
A* (L min <sup>-1</sup> )	0,13	0,20	0,30	0,40	0,47
P* (W)	948	1050	1200	1350	1452

\*N-Fluxo do gás nebulizador; A-Fluxo gás auxiliar; P-Potência

As demais condições experimentais utilizadas foram 15 L min<sup>-1</sup> para o fluxo do gás de plasma, 1,5 mL min<sup>-1</sup> para o fluxo de amostra e 15 mm para altura de observação.

O programa Matlab 7.0 foi utilizado para a construção do modelo, obtendo-se a seguinte equação  $I = 8,76 - 0,055N - 0,027A + 0,82P - 2,93N^2 - 0,11A^2 - 0,059P^2 - 0,89NA - 0,61NP - 0,66AP$ . Os termos em negrito foram significativos.

Com o objetivo de se verificar se o modelo construído era adequado, usou ANOVA. De acordo com o valor de F<sub>cal</sub> (6,96) a um nível de confiança de 95%, para a regressão, verificou-se que este era maior que o tabelado. O coeficiente de correlação (R<sup>2</sup>) ajustado obtido pelo planejamento composto central foi de 0,86, ou seja 86% da variação ao redor da média pode ser explicado por este modelo.

## Conclusões

A partir da análise multivariada foi possível estabelecer que as condições ótimas para o fluxo de gás nebulizador e potência são 0,69 L min<sup>-1</sup> e 1176 W, respectivamente. Estudos semelhantes estão sendo realizados para visão axial.

## Agradecimentos

PPGQUI/DQUI/UFES; LabPetro/DQUI/UFES

<sup>1</sup>Onofre, C.R.E., et al. *Rev.Bio.Ciênc. da Terra*, , 2007, 7, 65.

<sup>2</sup>Silva, J.A. et al. *Q.Nova*, 2008, 31,1073.