

Determinação de BTEX por Espectroscopia NIR na fase gasosa utilizando seleção de variáveis e calibração multivariada.

Sabrina Schirmer (PG)*¹, Camila Manara Franco (PG)¹, Jarbas José Rodrigues Rohwedder (PQ)¹

*sabrina_s@iqm.unicamp.br

¹Instituto de Química- UNICAMP Caixa Postal 6154 CEP 13084-971- Campinas-SP, Brasil

Palavras Chave: BTEX, NIR, quimiometria

Introdução

Os limites de tolerância máximos de compostos aromáticos, como os BTEX (benzeno, tolueno, etilbenzeno e os isômeros do xileno), na atmosfera de ambientes ocupacionais são estipulados pela norma NR 15 do Ministério do Trabalho e Emprego. O uso da Espectroscopia de Infravermelho Próximo (NIR) associada a métodos quimiométricos tem se mostrado uma ferramenta importante na determinação destes compostos em atmosferas devido sua rapidez e possibilidade de uso on line. O Algoritmo das Projeções Sucessivas (APS) foi utilizado para selecionar as variáveis espectrais mais informativas, a fim de reduzir o número de variáveis para a construção de modelo de calibração multivariada. O objetivo deste trabalho é avaliar o uso do algoritmo APS na seleção de variáveis espectrais visando a determinação de BTEX empregando Espectroscopia NIR.

Experimental

O espectrofotômetro NIR utilizado neste trabalho foi desenvolvido empregando um filtro óptico acústico sintonizável (AOTF, Brimrose) como dispositivo de seleção de comprimento de onda, um detector de PbS (Ealing) e uma lâmpada de W como fonte de radiação. O sistema é controlado por um programa escrito em VB 3.0. A cela de medida (Infrared Analysis, Inc.) possui caminho óptico variável de 3 a 107 m e volume interno de 16 L. O caminho óptico utilizado foi de 48,5 m. Foram obtidos média de 3 espectros. As amostras de BTEX foram preparadas utilizando buretas de 10 mL. Um volume de 100 µL da amostra foi injetada em um Tee de 1/8" provido de um septo de silicone. Após a injeção, uma bomba de diafragma (Gast, vazão 35 L/min) conectada ao Tee e a cela de medida através de tubos de polietileno 1/8" foi acionada causando a simultânea evaporação e homogeneização da amostra.

Um conjunto de 30 amostras contendo benzeno (0,1-2,5 ppmv), tolueno (0,3-2,55 ppmv), etilbenzeno (0,25-2,7 ppmv), orto-xileno (0,3-2,3 ppmv), para-xileno (0,2-2,25 ppmv), meta-xileno (0,4-2,7 ppmv) foram utilizadas para o conjunto de calibração. Outras

8 amostras foram empregadas para a validação do modelo.

A calibração PLS (regressão dos mínimos quadrados parciais) foi realizada utilizando-se o programa Unscrambler 9.6 (Camo) e a seleção de variáveis pelo APS (algoritmo de projeções sucessivas) foram realizados empregando o programa MATLAB 6.5 .

Resultados e Discussão

Os espectros obtidos foram pré-processados utilizando correção de linha de base e a região espectral utilizada foi entre 1700-3000 nm, correspondendo a 260 variáveis. Os parâmetros obtidos para os modelos bem como o número de variáveis selecionadas é mostrado na Tabela 1.

Tabela 1 Valores de RMSEP (ppmv), correlação (R) e número de variáveis (entre parênteses) obtidos pelos modelos construídos.

	PLS		APS	
	RMSEP	R	RMSEP	R
Benzeno	0,19	0,9819	0,26	0,9597 (15)
Tolueno	0,07	0,9972	0,10	0,9929 (22)
Etilbenzeno	0,17	0,9634	0,15	0,9719 (28)
Orto-Xileno	0,18	0,8987	0,41	0,8290 (21)
Para-xileno	0,33	0,9016	0,18	0,9647 (17)
Meta-xileno	0,11	0,9810	0,15	0,9587 (16)

Conclusões

Os resultados mostram que com aproximadamente 10 % das variáveis espectrais é possível determinar tolueno, etilbenzeno, para e meta-xileno sem perda de informação e com capacidade de validação. Este resultado também indica a possibilidade de construir um espectrofotômetro NIR de baixo custo dedicado à determinação de BTEX na atmosfera que poderia ser utilizado em ambientes ocupacionais tais como indústrias, refinarias de petróleo, entre outros.

Agradecimentos

CAPES