

Uso da análise exploratória de dados para seleção de padrões internos visando redução do efeito ácido na determinação de V por ICP OES

Fábio A. C. Amorim¹ (PQ)*, Sérgio L. C. Ferreira² (PQ), Rildo M. de Jesus² (PG), Elane S. da Boamorte² (PG), Daniel C. Lima² (PG).

1-Instituto de Ciências Ambientais e Desenvolvimento Sustentável – Universidade Federal da Bahia, Barreiras-BA

2-Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia, Campus Universitário de Ondina, Salvador-BA.

*famorim@ufba.br

Palavras Chave: ICP OES, padronização interna, análise de componentes principais.

Introdução

Um dos maiores desafios a ser alcançado no estabelecimento de um protocolo analítico é a compreensão e eliminação de erros causados por interferentes ou pela composição da matriz. A intensidade do sinal analítico em uma determinada concentração é alterada dependendo dos constituintes da matriz. Alguns trabalhos são encontrados na literatura relacionados ao estudo de interferências em ICP OES causadas por ácidos, sendo necessários métodos para compensar essas interferências, tal como o uso da padronização interna. Este trabalho propõe um estudo detalhado das condições experimentais a fim de minimizar interferências causadas por ácidos na determinação de V por ICP OES, através do uso da técnica de padronização interna e da análise multivariada de dados.

Resultados e Discussão

O estudo foi realizado de forma multivariada, considerando cinco linhas de emissão do V, a presença de três ácidos minerais (HCl, HNO₃ e H₂SO₄) e doze elementos de referência em cinco linhas de emissão para cada um.

A seleção dos padrões internos foi realizada por meio da análise de componentes principais (PCA), relacionando a similaridade de comportamento entre as linhas analíticas e as linhas de referência, segundo o erro relativo a cada medida em cada meio ácido.

O gráfico de pesos para as diferentes composições de ácidos (variáveis) é disposto na figura 1a, onde pode-se notar uma boa distinção entre as misturas que contém HCl em sua composição das que não contém. O gráfico de escores (objetos) é apresentado na figura 1b. De acordo com esses gráficos, a distribuição das linhas de emissão para cada elemento avaliado (objetos) modifica-se com a mudança da matriz, ou seja, o padrão interno pode ser escolhido baseado nos pesos atribuídos pelas componentes principais 1 e 2, sendo as seguintes linhas selecionadas:

Sc 335,372 nm (Sc1), Sc 357,634 nm (Sc2), Sc 424,682 nm (Sc5), Ti 334,188 nm (Ti1), Ti 334,941 nm (Ti2), Ti 336,122 nm (Ti3), Y 361,104 nm (Y3), Y 377,433 nm (Y5), W 207,912 nm (W1), W 209,475 nm (W2) e W 220,449 nm (W3).

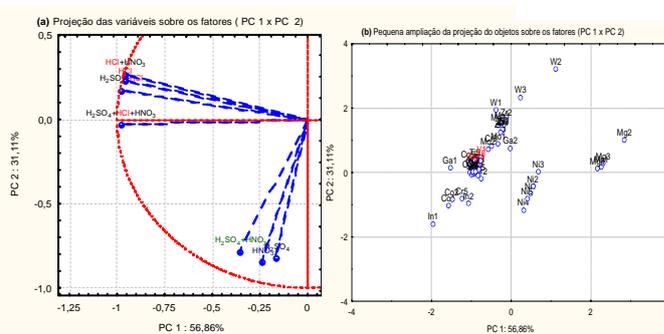


Figura 1. Gráficos de pesos (a) e escores (b).

As características analíticas foram estabelecidas e análises de amostras sintéticas e reais foram realizadas, verificando-se que o procedimento é adequado para selecionar as melhores linhas de emissão utilizadas como padrões internos, eliminando erros causados por efeito de matriz. A exatidão foi confirmada pela análise do material de referência certificado NIST 1634c (trace metals in fuel oil).

Conclusões

Os resultados demonstraram que a seleção dos padrões internos para correção do efeito de matrizes ácidas por meio da PCA é eficiente e de simples visualização e discussão. Além disso, a aplicação de metodologias de análise multivariada permite a obtenção de uma grande quantidade de informações com um número bem limitado de experimentos.

Agradecimentos

CNPq, CAPES, FAPESB.

¹ Chan, G. Y.; Hieftje, G. M., *J. Anal. At. Spectrom.* **2008**, *23*, 181.

² Todolí, J., Mermet, J., *Spectrochim. Acta, Part B* **1999**, *54*, 895.

³ Grotti, M., Frache, R., *J. Anal. At. Spectrom.* **2003**, *18*, 1192.

⁴ Amorim, F. A. C., *Tese de Doutorado*, Universidade Federal da Bahia, 2008.