

ESTUDOS DE MÉTODOS DE PREPARO DE AMOSTRA PARA DECOMPOSIÇÃO DE TINTAS ANTI-INCRUSTANTES

CHARLIE G. GOMES¹; DAISA H. BONEMANN²; ALEXANDER OSSANES DE SOUZA³; ANDERSON S. RIBEIRO⁴

¹Universidade Federal de Pelotas, Bacharel em Química Industrial – cherliegomesii@gmail.com

²Universidade Federal de Pelotas, PPGQ – daisa_bonemann@gmail.com.br

³Universidade federal de pelotas, PPGQ – alexander.souza@hotmail.com

⁴Universidade Federal de Pelotas, PPGQ – andersonsch@hotmail.com

1. INTRODUÇÃO

As tintas apresentam diversas aplicabilidades em variados setores como, por exemplo, em indústrias, residências, brinquedos ou no corpo humano, principalmente no cabelo. As tintas apresentam uma composição complexa de resinas, pigmentos, solventes e aditivos, que podem fornecer diferentes propriedades ao produto. A resina é aglutinante e é responsável por fazer a ligação dos pigmentos e a aderência da tinta ao local. Os solventes são os que conferem a textura (consistência) das tintas. Os pigmentos são partículas sólidas inorgânicas ou orgânicas responsáveis pela cor, cobertura e resistência (FAZENDA,2009). Os aditivos são os que realmente diferenciam as tintas entre si, atribuindo as características de acordo com a sua função, por exemplo, o uso em móveis de madeira e o uso em paredes externas de casa (FAZENDA, 1995; VERONA,2004).

As tintas em embarcações e instalações aquáticas são muito importantes já que previnem a corrosão no casco e o gasto excessivo de combustível, devido a aderência de organismos incrustantes. Dessa forma, utilizam-se tintas chamadas de anti-incrustantes, que apresentam em sua composição aditivos biocidas com diferentes classes químicas, podendo ter até quatro deles na mesma formulação comercial (THOMAS, 2002) e dentre eles os metais podem ser utilizados como por exemplo, Cu, Ti, Zn, entre outros. No entanto, a composição dessas tintas tem passado por mudanças, já que existe um aumento na preocupação dos órgãos ambientais, pois os compostos liberados afetam toda vida marinha, já que os biocidas não são seletivos (CASTRO,2011).

Com a intenção de auxiliar na fiscalização das tintas anti-incrustantes se faz necessário estudos da composição elementar. Para isso é importante um preparo de amostras eficaz, e que a amostra seja homogênea e representativa (KRUG, 2010; HOLLER et al,2009).

O preparo de amostra pode ser realizado basicamente de duas formas clássicas, por via úmida ou via seca. O método de decomposição por via seca consiste na eliminação da matéria orgânica por ação do calor (calcinação). O método de decomposição por via úmida, consiste basicamente na eliminação da matéria orgânica por ação de ácidos. Os métodos podem ainda ser realizados em sistemas abertos, fechados e semiabertos (KRUG, 2010). Métodos já descritos na literatura relatam decomposições utilizando a calcinação (via seca), e micro-ondas, que respectivamente, apresentam aparatos muitos caro, apesar de ser ineficaz para determinar elementos voláteis . Por essas razões, métodos alternativos de preparo de amostra se mostram importantes (BENTLIN, 2009; KRUG, 2010).

Sendo assim, este trabalho tem por objetivo o desenvolvimento de novos métodos de preparo das amostras de tintas anti-incrustante, visando obter um método simples e de baixo custo.

2. METODOLOGIA

Para a realização deste trabalho utilizou-se uma tinta anti-incrustante comercial adquirida no comércio de Pelotas/RS. Primeiramente, pintou-se uma placa de vidro com a amostra de tinta, e após a secagem completa (48 h) realizou-se uma raspagem, assim extraindo-se um pó da tinta. Para a decomposição ácida utilizou-se uma massa de 50 mg de amostra em diferentes misturas de ácidos: ácido nítrico (HNO_3), ácido clorídrico (HCl), ácido perclórico (HClO_4), ácido fluorídrico (HF) como apresentado na Tabela 1.

Tabela 1: Diferentes tipos de experimentos para decomposição de tintas anti-incrustante

Exp.	HNO_3 (mL)	HF (mL)	H_2O_2 (mL)	Exp.	HNO_3 (mL)	HCl (mL)	HClO_4 (mL)
1	1,5	1	-	8	1	3	-
2	2,5	-	-	9	3	1	-
3	2,5	0,5	-	10	3,5	-	0,5
4	2,5	-	1	11	3	-	1
5	5 mL	-	-	12	2,5	-	1,5
6	5	0,5	-				
7	5	-	1				

Exp.= experimento.

Todas as amostras foram colocadas em banho ultrassônico a temperatura de 80 °C pelo tempo de 3 h. Após o período de decomposição as amostras foram avolumadas a 15 mL com água deionizada, e foi determinada a porcentagem de acidez utilizando NaOH 0,1 mol L^{-1} .

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Com exceção das amostras 3 e 6 todas as outras apresentaram uma decomposição incompleta, ou seja, a solução apresentou material particulado visível em solução. As soluções somente com ácido nítrico e ácido nítrico mais peróxido de hidrogênio mantiveram a cor da tinta e aparentemente apresentaram o mesmo volume de amostra utilizado. Todas as amostras com misturas de ácidos apresentaram decomposição total de cor, mas não do sólido. Já as soluções contendo HCl apresentou uma aglutinação da amostra.

De acordo com GOODWIN (1990b), o banho ultrassônico, possui uma maior potência em frascos de vidro, pois a maleabilidade das interações das moléculas poliméricas acaba amenizando o surgimento das bolhas pelo fenômeno de cavitação. As amostras utilizando ácido fluorídrico apresentaram melhor decomposição, não podem ser otimizadas usando frasco de vidro, pois essa substância é altamente corrosiva para o silicato.

Todas as amostras apresentam porcentagem de acidez entre a 6 e 10 % v/v o que pode acarretar em uma série de problemas dependendo do equipamento que será utilizado para leitura das concentrações, como por exemplo, os índices de

acidez recomendados pelo fabricante do MIP OES são de 5 % v/v, no entanto, essas soluções resultantes do preparo das amostras teriam que ser diluídas para posterior quantificação dos analitos.

4. CONCLUSÕES

O método de preparo de amostra por via úmida se mostra um possível substituto para métodos mais caros, pois elimina gastos de compra e manutenção dos equipamentos. Comparado com a decomposição por via seca (calcinação), o método de via úmida é mais rápido e possibilita a determinação dos voláteis.

Apenas os métodos utilizando mistura de ácido nítrico e ácido fluorídrico ficaram como possível método de preparo de amostras para tintas anti-incrustante, as outras soluções utilizadas não foram capazes de gerar soluções homogêneas das amostra e com metais livre em solução. A solução de abertura mais eficaz, por utilizar menos volume de reagentes e menor tempo de decomposição foi a amostra 1, com um total de 2,5 mL sendo 1,5 de ácido nítrico e 1mL de ácido fluorídrico decompondo uma quantidade de amostra de 50 mg da tinta livre de solventes. Com os estudos iniciais de preparo de amostra podemos verificar que existe a possibilidade de eliminação total da matriz, deixando os analitos livres em solução. Contudo, ainda não foi possível quantificar nenhum elemento, pois temos por objetivo encontrar um preparo de amostra que utilize ácidos mais seguros, uma vez o HF pode danificar partes de alguns equipamentos e também ser um risco ao analista. No entanto, caso não seja possível uma total decomposição da amostra existe a possibilidade da utilização de equipamentos que permitam a introdução de material particulado, como por exemplo, o espectrômetro de absorção atômica com forno de grafite (GF AAS).

Para uma total elucidação da eficácia da amostra ainda há necessidades de estudos futuros, pois o trabalho está em estudos e necessita de melhores otimizações como a variação da massa de amostra, análise de sólidos dissolvidos e acidez, para posteriormente ser validado e então, aplicar para um grupo maior de amostras comerciais.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALVES, E. W.: **Desenvolvimento de métodos analíticos para determinação de metais em tintas anti-incrustantes**. 2015. Tese (Doutorado em Química) – Programa De Pós-Graduação Em Química, Universidade Federal De Pelotas.

BENTLIN, F. R. S.; POZEBON, D.; DEPOSI, F. S. Estudo comparativo de métodos de preparo de amostras de tinta para a determinação de metais e metalóides por técnicas de espectrometria atômica, **Química Nova**, Vol. 32, p.884-890, 2009.

CASTRO, I; WESTPHAL, E; FILLMANN, G; Tintas anti-incrustantes de terceira geração: novos biocidas no ambiente aquático. **Química Nova**, v. 34, p.1021-1031, 2001.

FAZENDA, J. M. R. **Tintas Imobiliárias de Qualidade**: São Paulo: ABRAFATI. 2. ed. São Paulo: Blucher; 2009. 598p.

FAZENDA, J. M. R. **Tintas: ciência e tecnologia**. 4. ed. São Paulo: Blucher; 2009. 1124p

FAZENDA, J. M. R. **Tintas e Vernizes: Ciência e Tecnologia**. São Paulo: Abrafati, 2ª ed, 1995.

GOODWIN T. J. Scale-up Consideration in Sonochemistry. In: MASON, T. J. **Sonochemistry: The Uses of Ultrasound** In: Chemistry. London: Cambridge, 1990b. Cap.11, p. 138-151.

HOLLER, F. J.; SKOOG, D. A.; CROUCH, S. R. **Princípios de Análise Instrumental**, 6ª ed. Bookman, Porto Alegre, 2009.

KRUG, F. J. **Métodos de Preparo de Amostras: Fundamentos sobre preparo de amostras orgânicas e inorgânicas para análise elementar**. Piracicaba: 1ª ed., 340, 2010.

THOMAS, K.V; McHugh, Mathew; WALDOCK, M.; Antifouling paint booster biocides in UK coastal waters: inputs, occurrence and environmental fate, **Science of The Total Environment**, v.293, p.117-127, 2002

VERONA, C. C. **Estudo de impacto da variabilidade de resinas alquídicas nas propriedades das tintas**. 2004. Dissertação (Mestrado Profissionalizante em Engenharia), Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre

YEBRA, D. M.; KIIL, S.; DAM-JOHANSEN, K. Review. Antifouling technology – past, present and future steps towards efficient and environmentally friendly antifouling coatings, **Progress in Organic Coatings**, v.50, p.75-104, 2004.