

## INTRODUÇÃO

O material particulado (MP) se refere às partículas sólidas ou gotículas suspensas no ar. Sua composição pode absorver e transferir diversos poluentes, cujos principais componentes são metais<sup>1</sup>. Além disso, ele é responsável por diversas doenças respiratórias, e pelo desenvolvimento do câncer pulmonar. As queimadas das plantações de cana-de-açúcar na cidade de Campos dos Goytacazes ainda são muito utilizadas como método facilitador de colheita e não há trabalhos sobre a emissão destes compostos nesta região.<sup>2</sup>

## METODOLOGIA

### EXTRAÇÃO ÁCIDA

O material de referência certificado (MRC) NBS-SRM-1633a – Trace Elements in Coal Fly Ash (Nist, USA) foi utilizado nos experimentos do planejamento fatorial. Uma alíquota de 0,250 g de MRC foi submetido à extração com 15 mL de solução ácida mista de HNO<sub>3</sub>:HClO<sub>4</sub> por 2 horas em bloco digestor a 150-200 °C até que a solução fosse fervida e clarificada. A solução em branco continha apenas a solução ácida. Após resfriamento a solução resultante foi filtrada e mantida sob refrigeração a 4°C até a análise. Para a determinação dos elementos de interesse (Al, As, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, K, Mn, Ni, Pb, Se, V e Zn) as amostras foram diluídas 10 x em água ultra pura.

Figura 1: Extração ácida do MRC e dos filtros de fibra de vidro



### PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL

O planejamento fatorial 2<sup>4</sup> foi realizado contemplando as variáveis potência da radifrequência (RF poer) e as vazões de argônio do plasma, auxiliar e carreador. O planejamento resultou em 16 experimentos que foram executados de forma randômica. Brancos foram medidos antes da análise do MRC nas condições descritas na Tabela 1. As condições experimentais serão usadas para a determinação simultânea dos elementos de interesse acima citados, sendo assim, a resposta múltipla foi calculada de acordo com a equação abaixo:

$$MR = \frac{[Al]}{\text{máx.}[Al]} + \frac{[As]}{\text{máx.}[As]} + \frac{[Ca]}{\text{máx.}[Ca]} + \dots$$

, onde “[Al]” é a concentração de Al encontrada em cada experimento e “máx. [Al]” é a concentração máxima de Al encontrada no planejamento fatorial. De forma análoga para todos os elementos analisados.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Tabela 1: Matriz do planejamento fatorial 2<sup>4</sup> usada para a avaliação das condições instrumentais de análise de material particulado por ICP OES. (valores reais/valores codificados). MR: Multiple response.

Experimento	RF Power	Plasma	Auxiliary	Carrier	MR
	kW		L min <sup>-1</sup>		
1	0,9(-1)	8(-1)	0,4(-1)	0,4(-1)	6,18
2	1,2(+1)	8(-1)	0,4(-1)	0,4(-1)	7,60
3	0,9(-1)	12(+1)	0,4(-1)	0,4(-1)	9,41
4	1,2(+1)	12(+1)	0,4(-1)	0,4(-1)	8,85
5	0,9(-1)	8(-1)	1(+1)	0,4(-1)	7,91
6	1,2(+1)	8(-1)	1(+1)	0,4(-1)	7,38
7	0,9(-1)	12(+1)	1(+1)	0,4(-1)	5,25
8	1,2(+1)	12(+1)	1(+1)	0,4(-1)	13,9
9	0,9(-1)	8(-1)	0,4(-1)	1(+1)	0,24
10	1,2(+1)	8(-1)	0,4(-1)	1(+1)	0,73
11	0,9(-1)	12(+1)	0,4(-1)	1(+1)	0,19
12	1,2(+1)	12(+1)	0,4(-1)	1(+1)	0,63
13	0,9(-1)	8(-1)	1(+1)	1(+1)	0,18
14	1,2(+1)	8(-1)	1(+1)	1(+1)	0,32
15	0,9(-1)	12(+1)	1(+1)	1(+1)	0,00
16	1,2(+1)	12(+1)	1(+1)	1(+1)	0,33

Figura 2: Gráfico de Pareto (a) e gráfico de probabilidade (b): avaliação das condições instrumentais

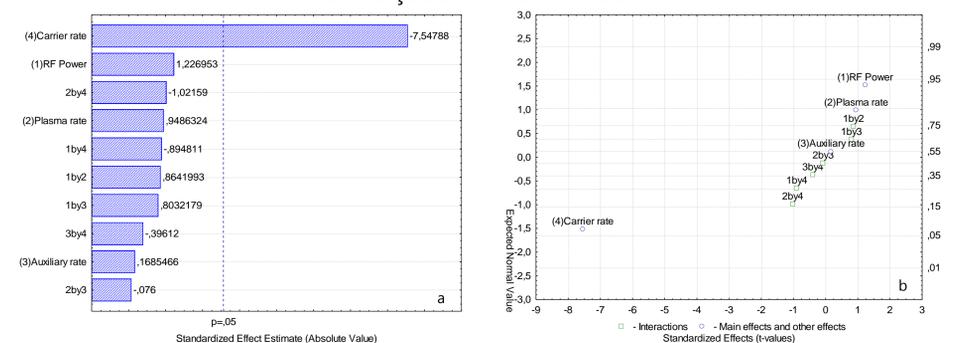
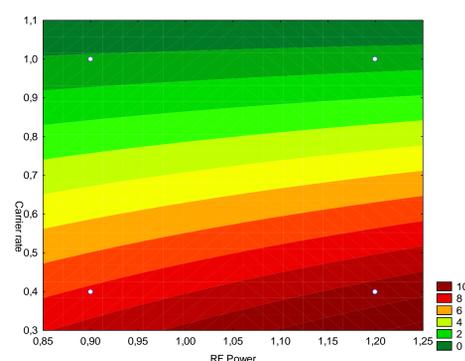


Figura 3: Superfície de resposta



A análise dos gráficos da Figura 2 nos permite concluir que a variável “Carrier” é a única variável significativa. Considerando as condições ótimas, Figura 3, as condições foram fixadas: RF power: 1,2 kW/ Vazões (L mim<sup>-1</sup>): plasma: 10; auxiliar: 0,60 e carreador: 1,0.

## CONCLUSÃO

A determinação simultânea dos elementos no MRC por ICP OES apresentou somente uma variável significativa (argônio carreador), considerando 95% de nível de confiança. Esta variável foi otimizada e avaliada de forma univariada a fim de proporcionar uma condição robusta de análise deste tipo de matriz.

## AGRADECIMENTOS

## REFERÊNCIAS

- Kampa, M.; Castanas, E. Environmental Pollution. 2008, 151, 362.
- Monteiro, A. C. G.; Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro (Dissertação de Mestrado). 2011.