

Determinação da resistência à tração do PET usando espectroscopia MIR e calibração multivariada

Viviane Fonseca Caetano^{1*} (PG), Andréa Monteiro Santana Silva² (PQ), Mario Cesar Ugulino de Araújo³, Maria Fernanda Pimentel¹ (PQ), Glória Maria Vinhas¹ (PQ) * viviane_fc@yahoo.com.br

1- Departamento de Engenharia Química, Universidade Federal de Pernambuco, Recife / PE - Brasil

2 - Unidade Acadêmica de Serra Talhada, Universidade Federal Rural de Pernambuco, Serra Talhada / PE – Brasil.

3- Departamento de Química, Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa / PB – Brasil

Palavras Chave: poli(etileno tereftalato), infravermelho médio, calibração multivariada.

Introdução

Devido ao mercado competitivo das indústrias de polímeros, as mesmas são motivadas a buscar sempre o aumento da produção, a alta qualidade do produto e a minimização dos custos. Estes desafios podem ser alcançados com a ajuda de modelos, controle e técnicas de otimização de processos. Uma técnica muito promissora para acompanhar as propriedades dos polímeros é a espectroscopia na região do infravermelho médio (MIR spectroscopy) associada à calibração multivariada. A principal vantagem desta estratégia é a redução do tempo e custo das análises, além de não ser destrutiva. Neste trabalho foram desenvolvidos modelos utilizando a regressão por mínimos quadrados parciais (PLS - Partial Least Squares) para previsão da propriedade mecânica de resistência à tração para o poliéster PET [poli(etileno tereftalato)]. Este polímero é atualmente um dos mais importantes termoplásticos, podendo ser empregado na fabricação de uma grande variedade de produtos de embalagens. A resistência à tração (RT) é uma das propriedades mais importantes no controle de qualidade dos filmes poliméricos de PET e não há dados na literatura sobre a determinação da RT neste polímero empregando espectroscopia MIR.

Resultados e Discussão

Amostras de filmes de PET (91) foram coletadas em indústria do Estado de Pernambuco e submetidas a ensaios mecânicos na máquina universal de ensaio, marca Instron modelo 4301 e 2365. Com o objetivo de aumentar a faixa de variação da resistência à tração, 48 amostras foram expostas à radiação gama nas doses de 25, 60, 120, 240 e 500 kGy. Empregou-se o algoritmo Kennard-Stone para selecionar os conjuntos de calibração (61 amostras) e de validação externa (30 amostras). Os espectros foram obtidos com um equipamento Nicolet, modelo 520, na faixa de 650 a 4000 cm^{-1} , utilizando um acessório de ATR com resolução de 4,0 cm^{-1} (256 scans). O número de fatores dos modelos PLS foi estimado através de validação cruzada completa. Na construção dos modelos foram utilizadas apenas as variáveis que

correspondem aos coeficientes significativos (algoritmo Jack-Knife). Os espectros foram submetidos a diversos pré-processamentos cujos melhores resultados de calibração e previsão estão apresentados na **Tabela 1**.

Tabela 1. Erros médios quadráticos de calibração (RMSECV) e de validação externa (RMSEP), coeficientes de determinação (R^2) e números de fatores do PLS (n).

PP	RMSECV (Kgf/mm ²)	R^2	RMSEP (Kgf/mm ²)	R^2	n
Sem	1,70	0,80	2,20	0,64	9
A1	1,90	0,73	2,00	0,70	16
A2	1,60	0,81	2,10	0,66	9
B1	1,50	0,85	1,50	0,81	10
B2	1,60	0,83	1,40	0,83	8
B3	1,40	0,87	1,50	0,82	10
C	1,80	0,75	1,50	0,83	16

*PP- Pré- processamento; A - Suavização Savitzky-Golay; A1-janela de 7 pontos; A2-janela de 11 pontos; B – Primeira Derivada Savitzky-Golay-polinômio de 2ª ordem; B1-janela de 7 pto; B2-janela de 9 pto; B3-janela de 11 pto; C-MS

Comparando-se os resultados da **Tabela 1**, observa-se que o modelo construído com os espectros após derivação (Savitzky-Golay) com janela de 9 pontos e polinômio de 2º ordem (B2) mostrou os menores erros de previsão, além de utilizar um menor número de fatores do PLS (8). O RMSEP (1,4 Kgf/mm²) é equivalente à estimativa da repetitividade do método convencional (1,3 Kgf/mm²)

Conclusões

A espectroscopia MIR associada com a calibração multivariada mostrou-se eficiente para previsão da resistência à tração do polímero PET, com erros de previsão equivalentes à repetitividade do ensaio convencional.

Agradecimentos

CNPq, FACEPE, CAPES/PROCAD, Terphane