

Emprego da Quimiometria para adaptação de um procedimento em fluxo para a determinação de fósforo em detergentes em pó.

Marcelo F. de Andrade (PG)¹, Fabíola Soraia V. C. B. da Silva (PG)^{1,2}, Ana Paula Silveira Paim (PQ)^{1*}

¹Departamento de Química Fundamental-Universidade Federal de Pernambuco, 50740-540, Recife-PE ²Centro Federal de Educação Tecnológica de Pernambuco (CEFET-PE) *anaspaim@ufpe.br

Palavras Chave: Quimiometria, STPP, fósforo, FIA.

Introdução

A presença de fósforo, em qualquer forma química, pode causar a eutrofização de fontes de águas. A principal fonte deste em detergente em pó é o Tripolifosfato de Sódio (STPP). De acordo com a resolução CONAMA 359/05, o teor máximo é de 5,3 % de P por formulação.

O método padrão, utilizado para determinar de 1 a 10 mg L⁻¹ P em águas¹, consiste num sistema de análise por injeção em fluxo (FIA), onde ocorre a reação de PO₄³⁻ com íons molibdato em meio ácido para formar o ácido molibdofosfórico. Entretanto, não se sabe se o mesmo poderia ser empregado em amostras de detergentes em pó.

A quimiometria tem sido utilizada como ferramenta para auxiliar no estudo da variação de uma série de fatores. Uma maneira de verificar quais fatores podem influenciar um estudo é a realização do planejamento fatorial dos experimentos e sua posterior análise estatística².

Este trabalho teve como objetivo adaptar um sistema FIA com detecção espectrofotométrica para determinar fósforo em um padrão de STPP e posterior aplicação em detergentes em pó.

Resultados e Discussão

Os fatores inicialmente estudados foram: ácido sulfúrico (S) (digestão da amostra), concentração da amostra (STPP), do ácido ascórbico (A) e do molibdato de amônio e antimônio (M). Os fatores são estudados em dois níveis, com repetição do ponto central, conforme Tab. 1, indicando também os valores padrões da metodologia para águas.

Tabela 1: Níveis dos fatores estudados e valores padrões para água.

| Fator | + | - | 0 | Padrão |
|----------|----------------------|----------------------|----------------------|--------|
| A | 6% | 1% | 3,5% | 6% |
| M | 4% | 2% | 3% | 4% |
| STPP (m) | 8 mg L ⁻¹ | 4 mg L ⁻¹ | 6 mg L ⁻¹ | - |
| S | 0,6 mL | 0,2 mL | 0,4 mL | 0,2 mL |

Os ensaios foram realizados em 4 blocos, por restrições experimentais, fixando os níveis de A e M, variando-se os demais dentro de cada bloco como em um planejamento 2². Obteve-se um modelo (eq. 1) capaz de explicar 85% da variância total (máximo explicável = 92%).

$$Y = 76,4 - 1,2A - 1,5M + 1,6m - 2,5S + 2,3AM \quad \text{eq. 1}$$

Evidenciou-se que todos os fatores são importantes, assim como a interação AM. Podemos observar também que os fatores M, A e S devem ser utilizados no patamar inferior, proporcionando uma economia de reagentes quando comparado com o método padrão. Na Tab. 2, são apresentados os resultados para as amostras de detergente em pó. Aplicando o teste t, não foi observada diferença significativa ao nível de 95% de confiança. Os valores de recuperação variaram entre 91 a 94 %.

Tabela 2: Concentrações das amostras, em mg g⁻¹, analisadas pelo sistema FIA usual e aplicando o método de adição padrão e o resultado do teste de recuperação adicionando-se 1 mg L⁻¹ P.

| Amostras | FIA usual | Método de Adição Padrão | R (%) |
|----------|------------|-------------------------|-------|
| 1 | 15,1 ± 0,2 | 14,4 ± 0,2 | 92 |
| 2 | 14,6 ± 0,1 | 14,4 ± 0,1 | 91 |
| 3 | 14,6 ± 0,2 | 12,48 ± 0,04 | 94 |
| 4 | 18,2 ± 0,1 | 19,5 ± 0,1 | 93 |
| 5 | 18,5 ± 0,1 | 17,1 ± 0,2 | 91 |

Conclusões

Para maximizar a resposta deve-se operar o sistema com o nível superior da fonte de P e inferior dos demais reagentes. Portanto, foi possível adaptar o procedimento, minimizando o consumo dos reagentes e o volume gerado de resíduos.

Agradecimentos

Ao CNPq e a CAPES

¹ Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 20 th ed, Washington, DC, USA, 1998

Sociedade Brasileira de Química (SBQ)

² Neto, B. B.; Scarminio, I. S. e Bruns, R. E.; Como Fazer Experimentos; Editora Unicamp, SP, **2003**.