

CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA E AVALIAÇÃO DOS IMPACTOS CAUSADOS  
POR SUBSTÂNCIAS POTENCIALMENTE TÓXICAS EM AMOSTRAS  
AMBIENTAIS E ALIMENTOS PROVENIENTES DA BACIA HIDROGRÁFICA  
DO RIO DE CONTAS<sup>1</sup>

SUBPROJETO: APLICAÇÃO DE PLANEJAMENTOS MULTIVARIADOS  
USANDO ÁCIDO DILUÍDO NA OTIMIZAÇÃO DE MÉTODOS DE DIGESTÃO  
DE AMOSTRAS DE ALIMENTOS

Martha Souza Vianna (IC)<sup>2</sup>, Cleber Galvão Novaes (PQ)<sup>3</sup>

RESUMO

Neste estudo foi otimizado um procedimento de decomposição usando ácido diluído para quantificar metais em resíduo da borra de café (RBC) por espectrometria de absorção atômica com chama (FAAS). Um planejamento fatorial completo 2<sup>3</sup> e planejamento Doehlert foram aplicados para otimizar as condições de decomposição do resíduo da borra de café. As variáveis estudadas foram: concentração de ácido nítrico (4,0 a 6,0 mol L<sup>-1</sup>), tempo de decomposição da amostra (3 a 5 h) e temperatura de decomposição (120 a 160 °C). Na decomposição, aproximadamente 0,2 g de resíduo de café em pó foi pesado em recipientes de teflon e em seguida submetida ao procedimento de decomposição por via úmida em um reator autoclave de alta pressão. A função Resposta Múltipla (RM) foi utilizada para avaliar as intensidades dos metais. Após otimização, o método foi aplicado em amostras de RBC. Os elementos Cd, Ni e Pb não puderam ser quantificados pois a técnica FAAS não apresentou capacidade analítica. O fato das amostras apresentarem baixíssimas concentrações destes elementos é uma informação bastante útil, haja vista a toxicidade deste elemento.

PALAVRAS-CHAVE: Análise multivariada, Resíduo de café em pó, Digestão com ácido diluído, FAAS, metais.

CHEMICAL CHARACTERIZATION AND ASSESSMENT OF IMPACTS CAUSED BY  
POTENTIALLY TOXIC SUBSTANCES IN ENVIRONMENTAL SAMPLES AND FOOD  
FROM THE CONTAS RIVER BASIN

SUBPROJECT: APPLICATION OF MULTIVARIATE DESIGNS USING DILUTE ACID  
TO OPTIMIZE FOOD SAMPLE DIGESTION METHODS

ABSTRACT

In this study, a dilute acid decomposition procedure was optimized to quantify metals in coffee grounds residue (CBR) by flame atomic absorption spectrometry (FAAS). A full factorial design 2<sup>3</sup> and Doehlert design were applied to optimize the decomposition

---

<sup>1</sup> Edital de Bolsa de Produtividade do CNPq, Processo: 307904/2022-9.

<sup>2</sup> Estudante de Iniciação Científica, graduanda do curso de Bacharelado em Química, Bolsista FAPESB. Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Laboratório de Química Analítica III, Campus de Jequié, 45208-091, Jequié-BA.

<sup>3</sup> Pesquisador – Orientador. Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Laboratório de Química Analítica III, Campus de Jequié, 45208-091, Jequié-BA.

conditions for the coffee grounds residue. The variables studied were: nitric acid concentration (4.0 to 6.0 mol L<sup>-1</sup>), sample decomposition time (3 to 5 h), and decomposition temperature (120 to 160 °C). During decomposition, approximately 0.2 g of ground coffee residue was weighed into Teflon containers and then subjected to a wet decomposition procedure in a high-pressure autoclave reactor. The Multiple Response (MR) function was used to evaluate the metal intensities. After optimization, the method was applied to CBR samples. The elements Cd, Ni, and Pb could not be quantified because the FAAS technique did not have the analytical capability. The fact that the samples present very low concentrations of these elements is very useful information, given the toxicity of these elements.

**KEYWORDS:** Multivariate analysis, Coffee ground residue, Dilute acid digestion, FAAS, metals.

## INTRODUÇÃO

Na otimização de um procedimento analítico existe a necessidade de ajustar muitas variáveis no estabelecimento das melhores condições para a análise. Para isso, existem duas metodologias de otimização de métodos analíticos: a univariada, onde cada fator é otimizado por vez, fixando-se em um determinado valor e variando os outros fatores envolvidos no processo. Este método é relativamente simples e de fácil interpretação, no entanto, possui a desvantagem de demandar um maior tempo de estudo, um maior gasto de reagentes, além de não considerar as interações que ocorrem entre os fatores. A outra maneira de otimizar um método é através da otimização multivariada, onde todos os fatores são variados simultaneamente, e as condições ótimas de trabalho são encontradas através de recursos matemáticos e estatísticos<sup>1</sup>.

Em um planejamento fatorial são investigadas as influências de todos os fatores experimentais de interesse e os efeitos de interação na resposta ou respostas. Se a combinação de k fatores é investigada em dois níveis, um planejamento fatorial completo exige a realização de  $2 \times 2 \times \dots \times 2 = 2^k$  ensaios diferentes, sendo chamado de planejamento fatorial  $2^k$ . O planejamento por matriz Doehlert é um planejamento uniforme onde seus pontos experimentais são igualmente espaçados em círculos, esferas ou hiperesferas concêntricas (um hexágono no caso de dois fatores). O planejamento Doehlert tem uma estrutura propícia para a aplicação da Metodologia de Superfície de Resposta (MSR) permitindo a estimativa dos parâmetros do modelo quadrático e a construção de planejamentos sequenciais. O objetivo do estudo foi desenvolver um procedimento de decomposição usando ácido diluído para quantificar metais em resíduo da borra de café (RBC) por espectrometria de absorção atômica com chama (FAAS).

## MATERIAIS E MÉTODOS

Na decomposição, aproximadamente 0,2 g de resíduo de café em pó foi pesado em recipientes de teflon e em seguida submetida ao procedimento de decomposição por via úmida em um reator autoclave de alta pressão<sup>2</sup>. Um planejamento fatorial completo 2<sup>3</sup> foi aplicado para otimizar de forma preliminar as condições de decomposição do resíduo da borra de café. As variáveis e o domínio experimental aplicado foi: concentração de ácido nítrico (4,0 a 6,0 mol L<sup>-1</sup>), tempo de decomposição da amostra (3 a 5 h) e temperatura de decomposição (120 a 160 °C). Posteriormente, um planejamento Doehlert foi aplicado para otimizar as variáveis mais significativas do planejamento fatorial. Após resfriamento dos digeridos, avolumou-se com água ultrapura para 10,0 mL. Como resposta foi utilizada a função Resposta Múltipla (RM)<sup>3</sup> para avaliar as intensidades dos elementos Cd, Cu, Fe, Mn, Ni, Pb e Zn por espectrometria de absorção atômica com chama (FAAS). As amostras foram adquiridas em Vitória da Conquista, Bahia.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste planejamento, as variáveis concentração de ácido nítrico e tempo de decomposição da amostra mostraram-se significativas e foi avaliada através de um planejamento Doehlert. A temperatura não apresentou significância e foi fixada em 150 °C. Os volumes de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> e ácido nítrico diluído foram 1,0 e 3,0 mL, respectivamente. Tanto para os resultados individuais quanto global foi feita a avaliação do modelo pela ANOVA (Análise de Variância), na qual a falta de ajuste não foi significativa. Também foi feita a análise do gráfico de valores preditos versus valores observados. A boa correlação entre eles reforça a informação de que o modelo está bem ajustado aos dados experimentais obtidos no planejamento. Após otimização, o método foi aplicado em amostras de RBC.

## CONCLUSÕES/CONSIDERAÇÕES

Os planejamentos i) fatorial completo e ii) Doehlert permitiram otimizar de forma eficiente um procedimento de decomposição de amostras de RBC. A função RM foi útil para avaliar as respostas obtidas por MIP OES. Os resultados de acidez residual atenderam bem à extração gerando acidez residual menor que 10%. Em relação ao cádmio, chumbo e níquel, a técnica FAAS não apresentou capacidade de quantificação destes elementos. O fato das amostras apresentarem baixíssimas concentrações destes elementos é uma informação bastante útil, haja vista a toxicidade deste elemento.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Novaes, C. G., Yamaki, R. T., de Paula, V. F., do Nascimento Junior, B. B., Barreto, J. A., Valasques, G. S., & Bezerra, M. A. Optimization of Analytical Methods Using Response Surface Methodology-Part II: Mixture Variables. *Revista Virtual de Química*. 2018, 10(2), 393-420.
2. Krug, F. J., Rocha, F. P. Métodos de preparo de amostras para análise elementar. EditSBQ, Sociedade Brasileira de Química, São Paulo. 2016, 572p.
3. Bezerra, M. A., Ferreira, S. L. C., Novaes, C. G., Dos Santos, A. M. P., Valasques, G. S., da Mata Cerqueira, U. M. F., dos Santos Alves, J. P. Simultaneous optimization of multiple responses and its application in Analytical Chemistry–A review. *Talanta*. 2019, 194, 941-959.