

Utilização de titulação potenciométrica e regressão por mínimos quadrados parciais para determinação seletiva de ácidos carboxílicos

Rodolfo Carapelli¹; Caio Fernando Gromboni¹; Gilberto Batista de Souza²; Ana Rita Araujo Nogueira³

¹Aluno de Doutorado, Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos SP, Brazil;

²Analista, Embrapa Pecuária Sudeste, São Carlos, SP;

³Pesquisadora, Embrapa Pecuária Sudeste, São Carlos, SP.

O método de regressão por mínimos quadrados parciais (PLS) é o mais utilizado em calibração multivariada, empregando tanto as informações de concentração certificada, quanto as informações experimentais, tendo como objetivo obter a máxima correlação entre ambos conjuntos, permitindo assim a previsão de amostras com concentrações desconhecidas através do modelo proposto. Nesse trabalho foi construído um modelo utilizando misturas de ácidos orgânicos (acético, láctico e fórmico) contendo diferentes concentrações conhecidas empregando titulação potenciométrica e PLS com o software pirouette 4.11 (infometrix). O interesse para a construção desse modelo justifica-se pelo fato desses ácidos apresentarem valores de dissociação muito próximos sendo impossível a sua determinação direta e seletiva por meio de titulação convencional, tornando-se necessário o emprego de análises cromatográficas que são morosas e apresentam custos elevados. Neste trabalho foram analisadas quatro soluções padrões em duplicata em diferentes concentrações para a construção do modelo quimiométrico, sendo a faixa estudada de 0,125 a 1,00 mol.L⁻¹ para o ácido láctico; de 0,0625 a 0,500 mol.L⁻¹ para o ácido acético; e de 0,0313 a 0,250 mol.L⁻¹ para o ácido fórmico. As análises foram realizadas em duplicata. Os resultados foram obtidos aplicando validação cruzada e demonstraram boa correlação entre o método proposto para determinação das concentrações na faixa estudada, com coeficiente de correlação ($r = 0,9992$ com dois fatores para todos os ácidos. Para a avaliação da exatidão do método estudado, uma solução padrão intermediária foi preparada e lida como amostra em duplicata, utilizando o modelo gerado, sendo os resultados obtidos satisfatórios, com erros de predição variando de 2,96 (para o ácido fórmico) a 4,56 % (para o ácido acético), e o desvio padrão relativo de $7,4 \times 10^{-5}$ % para todos os ácidos, evidenciando assim uma boa exatidão e precisão do método. O método desenvolvido portanto tem potencialidade para ser aplicado em amostras agrônômicas como rúmen e silagem.

Apoio financeiro: CNPq

Área: Qualidade de Produtos Agropecuários