

Determinação do índice de viscosidade de óleos lubrificantes de motores através da Espectroscopia no infravermelho e PLS.

Araci A. dos Santos Jr.*¹ (PG), Alberto E. O. e Silva¹ (TC), Guilherme V. J. de Mello¹ (TC), Ingrid S. Martins¹ (TC), Maristela L. S. Melo¹ (TC), Jez Willian B. Braga² (PQ).

*aasjunior@anp.gov.br

¹Laboratório de Óleos Lubrificantes – Centro de Pesquisas e Análises Tecnológicas - Agência Nacional do Petróleo.

²Laboratório de Química Analítica e Ambiental – Instituto de Química – UnB.

Palavras Chave: IV, lubrificante, PLS, ATR.

Introdução

Com o forte avanço da tecnologia de motores automotivos na última década, a exigência de desempenho dos óleos lubrificantes tem aumentado, e com isso cresce a necessidade por metodologias que monitorem cada vez mais os parâmetros de qualidade desses óleos de forma representativa, ágil e eficiente¹. Uma das principais especificações de qualidade dos óleos lubrificantes é o índice de viscosidade (IV), pois, além de revelar a relação da viscosidade do óleo com a temperatura, nos permite identificar a natureza dos óleos básicos usados na formulação¹. Atualmente, para se obter o IV deve-se aplicar a norma ABNT NBR 10441:2007 que trata da medição da viscosidade do óleo lubrificante tanto a 40°C como a 100°C e depois a norma ABNT NBR 14358:2005 que versa sobre o cálculo do IV propriamente dito.

O objetivo deste trabalho é a construção e validação de um método para determinação do IV através da espectroscopia no infravermelho e regressão por mínimos quadrados parciais (PLS) de modo a permitir ao laboratório de qualidade a redução do tempo de análise, do consumo dos insumos utilizados no ensaio, uma maior praticidade, eficiência e segurança.

O modelo foi construído com um conjunto de 242 amostras procedentes de diversos fornecedores de todo o Brasil, que foi dividido aleatoriamente nos conjuntos de calibração e validação na proporção, respectivamente, de 2:1. Os espectros obtidos na região de 4000 a 650 cm^{-1} foram importados para o programa OPUS®, onde o modelo PLS foi construído e otimizado para a determinação do IV. Foram consideradas amostras problema (*outliers*), as amostras que apresentaram uma influência alta aliada a um resíduo de decomposição alto.

Resultados e Discussão

Após a exclusão dos *outliers*, o tamanho do conjunto de calibração e validação foi de 141 e 63 amostras, respectivamente. Foram testados diversos pré-processamentos e intervalos de número de onda. O melhor resultado foi obtido usando normalização de vetor e primeira derivada e os intervalos de 3162,3 a 2603,5 e 1766,5 a 929,1 cm^{-1} . O número de variáveis latentes foi determinado por validação

cruzada e foi igual a 8. A Figura 1 apresenta a dispersão entre os valores estimados e o valor de referência determinado pelo método padrão. Pode-se perceber que houve uma boa concordância nos resultados. O modelo apresentou um erro médio de calibração (RMSEC) de 4,69 e para as amostras de validação (RMSEP) de 5,89, indicando que no modelo construído não houve sobreajuste. O coeficiente de determinação de calibração e validação foram 92 e 84 %, respectivamente. Comparando os erros obtidos nas amostras de validação conclui-se que não houve erro sistemático significativo no modelo. O erro médio percentual obtido foi de 4,8% para o intervalo de IV estudada (de 97 a 178).

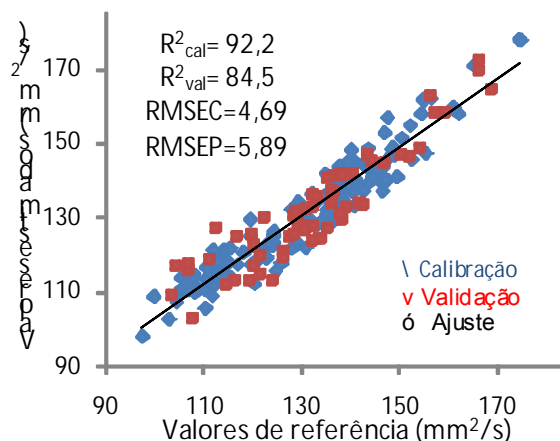


Figura 1. Gráfico dos valores estimados pelo PLS versus valores de referência do método padrão.

Conclusões

Os resultados indicam que o método pode ser aplicado para estimar o IV em amostras de rotina possibilitando um monitoramento rápido deste parâmetro. Além disso, o método se mostrou robusto para a análise de diversas marcas de óleo.

Agradecimentos

Centro de Pesquisas e Análises Tecnológicas da Agência Nacional do Petróleo (CPT/ANP), a Coordenação Laboratório de Lubrificantes (CLU/ANP).

¹ Belmiro, P. N.; Carreiro, R. P.; Lubrificantes e Lubrificação Industrial. 2006, 255.