

# USO DE PLANEJAMENTO FATORIAL NO DESENVOLVIMENTO DE MÉTODO ANALÍTICO PARA A DETERMINAÇÃO DE Cd, Cr E Pb EM AMOSTRAS DE CERÂMICA POR GF AAS

ELIÉZER QUADRO ORESTE<sup>1</sup>; ALEXANDER OSSANES DE SOUZA<sup>2</sup>; LAURA MACHADO NEUTZLING<sup>2</sup>; ALINE LISBÔA MEDINA<sup>2</sup>; MARIANA ANTUNES VIEIRA<sup>2</sup>; ANDERSON SCHWINGEL RIBEIRO<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal de Pelotas, LABMEQUI/PPGQ/CCQFA –[eliezerquadro@gmail.com](mailto:eliezerquadro@gmail.com)

<sup>2</sup>Universidade Federal de Pelotas, LABMEQUI/PPGQ/CCQFA - [alexander.souza@hotmail.com](mailto:alexander.souza@hotmail.com); [laura\\_ntz@hotmail.com](mailto:laura_ntz@hotmail.com); [medinaline@gmail.com](mailto:medinaline@gmail.com); [maryaravieira@hotmail.com](mailto:maryaravieira@hotmail.com)

<sup>3</sup>Universidade Federal de Pelotas, LABMEQUI/PPGQ/CCQFA – [andersonsch@hotmail.com](mailto:andersonsch@hotmail.com)

## 1. INTRODUÇÃO

Os utensílios cerâmicos para uso doméstico são fabricados em diversos países a partir da matéria prima local, seja de forma industrializada ou artesanalmente. Contudo, muitas vezes não há um controle de qualidade com relação à presença de contaminantes inorgânicos, seja no produto final como nos materiais utilizados para sua fabricação (KOLAR, 2000). Além disso, para os processos de pinturas são utilizados tintas que podem conter compostos a base de Cd, Cr, Pb e outros metais potencialmente tóxicos (CAMARGO et al., 2005). Sendo assim, o uso desses utensílios pode apresentar riscos à saúde humana, devido à possível migração de espécies metálicas para os alimentos.

Fica evidente que existe a necessidade do desenvolvimento de métodos para a determinação de metais em amostras de cerâmica, uma vez que a literatura não reporta métodos com essa finalidade. Para isso, é muito importante o emprego de um planejamento fatorial, com o qual é possível avaliar simultaneamente o efeito de um grande número de variáveis, a partir de uma quantidade reduzida de experimentos (CUNICO et al., 2008).

Outro ponto fundamental e de extrema importância para o desenvolvimento de método analítico, é a escolha do procedimento de preparo das amostras, o qual deve ser compatível com a técnica instrumental de análise. A amostragem em suspensão destaca-se por ser um procedimento simples, de baixo custo, não moroso, menor consumo de ácidos concentrados, mínima possibilidade de contaminações e perdas de analitos por volatilização. Além disso, a técnica de espectrometria de absorção atômica em forno de grafite (GF AAS) permite a introdução de amostras em forma de suspensão, o que possibilita a determinação de metais em níveis traço com elevada sensibilidade, precisão e exatidão (KRUG, 2010).

Considerando que a literatura não reporta métodos para o controle de metais em cerâmicas, bem como a importância de conhecer o teor de elementos tóxicos nessas amostras, o presente estudo tem por objetivo desenvolver um método analítico com base em um planejamento fatorial para a determinação de Cd, Cr e Pb em utensílios domésticos de cerâmica por GF AAS.

## 2. METODOLOGIA

Foi selecionada uma amostra de cerâmica importada (caneca fabricada na China), adquirida em comércio local de Pelotas/RS. Essa amostra passou por um processo de limpeza e secagem, para posteriormente ser fragmentada e transformada em pó. Esse procedimento foi realizado com o auxílio de gral/pistilo

e um moinho de bolas, sendo em seguida peneirada em um sistema de agitação, chegando a partículas com granulometria inferior a 25  $\mu\text{m}$ .

Para o desenvolvimento de uma metodologia é necessário adotar as melhores condições para o preparo das amostras, o qual trata-se de uma suspensão preparada em um banho ultrassônico. A otimização desse procedimento foi realizada através de um planejamento fatorial considerando as seguintes variáveis: massa de amostra, concentração do meio ácido ( $\text{HNO}_3$ ), concentração do agente estabilizante (Triton X-100) e tempo. Para cada variável, foi selecionada uma faixa experimental que está apresentada na Tabela 1. Foi realizado um delineamento composto central rotacional (DCCR),  $2^4$  com 3 pontos centrais e 8 pontos axiais, totalizando 27 ensaios em triplicata (81 ensaios) realizados de forma aleatória de acordo com a ordem das análises arranjadas pelo *software Statistica 7.0*. Posteriormente, as análises foram realizadas por GF AAS e os sinais de absorvância obtidos para Cd, Cr e Pb foram registrados para avaliação das melhores condições.

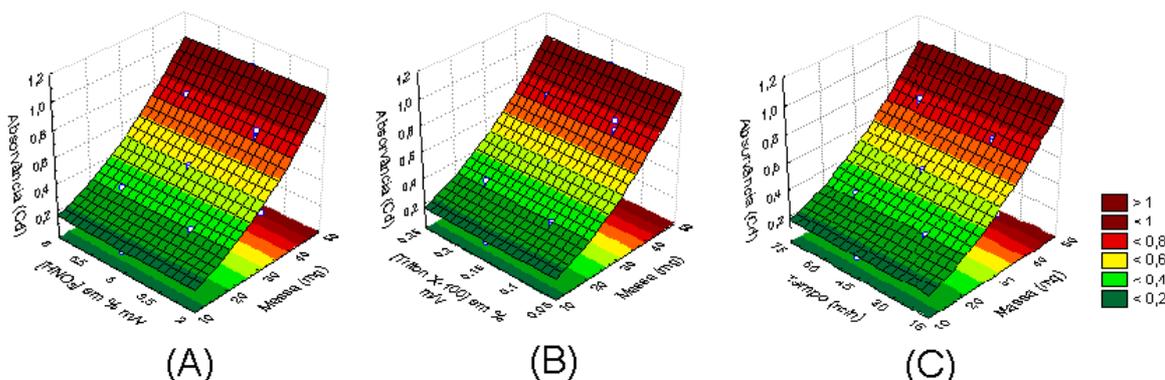
**Tabela 1** – Variáveis e valores utilizados no DCCR.

Variável	Nível				
	-2	-1	0	+1	+2
Massa (mg)	10	20	30	40	50
[ $\text{HNO}_3$ ] (% m/v)	2,0	3,5	5,0	6,5	8,0
[Triton X-100] (% m/v)	0,05	0,10	0,15	0,20	0,25
Tempo (min)	15	30	45	60	75

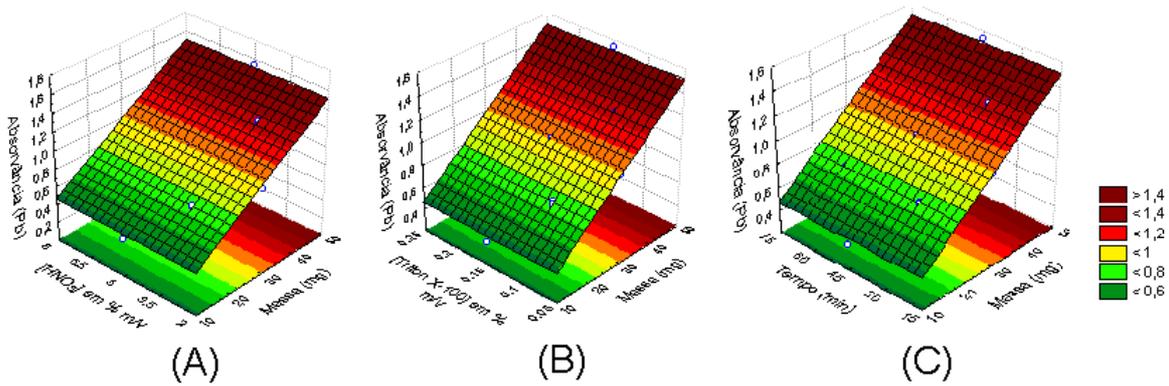
### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Após as leituras instrumentais, uma matriz DCCR foi construída com os resultados obtidos para os respectivos ensaios. Através desses resultados, para os três analitos estudados, a variável referente a massa de amostra foi a única significativa, mostrando uma tendência crescente da resposta analítica a medida que os valores dessa variável foi aumentada.

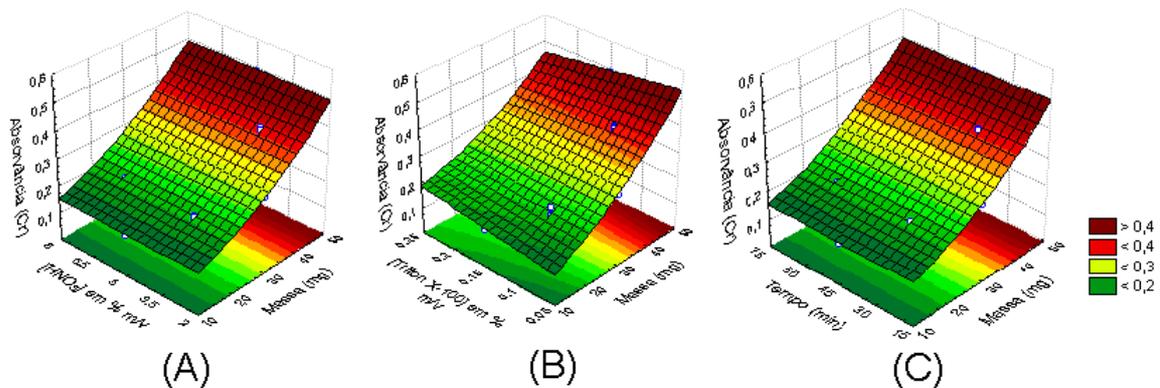
A partir da análise estatística desses dados, três superfícies de resposta foram geradas para cada analito estudado. Essas superfícies mostram a relação entre a massa de amostra com as demais variáveis, as quais estão apresentadas nas Figuras 1, 2 e 3.



**Figura 1** – Superfícies de resposta, em função da massa de amostra com (A) [ $\text{HNO}_3$ ], (B) [Triton X-100] e (C) tempo, para preparo de amostras de cerâmica na forma de suspensão e posterior determinação de Cd por GF AAS.



**Figura 2** – Superfícies de resposta, em função da massa de amostra com (A)  $[HNO_3]$ , (B) [Triton X-100] e (C) tempo, para preparo de amostras de cerâmica na forma de suspensão e posterior determinação de Pb por GF AAS.



**Figura 3** – Superfícies de resposta, em função da massa de amostra com (A)  $[HNO_3]$ , (B) [Triton X-100] e (C) tempo, para preparo de amostras de cerâmica na forma de suspensão e posterior determinação de Cr por GF AAS.

Conforme mostrado nas Figuras 1, 2 e 3, a única variável que se mostrou influenciar na tendência das superfícies é a massa de amostra. Já as demais variáveis, não foram observadas significância, o que possibilita adotar o menor nível de estudo, ou seja, a menor  $[HNO_3]$ , [Triton X-100] e tempo. Portanto, a condição otimizada e que será adotada para a validação e análise das amostras consiste em 10 mg de amostra, 2 % (m/v) de  $HNO_3$ , 0,05% (m/v) de Triton X-100 e 15 minutos de sonicação em banho ultrassônico.

Com relação à resposta analítica (sinal de absorvância), para todos os analitos, mesmo utilizando a menor massa de amostra (10 mg), obteve-se sinais relativamente elevados. Isso mostra uma tendência de conter uma elevada concentração desses metais tóxicos na amostra de cerâmica estudada.

#### 4.CONCLUSÕES

O presente trabalho mostrou a importância do uso de um planejamento fatorial no desenvolvimento de método analítico, pois foi possível avaliar e definir as melhores condições experimentais a partir de um número reduzido de experimentos. Com relação ao procedimento empregado para o preparo das amostras, esse mostrou-se simples, rápido e seguro para o controle de metais.

A próxima etapa a ser avaliada nesse trabalho é a validação da condição otimizada de preparo de amostra, além da definição da melhor temperatura para a etapa de pirólise e atomização, as quais fazem parte do programa de aquecimento do GF AAS. Em seguida, serão realizados estudos de linearidade para avaliação da exatidão, bem como aplicação do método em outras amostras de cerâmica.

## 5.REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

CAMARGO, A. C.; PORTELA, J. C. S.; YOSHIMURA, H. N. Adição de metais tóxicos a massas cerâmicas e avaliação de sua estabilidade frente a agente lixiviante (Parte 1: Avaliação das Características Físicas). **Cerâmica Industrial**, v.10, n.2, p.39-46, 2005.

CUNICO, M. W. M.; CUNICO, M. M.; MIGUEL, O. G.; ZAWADZKI, S. F.; PERALTA-ZAMORA, P.; VOLPATO, N. Planejamento fatorial: uma ferramenta estatística valiosa para a definição de parâmetros experimentais empregados na pesquisa científica. **Visão Acadêmica**, v.9, n.1, p.23-32, 2008.

KOLAR, D. Chemical research needed to improve high-temperature processing of advanced ceramic materials. **Pure and Applied Chemistry**, v.72, n.8, p.1425-1448, 2000.

KRUG, F. J. **Métodos de preparo de amostras: fundamentos sobre preparo de amostras orgânicas e inorgânicas para análise elementar**. Piracicaba-SP, 2010.