

QA-141

Digestão de óleo lubrificante encapsulado em forno de microondas com radiação focalizada através da adição de amostra ao reagente pré-aquecido

Leticia M. Costa¹ (PQ), Hamilton O. Silva² (PG), Flávia A. Bressani² (PG), Ana Rita A. Nogueira² (PQ) e Joaquim A. Nóbrega² (PQ)

¹Núcleo de Excelência em Química Analítica, Universidade Federal da Bahia, Campus de Ondina, Salvador - BA. ²Grupo de Análise Instrumental Aplicada, Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos - SP

Palavras Chave: óleo, adição de amostras e radiação microondas

Neste trabalho investigou-se a digestão de amostras de óleos lubrificantes encapsulados em forno de microondas com radiação focalizada através da adição da amostra ao reagente pré-aquecido. Essa estratégia vem sendo utilizada com sucesso para diferentes amostras. Entretanto, para amostras viscosas a aplicação do procedimento foi limitada pela dificuldade de aspiração e transferência para o frasco digestor. O encapsulamento de alíquotas de 440 mg possibilitou a fácil introdução sucessiva de alíquotas da amostra no ácido nítrico concentrado e aquecido por ação da radiação microondas. Os digeridos lípidos e com baixa acidez residual foram introduzidos diretamente, sem prévia diluição, em espectrômetro de emissão ótica com plasma acoplado indutivamente para a determinação elementar de C residual. CAPES, CNPq e FAPESP

QA-142

Determinação de teor de misturas diesel/biodiesel e classificação de composição por análise multivariada de dados obtidos por FTIR e FTNIR

Jefferson S. Oliveira (IC), Rafael S. Montalvão (IC), Leila O. Daher (IC), Paulo A. Z. Suarez (PQ), Joel C. Rubim (PQ)*

Laboratório de Materiais e Combustíveis (LMC), Instituto de Química - UnB, CP.04478, 70919-970, Brasília, DF. jocrubim@unb.br

Palavras Chave: FTIR-NIR, diesel, PLS

Resumo: Neste trabalho são obtidos modelos de calibração por análise multivariada (PLS/PCA) de dados FTIR-ATR e FT-NIR para a determinação de teor de biodiesel em misturas diesel-biodiesel. Foram usados como biodiesel ésteres metílicos de óleos de soja, fritura (soja), dendê, mamona e babaçu. Foram preparadas 150 amostras com teores de biodiesel variando de 0 a 100%. Os resultados para 75 amostras do grupo de teste mostram que a técnica FTNIR é significativamente mais precisa (RMSEP = 0,08%) para a análise deste tipo de mistura, podendo prever o tipo de óleo vegetal utilizado com uma margem de acerto de 70%. (CNPq, Finep-CTPetro, Finatec, BR-Distribuidora)

QA-143

Determinação de Etanol e Metanol em gasolina utilizando Espectroscopia no Infravermelho Próximo.

Heitor Luis Fernandes (IC), Jarbas J. R. Rohwedder (PQ), Célio Pasquini (PQ), Ivo M. Raimundo Jr (PQ) *heitor@iqm.unicamp.br

Instituto de Química - UNICAMP - Caixa Postal: 6154 - CEP: 13084-971 - Campinas - SP

Palavras Chave: gasolina, NIR, etanol

A adulteração de gasolina com adição de quantidades superiores a 25% (máximo permitido) de etanol anidro, assim como a adição de metanol é uma prática comum no Brasil. Neste trabalho é demonstrado o uso da espectroscopia NIR na determinação simultânea de etanol e metanol em gasolina. Para isso, preparou-se 120 misturas de gasolina, variando a concentração de etanol e metanol de 0 a 30 % (v/v). Com o auxílio do programa computacional Unscrambler 7.5, construiu-se os modelos de calibração por PLS-1 e PLS-2 empregando 82 amostras, obtendo-se correlações iguais a 0,999 e RMSEC melhores que 0,51 % (v/v) para ambos álcoois. As 36 amostras restantes foram empregadas para a validação externa dos modelos, obtendo RMSEP melhores que 0,32 % (v/v) e correlações iguais a 0,9996. Para a previsão de um conjunto externo de 15 amostras reais, obteve-se um RMSEP de 0,83 % (v/v) e uma correlação de 0,996.

QA-144

O uso de FTIR-ATR para análise de combustíveis. Uma comparação entre sonda convencional e sonda de imersão

Marney O. Santos Jr (IC), Daniella G. Lima (IC), Flávia C. C. Oliveira (IC), Andrea C. Petry (IC) Joel C. Rubim (PQ)* jocrubim@unb.br

Laboratório de Materiais e Combustíveis (LMC), Instituto de Química - UnB

Palavras Chave: FTIR-ATR, diesel, PLS

Resumo: Neste trabalho são comparados modelos de calibração PLS a partir de espectros FTIR-ATR obtidos com dois tipos de sonda, convencional e de imersão. Foram usadas 90 amostras de diesel cujos parâmetros físico-químicos (número de cetano, densidade, teor de enxofre, viscosidade e temperaturas de destilação para 50% e 85% de recuperação) foram determinados por normas ASTM/NBR. Os modelos obtidos com sonda convencional apresentaram valores de RMSEP significativamente menores que com sonda de imersão, mesmo considerando uma mesma região espectral. O melhor desempenho da sonda de ATR convencional é atribuído à melhor relação sinal/ruído (CNPq, Finep-CTPetro, Finatec, BR-Distribuidora, CEPAT)

QA-145

COMPARAÇÃO ENTRE ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO PRÓXIMO (NIR) E MÉDIO (MIR) PARA A PREVISÃO DE MON E RON EM GASOLINAS DO NORDESTE.

Fernanda A. Honorato¹ (PG), M. Fernanda Pimentel² (PQ), Benício de B. Neto¹ (PQ), Roberto K. Galvão³ (PQ), Florival Carvalho² (PQ)

¹Depto. de Química Fundamental, UFPE, ²Depto. de Engenharia Química, UFPE, ³Divisão de Engenharia Eletrônica, ITA-SP

Palavras Chave: NIR, MIR, Gasolinas.

O objetivo deste trabalho é comparar modelos de calibração multivariada baseados em espectros obtidos na região NIR, e MIR para a previsão das propriedades MON e RON de gasolinas comercializadas na região Nordeste. Os espectros de 120 amostras representativas do Nordeste foram obtidos utilizando um espectrofotômetro FT-IR da Perkin Elmer, modelo Spectrum GX (resolução de 8 cm⁻¹ e 16 varreduras) nas regiões NIR (780-2500 nm) em dois caminhos óticos diferentes (1 mm: 1600 a 2500 nm e 10 mm: 780 a 1600 nm), e MIR (2500 a 15400 nm) com uma sonda de ATR (Attenuated Total Reflectance). Todos os modelos (PLS, PLS-AG, MLR-AG, MLR-APS) apresentaram valores de RMSEP inferiores à reprodutibilidade do método ASTM. Os menores RMSEP's foram obtidos para os modelos MLR utilizando seleção de variáveis pelo APS para a região NIR (1600nm a 2500nm) tanto para MON (0,41) quanto para RON (0,18).