

Emprego da quimiometria na avaliação de modificadores químicos na determinação de elementos traço em álcool combustível por GFAAS

Adriana Paiva de Oliveira¹ (PG)*, José Anchieta Gomes Neto¹ (PQ), Márcia M.C. Ferreira² (PQ)

adrioliv@posgrad.iq.unesp.br

¹Instituto de Química – Universidade Estadual Paulista – UNESP CP 355 14801-970 Araraquara – SP

²Instituto de Química - Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP CP 6154 13084-971 Campinas – SP

Palavras Chave: Quimiometria, GFAAS, álcool combustível

Introdução

O uso de modificadores químicos nas análises por espectrometria de absorção atômica com atomização eletrotérmica é uma condição essencial para minimizar a volatilização do elemento de interesse e interferências na forma de vapor.

O emprego da Quimiometria, permite a visualização em gráficos da tabela de resultados analíticos, relacionando as amostras e as variáveis, utilizando as técnicas de análise de componentes principais (PCA) e análise de agrupamentos hierárquicos (HCA).¹

O objetivo deste trabalho é empregar a quimiometria (PCA e HCA) como ferramenta na avaliação de modificadores químicos na determinação direta e simultânea de Al, As, Cu, Fe, Mn e Ni em álcool combustível por GFAAS.

Resultados e Discussão

O programa de aquecimento otimizado (temperatura, rampa, patamar) para detecção de Al, As, Cu, Fé, Mn e Ni foi o seguinte: secagem 1 (120°C, 1 s, 10 s); secagem 2 (130°C, 5 s, 25 s); pirólise (1200°C, 10 s, 20 s); atomização (2200°C, 0 s, 5s) e limpeza (2550°C, 1 s, 5 s). Os modificadores químicos avaliados foram: Pd (NO₃)₂ + Mg(NO₃)₂; W/Rh; W+ co injeção de Pd+Mg, e para cada modificador foram utilizadas trintas amostras de álcool etílico combustível. Como dados experimentais foram utilizados os resultados dos testes de adição e recuperação dos analitos frente aos diferentes modificadores químicos estudados. Os dados foram auto-escalados antes de serem analisados, atribuindo-se assim um mesmo peso para todas as variáveis. Na análise de agrupamentos hierárquicos foi utilizada a técnica de conexão incremental, permitindo a separação entre os 3 tipos de modificadores químicos.

Na análise de componentes principais, as componentes PC1(63,5%) e PC2(18,9%), forneceram informações discriminatórias das amostras. Através do gráfico de scores (Fig. 1),

observou-se a formação de 3 agrupamentos, representando os três modificadores químicos avaliados. A PC1 com 63,5% da variância total, apresentou como variáveis positivas os modificadores W/Rh e W+ co-injeção de Pd+Mg.

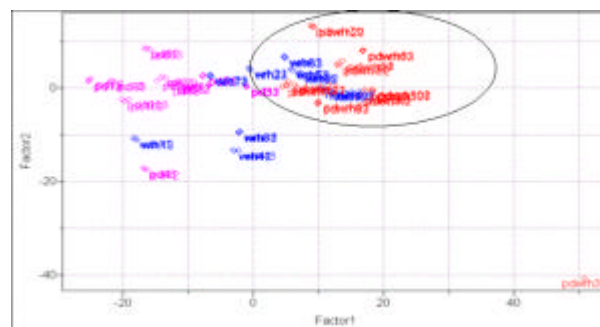


Figura 1. Gráfico de scores de PC1XPC2 mostrando as amostras e as contribuições das variáveis originais.

Conclusões

Por meio da análise exploratória dos dados, foi possível extrair informações relevantes, tais como correlacionar os intervalos de recuperação obtidos pelo emprego do teste de adição e recuperação do analitos e os diferentes modificadores químicos. Dentre os modificadores químicos avaliados, W+ co-injeção de Pd+Mg apresentou-se como a espécie com maior correlação positiva, pois apresenta os maiores teores de recuperação.

Agradecimentos

Sociedade Brasileira de Química (SBQ) e Federación Latinoamericana de Asociaciones Químicas (FLAQ)

À FAPESP e ao CNPq pelas bolsas concedidas e auxílio financeiro.

¹ K. R. Beebe, R. J. Pell, and M. B. Seasholtz, *Chemometrics: a Practical Guide* (John Wiley and Sons, New York, 1998).