

Proposta de metodologia empregando XRS e PLS para o controle de qualidade de tintas

Fabiola Manhas Verbi Pereira* (PG) e Maria Izabel Maretti Silveira Bueno (PQ) fmverbi@uol.com.br

Departamento de Química Analítica, Instituto de Química, UNICAMP, Cx. Postal 6154, CEP 13084-971, Campinas/SP

Palavras Chave: tintas, controle de qualidade, XRS, PLS

Introdução

O setor de tintas e recobrimentos pode aprimorar os seus métodos de análises com o emprego de estudos acadêmicos da área de Química Analítica. Como conseqüências desta interação, podem haver contribuições muito significativas como a redução de custos e de possíveis efeitos danosos à saúde dos analistas. Assim sendo, este trabalho apresenta o emprego da espectrometria de raios - X (XRS, *X-ray spectrometry*) como proposta para o controle de qualidade de tintas comerciais. Estas amostras foram investigadas empregando um equipamento de fluorescência de raios - X por dispersão de energia (ED-XRF, *energy dispersive X-ray fluorescence*)¹, em conjunto com o recurso computacional/quimiométrico denominado Método dos Mínimos Quadrados Parciais (PLS, *Partial Least Square*).

Resultados e Discussão

Com o auxílio do PLS, buscou-se uma alternativa para a determinação do teor de sólidos em amostras de tintas comerciais (parâmetro importante e determinado rotineiramente). Dez amostras líquidas foram diretamente irradiadas, gerando um total de 90 espectros. As condições do equipamento ED-XRF foram: tempo de medida de 100 s e faixa espectral de 0 a 40 keV, com resolução de 0,02 keV. A fonte de raios-X foi um tubo de Rh com voltagem máxima de 50 kV e o colimador foi de 10 mm. Cada uma das tintas foi colocada em celas de polietileno (aproximadamente 2 g). O teor de sólidos foi determinado conforme recomendado pelas normas ASTM D 1644 e NBR 7340. Para a análise multivariada das amostras, foi utilizado o programa MatLab 6.5 (The MathWorks, Natick), além do PLS Toolbox 2.02 (Eigenvector Research, Wenatchee). Para a seleção das amostras dos conjuntos de calibração e validação, foi realizada uma PCA (*Principal Component Analysis*), na qual os dados espectrais foram centrados na média. Já, para o PLS o conjunto de calibração foi composto por 8 tintas - 72 espectros (com a faixa de teor de sólidos variando entre 39 e 61%) e o de validação por duas amostras - 18 espectros (com a faixa de teor de sólidos variando entre 37 e 44%). Na construção dos modelos de calibração e validação, as amostras e os espectros não sofreram qualquer tipo de pré-processamento.

Duas variáveis latentes foram suficientes para o modelo de calibração e, na Tabela 1, verifica-se uma boa concordância entre os valores de referência e os previstos para as amostras do conjunto de validação (erro inferior a 10%).

Tabela 1. Valores de teor de sólidos (%) para o conjunto de validação.

Amostra	Valor de Referência	PLS (Valor Previsto)	Erro (%)
6	44	47	7
7	37	41	9

A Figura 1 mostra os coeficientes de regressão para a variável latente 2 e verifica-se que a região do espalhamento da fonte de raios-X apresenta uma contribuição para o modelo proposto.

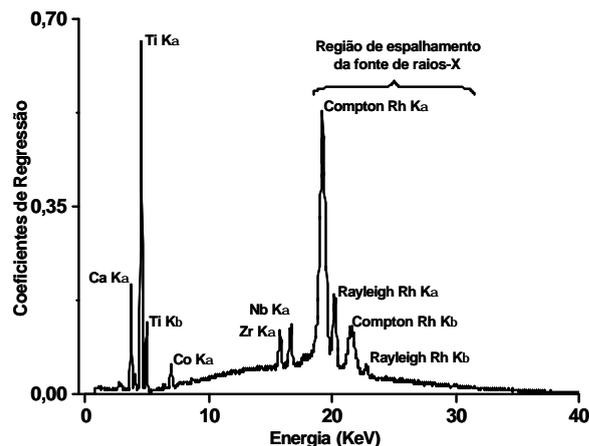


Figura 1 Coeficientes de regressão para a variável latente 2.

Conclusões

Os resultados apresentados mostram a potencialidade da XRS quando aplicada conjuntamente com recursos quimiométricos. A principal vantagem desta é a rapidez e a confiabilidade com as quais as análises podem ser efetuadas. Além disso, foi apresentada uma nova metodologia para o controle de qualidade de tintas e/ou vernizes que pode vir a complementar ou até substituir este tipo de análise. Outras propriedades estão sendo estudadas, tais como, peso específico, espessura do filme de tinta seca, capacidade de cobertura e viscosidade.

Agradecimentos

À FAPESP (processo nº 04/02094-3).

¹ Verbi, F. M.; Pereira-Filho, E. R.; Bueno, M. I. M. S. *Microchim. Acta* **2005**, *150*, 131.