



Universidade do Minho
Escola de Engenharia

Raquel Maria de Almeida Espírito Santo

**Impacto do processo de dispersão no índice
de qualidade do produto**

Dissertação de Mestrado

Mestrado Integrado em Engenharia Biológica

Trabalho efetuado sob a orientação de

Eugénio M.F. Campos Ferreira

Ana Catarina Oliveira Ferreira

Julho de 2019

DECLARAÇÃO

Nome: Raquel Maria de Almeida Espírito Santo

Título da dissertação: Impacto do processo de dispersão no índice de qualidade do produto

Orientadores: Professor Doutor Eugénio M.F. Campos Ferreira (Universidade do Minho)
Engenheira Ana Catarina Oliveira Ferreira (CIN, Corporação Industrial do Norte)

Ano de conclusão: 2019

Designação do Mestrado: Mestrado Integrado em Engenharia Biológica

DE ACORDO COM A LEGISLAÇÃO EM VIGOR, NÃO É PERMITIDA A REPRODUÇÃO DE QUALQUER PARTE DESTA DISSERTAÇÃO

Universidade do Minho, 15/07/2019

Assinatura:

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar agradeço ao diretor do centro de I&D do grupo CIN pela oportunidade, Eng. João Machado, pela oportunidade de realizar o estágio numa empresa cujo nome é tão conceituado.

À Eng^a. Ana Ferreira, minha orientadora empresarial, um agradecimento muito especial por tudo o que me ensinou durante os 6 meses de estágio, por ter sido incansável comigo e por nunca ter desistido deste que foi o maior projeto da minha vida até então.

Um agradecimento muito especial à Eng^a. Filomena Braga, diretora do departamento dos decorativos, por ter tirado do seu tempo de trabalho para se dedicar ao projeto de uma simples estagiária e por ter feito este projeto chegar a bom porto.

Ao Professor Doutor Eugénio Campos Ferreira, meu orientador da Universidade do Minho, agradeço toda a disponibilidade e interesse sempre que foi necessário.

À FEUP, na pessoa do Professor Doutor Adélio Mendes, pela ajuda e tempo disponibilizado durante a investigação.

Agradeço também à Eng^a. Fernanda Oliveira pela oportunidade concedida e pelo seu entusiasmo tão característico.

A toda a equipa de colaboradores do departamento dos Decorativos, do Centro de I&D, nomeadamente à Mariana, à Florisa, ao Manuel, à Juliana, e um especial à Cristiana e à Sandra por tudo que me ensinaram e por todo o apoio nas horas de maiores dificuldades.

Aos seguranças e porteiros da CIN, nomeadamente o Sr. Alves e o Sr. Marco por terem sido os meus confidentes e me terem dado sempre todo o apoio necessário.

Agradeço também aos meus colegas estagiários, Joana, Miguel e Hugo por terem partilhado comigo toda esta experiência. Muito obrigada, foram os melhores companheiros que podia ter tido.

A todos os Engenheiros e Analistas do centro de I&D que se cruzaram no meu caminho durante estes 6 meses, por toda a simpatia e o apoio demonstrado.

Ao diretor de curso do mestrado Integrado de Engenharia Biológica Eng. João Peixoto, por toda a disponibilidade.

À minha amiga mais querida Sara, por ter sido um pilar durante a minha estadia no Porto, por ter tido a maior paciência possível, por me incentivar e nunca me ter deixado desistir e por estar lá nos bons e maus momentos. Um muito obrigada não chega.

Ao meu namorado Carlos, por toda a paciência que demonstrou ter comigo, por me ter dado a mão em alturas difíceis e por partilhar comigo a finalização desta etapa tão importante para mim. Muito obrigada.

Ao Sr. Ramos e à Rosinha que gentilmente me ofereceram a sua casa durante estes 6 meses e me trataram sempre como filha, por terem sempre uma palavra amiga, por terem sido como pais para mim. Nunca irei ter forma de agradecer.

Finalmente, mas não menos importante, agradeço aos meus pais, Tozé e Dora, que fizeram todo este caminho ser possível, que me tornaram na pessoa que sou hoje, pelo esforço que fizeram e farão sempre para que eu seja feliz e bem-sucedida. Ao meu irmão Bernardo, que é para mim o meu primeiro filho e que nunca irá desistir de me chatear todos os dias. Muito obrigado, do fundo do coração!

RESUMO

Do processo de fabrico de uma tinta fazem parte três etapas: pré-mistura, dispersão e acabamento. O alvo de estudo da presente dissertação é o processo de dispersão. A dispersão de pigmentos sólidos num meio líquido exige que seja realizado trabalho, na forma de energia mecânica para que os aglomerados se separem em partículas primárias. É necessário ainda garantir que estas partículas de pigmento não se voltem a aglomerar e se mantenham em suspensão. O incumprimento de qualquer uma destas premissas terá um impacto real no produto final. Este é o mote do trabalho desenvolvido.

O principal objetivo deste trabalho passa pela análise aprofundada da etapa de dispersão do processo de fabrico de tintas. O foco do estudo passa inteiramente pela dispersão do dióxido de titânio.

Inicialmente começou-se por fabricar uma tinta aquosa lisa de exterior/interior a quatro velocidades periféricas diferentes e também a dois volumes diferentes e posteriormente foram caracterizados e comparados com um padrão de fábrica. Por forma a consolidar resultados, decidiu-se, também fabricar uma tinta aquosa que na sua formulação não houvesse adição de cargas, apenas dióxido de titânio. Esta foi fabricada a três velocidades periféricas diferentes, para três volumes diferentes e desta vez com dois tempos de dispersão distintos. Todos estes fabricos foram caracterizados e comparados com um padrão de fábrica.

Assim, conclui-se que as formulações são robustas o suficiente para ser possível obter uma boa dispersão a várias velocidades periféricas. É, também, possível concluir que processos de dispersão fabricados a elevadas velocidades angulares criam regimes turbulentos que não são ideais ao processo e que desta forma, são formadas taxas de corte bastante elevadas, que têm repercussão na viscosidade final do produto. Por fim, conclui-se que os ensaios laboratoriais (8 m/s com volumes 2 e 5 L) têm reprodutibilidade com os fabricos industriais.

PALAVRAS-CHAVE

Processo de dispersão; Dióxido de Titânio; Tintas aquosas; Velocidade periférica.

ABSTRACT

Three steps are involved in the process of paint manufacturing: pre-mixing, dispersion and finishing. The dispersion process is the aim of this dissertation. The dispersion of solid pigments in a liquid medium requires the use of mechanical energy in order to break the agglomerates into primary particles. Furthermore, it is necessary to ensure that these pigment particles don't re-agglomerate and remain in suspension. Failure to comply with any of these assumptions will have a real impact on the final product. This is the main goal of the work developed.

The main purpose of this work is the in-depth analysis of the stage of dispersion of the paint manufacturing process.

The study focuses entirely on the dispersion of the Titanium Dioxide pigment. Initially, it was made an exterior/interior paint at four different peripheral velocities, for two different volumes, characterized, and compared to a standard from production. In order to consolidate results, it was also decided to make another water borne paint that in its formulation does not contain any fillers, so that, it became possible to study strictly the dispersion of Titanium Dioxide. This was made at three different peripheral velocities, for three different volumes and this time with two different dispersion times too. All these tests were characterized and compared to a standard from production.

Therefore, it is concluded that the formulations are robust enough to be possible to obtain good dispersion results at various peripheral speeds. It is also possible to conclude that dispersion processes that occur at high angular velocities (rpm) creates turbulent regimens which are not ideal to the process and so, high shear rates are created which have repercussions on the final viscosity of the product. Finally, it is concluded that the laboratory tests at 8 m/s of 2 and 5 L are reproducible with what it is done in production.

KEYWORDS

Dispersion Process; Titanium Dioxide; Aqueous Paints; Peripheral Velocities.

ÍNDICE

Agradecimentos	iii
Resumo	v
Abstract.....	vi
Índice de Figuras	xi
Índice de Tabelas.....	xiii
Lista de Abreviaturas, Siglas e Acrónimos.....	xiv
1. Motivação e Enquadramento do Projeto.....	1
1.1 Objetivos do projeto	1
1.2 Apresentação da empresa.....	1
2. Enquadramento Teórico.....	3
2.1 Noções básicas sobre tintas.....	3
2.2 Componentes da tinta.....	3
2.2.1 Pigmentos.....	4
2.2.2 Cargas	4
2.2.3 Ligantes.....	5
2.2.4 Solventes	5
2.2.5 Aditivos.....	6
3. Dispersão de pigmentos.....	9
3.1 Processo de dispersão de pigmentos e cargas.....	10
3.2 Parâmetros que afetam o processo de dispersão	11
3.2.1 Duração do processo de dispersão.....	11
3.2.2 Temperatura	11
3.2.3 Efeito “Doughnut”	11
3.2.4 Correlações geométricas	12
3.2.5 Velocidade periférica	12
3.3 Etapas do processo de dispersão.....	14
3.3.1 Desaglomeração.....	14
3.3.2 Molhagem.....	14

3.3.3	Distribuição das partículas de pigmento.....	15
3.3.4	Estabilização da dispersão.....	15
4.	Controlo de Qualidade	17
4.1	Grau de dispersão	17
4.2	pH	17
4.3	Viscosidade	18
4.4	Massa volúmica.....	19
4.5	Força corante	19
4.6	Opacidade seca	20
4.7	Brancura (Wi) e Amarelecimento (Yi)	20
4.8	Cor	21
4.9	Brilho	21
4.10	Reologia das pastas de dispersão	22
4.11	Rewet.....	23
4.12	Rendimento 98%.....	23
4.13	Distribuição do tamanho de partículas	23
5.	Discussão de Resultados.....	26
5.1	Tinta A.....	26
5.2	Tinta F	31
5.2.1	Caracterização das pastas de dispersão de 25 min.	32
5.2.2	Caracterização das pastas de dispersão de 15min.	33
5.2.3	Análise SEM- Microscopia Eletrónica de Varrimento.	34
5.2.4	Reologia das pastas de dispersão.	36
5.2.5	Velocidades periféricas vs. diâmetro o disco.	38
5.2.6	Caracterização dos produtos finais de 25 minutos de dispersão.....	39
5.2.7	Caracterização dos produtos finais de 15 minutos de dispersão.....	40
5.2.8	Comparação entre os ensaios de 15 e 25 minutos.....	41
6.	Conclusões	43
7.	Desenvolvimentos Futuros	44
8.	Referências Bibliográficas.....	46
I.	Anexo – Imagens do processo de Dispersão	48

1.1.	Imagens do processo de dispersão da Tinta A	48
1.2.	Imagens do processo de dispersão da Tinta F	49
1.2.1.	Ensaio de 25 minutos.....	49
1.2.2.	Ensaio de 15 minutos.....	51
II.	Anexo – Rewet	53

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Componentes da tinta.....	3
Figura 2. Esquema das etapas de produção de tinta.	7
Figura 3. Exemplo de uma distribuição de partículas com tamanho e forma não homogénea [10].	9
Figura 4. Exemplo de um dispersor [13] e de um disco e veio [14], respetivamente.	10
Figura 5. “Vórtex” criado pela rotação do disco, na cuba de dispersão [16].	11
Figura 6. Modelo de dimensionamento da geometria da cuba em relação ao diâmetro do disco.....	12
Figura 7. Régua de moagem tipo Hegman [20].	17
Figura 8. Viscosímetro ICI [21], Stormer [22] e Brookfield [23], respetivamente.	19
Figura 9. Sistema de Eixos de Cor de CIElab.	21
Figura 10. Medidor de Brilho ou Reflectómetro [27]	22
Figura 11. Reómetro [29].....	23
Figura 12. Contador Coulter da FEUP.....	24
Figura 13. Equipamento SEM da FEUP.	25
Figura 14. Velocidades selecionadas.....	26
Figura 15. Esquema de “scale up”.....	26
Figura 16. Teste oscilatório. Reologia das pastas de dispersão para um volume de 2 L. 8 m/s (vermelho), 14m/s (verde), 24 m/s (azul), 26 m/s (preto).	28
Figura 17. Teste rotacional. Reologia das pastas de dispersão para um volume de 5 L. 8 m/s (vermelho), 14m/s (verde) , 24 m/s (azul), 26 m/s (preto).	28
Figura 18. Variação da Viscosidade Stormer com o aumento da velocidade periférica para os ensaios de 2 e 5 L.	30
Figura 19. Evolução da viscosidade cone e prato com o aumento da velocidade periférica para os dois volumes de ensaios (2 e 5 L).	30
Figura 20. Relação entre a opacidade seca e velocidade periférica para dois volumes (2 L e 5 L).....	30
Figura 21. Relação entre a opacidade húmida e a velocidade periférica para dois volumes (2 e 5 L).	31

Figura 22. Esquema dos ensaios da Tinta F realizados.	31
Figura 23. Modelo “Scale up”.	32
Figura 24. Imagens de análise SEM das pastas de dispersão.	34
Figura 25. Comparação entre imagens SEM de pasta de dispersão e produto finalizado.	35
Figura 26. Exemplo de Análise EDS.	35
Figura 27. Reologias das pastas de dispersão de 25 minutos de 2 L.	36
Figura 28. Reologias das pastas de dispersão de 25 minutos de 5 L.	36
Figura 29. Reologias das pastas de dispersão de 15 minutos de 2 L.	37
Figura 30. Reologias das pastas de dispersão de 15 minutos de 5 L.	37
Figura 31. Velocidade periférica vs. Diâmetro do disco para cada tanque de fabrico existente.	39
Figura 32. Diferenças de opacidade seca 25 vs. 15 minutos.	41
Figura 33. Diferença de opacidade húmida 25 vs. 15 minutos.	42
Figura 34. Exemplo de modelação do processo de dispersão, com simulador CFD, ANSYS [32].	44
Figura Anexo 1. Ensaio A.2 - 8 m/s, 2 L (esquerda); Ensaio ASU.2 – 8 m/s, 5 L (direita).	48
Figura Anexo 2. Ensaio A.3 – 13 m/s, 2 L(esquerda); Ensaio ASU.3 – 13 m/s, 5 L (direita).	48
Figura Anexo 3. Ensaio A.4 – 24 m/s, 2 L (esquerda); Ensaio ASU.4 – 24 m/s, 5 L (direita).....	49
Figura Anexo 4. Ensaio A.5 – 26 m/s, 2 L (esquerda); Ensaio ASU.5 26 m/s, 5 L (direita).	49
Figura Anexo 5. Ensaio F.3 – 8 m/s, 2 L (esquerda); Ensaio FSU.3 – 8 m/s, 5 L (direita).	50
Figura Anexo 6. Ensaio F.4 – 24 m/s, 2 L (esquerda); Ensaio FSU.4 – 24 m/s, 5 L (direita).....	50
Figura Anexo 7. Ensaio F.6 – 26 m/s, 2 L (esquerda); Ensaio FSU.6 – 26 m/s, 5 L (direita).....	51
Figura Anexo 8. Ensaio F.1 – 8 m/s, 2 L (esquerda); Ensaio FSU.1 – 8 m/s, 5 L (direita).	51
Figura Anexo 9. Ensaio F.2 – 24 m/s, 2 L (esquerda); Ensaio FSU.2 – 24 m/s, 5 L (direita).....	52
Figura Anexo 10. Ensaio F.5 – 26 m/s, 2 L (esquerda); Ensaio FSU.5 – 26 m/s, 5 L (direita)....	52

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1. Velocidades periféricas para um disco com diâmetro de 0,05 m, 0,07 m e 0,1 m. .13	
Tabela 2. Tabela de resultados da caracterização das pastas de dispersão.27	
Tabela 3. Graus de dispersão ao longo do processo de fabrico.28	
Tabela 4. Resultados da caracterização dos ensaios A.29	
Tabela 5. Caracterização das pastas de dispersão dos ensaios de 25 min de dispersão.....33	
Tabela 6. Grau de Moagem dos ensaios de 15 minutos de dispersão.33	
Tabela 7. Velocidade periférica vs. Diâmetro do disco para cada tanque de fabrico existente.38	
Tabela 8. Caracterização dos produtos finais de 25 minutos de dispersão.39	
Tabela 9. Caracterização dos produtos finalizados de 15 minutos de dispersão.....40	
Tabela Anexo 1. Ensaio Rewet.53	

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E ACRÓNIMOS.

Variáveis e constantes

RC	Razão de contraste	%
dE CIElab	Diferença de Cor	
Mog	Grau de Moagem	Hegman
RPM	Rotações Por Minuto	min ⁻¹
UB	Unidades de Brilho	
UK	Unidades de Krebs	
P		Poise
Pa		Pascal
V _b	Viscosidade Brookfield	P
V _{ICI}	Viscosidade ICI	Pa s
V _s	Viscosidade Stormer	UK
Wi	Índice de Brancura	%
Yi	Índice de Amarelecimento	%
Tg	Temperatura de transição vítrea	°C

Siglas

CIN	Corporação Industrial do Norte, S.A.
EN	European Standard
FEUP	Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto
I&D	Investigação e Desenvolvimento
ISO	International Standards Organization
NP	Norma Portuguesa

1. MOTIVAÇÃO E ENQUADRAMENTO DO PROJETO

A dispersão de pigmentos sólidos num meio líquido exige que seja realizado trabalho, na forma de energia mecânica para que os aglomerados se separem em partículas primárias. Para além disso é necessário garantir que estas partículas de pigmento não se voltem a aglomerar e se mantenham em suspensão. Garantir que todas estas premissas sejam verdadeiras é extremamente importante, uma vez que o não cumprimento terá um impacto real no produto final. Este será o mote do trabalho desenvolvido ao longo da dissertação, por forma a estudar esta fase do processo, garantindo que a qualidade do produto não é comprometida.

1.1 Objetivos do projeto

O principal objetivo da presente dissertação passa pela análise aprofundada da etapa de dispersão do processo de fabrico de tintas aquosas. Numa primeira fase, o objetivo será estudar o desempenho da dispersão fazendo variar diversos parâmetros que influenciam o processo. Posteriormente, pretende-se quantificar o impacto que as referidas variações têm no índice de qualidade do produto.

1.2 Apresentação da empresa

A empresa onde se integra o projeto é a CIN- Corporação Industrial do Norte, SA., sediada na Maia, Portugal. A fábrica principal de tintas líquidas, assim como o centro de investigação e desenvolvimento e o centro de distribuição estão também, aí localizadas. Os principais sectores de atividades onde esta empresa atua são os da construção civil, com uma percentagem que ronda os 52% no volume de negócios da empresa, proteção anticorrosiva, com um peso de cerca de 37% e o sector da indústria que corresponde a 11% do volume total de negócio da empresa [1].

A CIN dedica-se exclusivamente ao negócio de tintas e vernizes. Apresenta-se como a maior empresa Ibérica do sector e a 18.^a da Europa, com mais de 280000 horas dedicadas, por ano, à investigação e desenvolvimento, com uma área produtiva de 150000 m² que se traduzem em 135000 toneladas de capacidade produtiva. É considerada, desta forma, uma referência no campo da investigação, liderando desde sempre a criação de novas tendências

para o mercado Ibérico e para os restantes mercados onde está presente (França, Espanha, Angola e Moçambique) [1].

A empresa teve início em 1917 como Companhia Industrial do Norte e, só mais tarde, em 1926 é constituída a CIN - Corporação Industrial do Norte [2]. Hoje, conta já com mais de 100 anos de experiencia, 25 dos quais se apresenta como líder de mercado, com mais de 1400 colaboradores e 140 técnicos de I&D. Em 2017 obteve um volume de negócios global que ronda 232 milhões de euros [1].

2. ENQUADRAMENTO TEÓRICO

2.1 Noções básicas sobre tintas

Na sociedade atual, cada vez mais urge a necessidade de valorização dos bens materiais adquiridos. As tintas surgem, assim, como uma forma simples de colmatar essa necessidade. Entre outros aspetos, estas conferem aspeto decorativo, bem como de proteção e podem também ajudar a aumentar a longevidade das estruturas de habitações, edifícios, monumentos, pontes, entre outros.

De acordo com a norma NP 4618 - 2014 uma tinta é definida como uma composição pigmentada líquida, pastosa ou sólida que quando aplicada em camada fina (filme) numa superfície, forma uma película sólida, corada e opaca. A composição da tinta define as propriedades da mesma e podem ser caracterizadas através da análise de certos parâmetros de caracterização, tais como a viscosidade, a densidade, o pH, o tempo de secagem, entre outras [3].

2.2 Componentes da tinta

Duas fases integram, tipicamente, a constituição de uma tinta, são elas a fase contínua e fase dispersa. Da primeira fazem parte os solventes, os aditivos e os diluentes. Da fase dispersa fazem parte os pigmentos, as cargas, o veículo fixo e os aditivos. Estas duas fases não funcionam separadamente, havendo por isso uma interdependência entre elas: reagem fisicamente e quimicamente entre si.

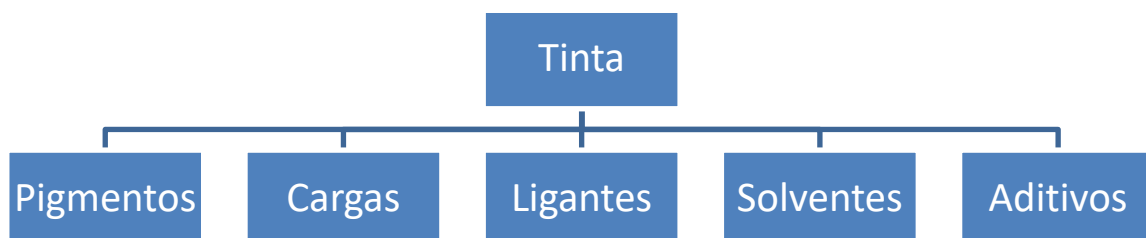


Figura 1. Componentes da tinta.

2.2.1 Pigmentos

Os pigmentos são sólidos bastante finos e, normalmente insolúveis no veículo da tinta. São responsáveis pela coloração da tinta e conferem opacidade à mesma, devido às suas propriedades óticas. As características dos pigmentos estão intimamente relacionadas com a absorção e difração da luz visível. A absorção de um determinado comprimento de onda no espectro da luz visível corresponde à capacidade de um pigmento conferir uma tonalidade à tinta onde foi incorporado, enquanto o fenômeno de difração de luz visível confere à tinta a capacidade de esta se tornar mais ou menos opaca. Sumariamente, a cor de um pigmento é influenciada pela sua estrutura química e a opacidade é influenciada pelo índice de refração da luz. A cor, bem como a opacidade dos materiais que compõem a tinta é descrita na teoria de *Kubelka-Munk* (1931). Sumariamente, existe uma dependência linear entre o coeficiente de absorção, que se traduz na cor do pigmento e a difração da luz [4].

No entanto, a teoria de *Kubelka-Munk* apresenta algumas limitações, pois considera apenas que a luz incidida é monocromática, e que todas as partículas da película de tinta estão aleatoriamente orientadas e igualmente dispersas pelo suporte considerado.

Os pigmentos contribuem também para a proteção anticorrosiva, resistência à intempérie, brilho e impermeabilidade. Os pigmentos podem ser classificados como naturais ou sintéticos, conforme sejam sintetizados em laboratório ou diretamente extraídos da natureza, e quimicamente como orgânicos e inorgânicos, sendo os primeiros derivados de matéria biológica e os outros são derivados de metais como ferro e titânio. A grande diferença prende-se na cor e brilho. Pigmentos orgânicos possuem cores mais vivas e mais brilhantes, no entanto falham no que diz respeito à opacidade, resistência à luz, estabilidade térmica, entre outros. O pigmento mais usado é o dióxido de titânio (TiO_2), que confere cor branca [5,6].

Mais a frente, no decorrer desta dissertação, será aprofundado o conceito de força corante, que está relacionado com os pigmentos utilizados nas formulações de tintas e com a eficácia da sua dispersão no meio.

2.2.2 Cargas

As cargas são minerais com determinada brancura e granulometria. Muitas vezes, são também designadas como pigmentos auxiliares pois conferem brancura, e opacidade, e

permitem diminuir o teor em pigmentos, e dessa forma reduzir o custo, quer em peso, quer em volume, da formulação. Distinguem-se dos pigmentos pois têm índices de refração inferiores, assim como, inferior poder de cobertura. Algumas características, como o brilho, resistência à abrasão, permeabilidade da película de tinta, resistência química, sedimentação, viscosidade, cor e distribuição do tamanho de partículas são influenciadas por estas. Os tipos de cargas mais usadas são o carbonato de cálcio, dolomite, barita, talco, caulino, sílica, mica e diatomite [5,6].

2.2.3 Ligantes

Também denominados de veículo fixo, são, geralmente resinas ou misturas de resinas que são responsáveis pela formação de película sólida seca e contínua e pela ligação das cargas e pigmentos, garantindo, desta forma, a coesão da tinta. O ligante é um componente determinante no fabrico de tintas, pois confere propriedades mecânicas como elasticidade, resistência à alcalinidade, à intempérie, à radiação ultravioleta, confere brilho, aderência ao substrato, e resistência ao “*blocking*” [5,6].

2.2.4 Solventes

Líquidos voláteis capazes de dissolver o veículo fixo da tinta. Podem mudar propriedades físico-químicas da tinta como viscosidade, tempo de secagem e de aplicação [5,6].

É importante considerar a evaporação dos solventes de uma tinta, uma vez que uma evaporação inadequada dos solventes de uma formulação pode comprometer determinadas propriedades de aplicação, dificultando a mesma, ou ainda comprometer as características finais expectáveis da película de tinta quando seca. Para além da má aplicabilidade, pode ficar comprometida a dureza da película de tinta e daí resultar um espalhamento deficiente e uma pior proteção do substrato. Se a secagem for demasiado rápida, a película de tinta pode não ficar bem nivelada e a sua adesão ao suporte pode ficar comprometida. Pelo contrário, se a secagem for demasiado lenta, podem ocorrer escorridos, ou eventualmente não ter a película totalmente seca para aplicação das demãos seguintes.

De uma forma geral, os solventes devem evaporar relativamente rápido numa fase inicial por forma a controlar a sua fluidez, e em fases posteriores essa evaporação deverá ser mais lenta, para que a adesão ao substrato e o nivelamento sejam ótimos.

2.2.5 Aditivos

Os aditivos são designados pela função que desempenham na tinta e não pela sua natureza química ou aspeto físico. Os mais importantes e cuja função é significativamente relevante no fabrico de tintas de base aquosa são:

- a. Molhantes: diminuem a tensão superficial das partículas solidas na fase líquida.
- b. Dispersantes: melhoram a estabilidade da tinta, mantendo as partículas de pigmento dispersas, evitando que estas se voltem a aglomerar devido às energias de atração existentes entre si, e evitando sedimentação.
- c. Agentes anti-espuma: eliminam a incorporação de ar e conseqüentemente a formação de micro e macro espuma durante o fabrico e aplicação do produto.
- d. Agentes reológicos: também denominados de espessantes, proporcionam a viscosidade adequada para a dispersão e moagem dos pigmentos através de uma combinação de mecanismos. Os espessantes podem ser divididos, quanto à sua natureza, em orgânicos e inorgânicos, sendo que os primeiros são mais diversificados. Estes podem ainda ser divididos em celulósicos e sintéticos, e subdividem-se ainda em associativos e não-associativos de acordo com a sua estrutura. Os espessantes celulósicos mais comuns são a carboximetilcelulose (CMC), carboximetilhidroxietilcelulose (CMHEC), hidroxietilcelulose (HEC), etilhidroxietilcelulose (EHEC), metilcelulose (MC), metilhidroxietilcelulose (MHEC), hidroxipropilcelulose (HPC), hidroxipropilmetilcelulose (HPMC), metilhidroxipropilcelulose (MHPC). Espessantes não-associativos possuem cadeias solúveis, de elevados pesos moleculares e com estruturas hidrofílicas. O aumento da viscosidade acontece com o aumento de pH, que promove a hidratação da cadeia do espessante. Desta forma, são geradas forças repulsivas que promovem o espessamento da tinta. Por sua vez, espessantes associativos possuem grupos hidrofóbicos terminais e laterais que promovem a ligação entre si formando-se, desta forma, redes tridimensionais que aumenta a viscosidade do meio [7].

- e. Coalescentes: são usados para diminuir a temperatura de transição vítrea (T_g) do polímero da resina, permitindo a formação de película em tintas de base aquosa. Existem quatro principais mecanismos de formação de película, sendo eles a evaporação de solventes, a coalescência, a polimerização oxidativa e a reação de polimerização. São solventes orgânicos que funcionam como agentes coalescentes para reduzir a temperatura mínima de formação de película, formando um filme uniforme e coeso.
- f. Biocidas ou Conservantes: têm como finalidade impedir a decomposição dos produtos por ataque de fungos, bactérias ou algas.

Depois de brevemente abordados os principais constituintes de uma tinta e qual o seu contributo para o produto final, considera-se então o processo de fabrico da tinta. Deste processo fazem parte três etapas essenciais: a pré-mistura, a dispersão ou moagem e o acabamento. Na Figura 2 estão esquematizadas todas as etapas de produção de tinta:



Figura 2. Esquema das etapas de produção de tinta.

De todas as etapas supracitadas, a dispersão ou moagem aparece como a mais importante para o trabalho a desenvolver ao longo desta dissertação, dado que é nesta fase que são dispersos os pigmentos. Estes são, muitas vezes, insolúveis tanto em água como noutro tipo de solventes e, dessa forma, criam aglomerados que precisam de ser desaglomerados para que a tinta possua um aspeto liso, cor uniforme e boa opacidade.

3. DISPERSÃO DE PIGMENTOS

Depois da pré-mistura dos componentes líquidos, ocorre a integração dos componentes sólidos da tinta. É nesta altura que os pigmentos são incorporados na mistura líquida. Estes são normalmente fornecidos em forma de pó, que possui grânulos, que nada mais são, que aglomerados de partículas primárias de pigmento que em contacto com o solvente não se dissolvem. Como tal, é necessário dispersar estes aglomerados, por forma a que as partículas de pigmento se distribuam de forma homogénea na tinta [8]. Uma dispersão trata-se, então, de um sistema polidisperso (Figura 3), onde as partículas, dispersas no meio líquido, apresentam tamanhos e formas não uniformes [9]. Durante esta etapa promove-se, então, a desagregação de aglomerados de pigmento. Aumentar a área específica da partícula, diminuindo o tamanho dos aglomerados é, particularmente importante, dado que, este aspeto está intimamente relacionado com características como a tonalidade, poder de cobertura e força corante do pigmento. Obter uma dispersão ótima garante, conseqüentemente, uma melhoria de tonalidade, poder de cobertura e força corante, pois tiramos um maior partido do poder tintorial do pigmento, refletindo-se num maior desenvolvimento da cor. As dispersões são sistemas complexos que requerem uma variedade de equipamentos e ferramentas para as conseguir descrever.

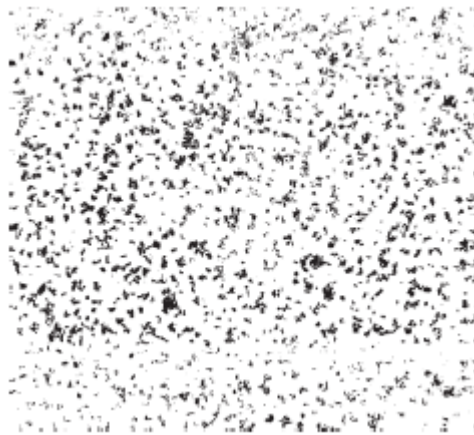


Figura 3. Exemplo de uma distribuição de partículas com tamanho e forma não homogénea [10].

3.1 Processo de dispersão de pigmentos e cargas

O processo de dispersão refere-se aos mecanismos químicos e físicos que decorrem durante a fase de dispersão, começando pela incorporação dos pigmentos no líquido até ao momento no qual a dispersão está pronta [9]. Em termos práticos, o processo de dispersão refere-se à distribuição dos pigmentos e cargas ao longo do meio líquido contínuo, em que simultaneamente dá-se a redução do tamanho dos aglomerados de partícula. Pretende-se que a diminuição dos aglomerados de partículas seja o maior possível, pois isso aumentará a qualidade da dispersão e o desempenho dos pigmentos e cargas.

Dispersões que tenham uma distribuição de tamanho de partículas mais uniforme e com menor tamanho médio de partícula, apresentam, por um lado, maior força corante e brilho, mas, por outro lado, menor opacidade, variações de cor, menor resistência à exposição solar [11].

Os dispersores são o equipamento mais usado neste processo. Estes possuem um disco dentado horizontal, preso a um veio que roda a alta velocidade, que é introduzido numa cuba munida de camisa de arrefecimento (Figura 4). A este conjunto é chamado rotor. Os dentes do disco estão dobrados para cima e para baixo, alternadamente e ligeiramente inclinados na direção da rotação, por forma a que o líquido se mova em torno do eixo e tangencialmente para fora (disco “Cowles”). A inclinação dos dentes do disco pode ir de 11° a 30° [12]. O dispersor usado neste trabalho foi um DISPERMAT CN20.

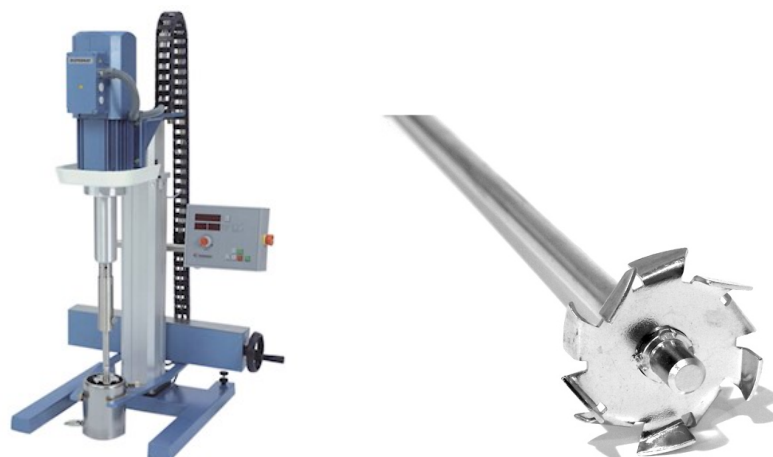


Figura 4. Exemplo de um dispersor [13] e de um disco e veio [14], respetivamente.

3.2 Parâmetros que afetam o processo de dispersão

3.2.1 Duração do processo de dispersão

Uma pasta de dispersão, a velocidades suficientemente altas, está dispersa na totalidade dentro de um curto intervalo de tempo, que pode normalmente variar entre 15 a 25 minutos [15].

3.2.2 Temperatura

Durante o processo de dispersão, e devido ao uso de altas velocidades, a energia mecânica transferida para a pasta de dispersão, aumenta a sua temperatura. Elevadas temperaturas da pasta de dispersão podem ser prejudiciais. Desta forma, as cubas utilizadas durante este processo devem estar munidas de camisas de arrefecimento que garantam que a temperatura se mantenha constante ao longo de todo o processo [15].

3.2.3 Efeito “Doughnut”

Garantir que a pasta de dispersão descreva uma trajetória em torno do disco de acordo com efeito “doughnut” é muito importante, uma vez que este garante que a potência mecânica máxima está a ser transferida para a pasta de dispersão, e que esta está a ser agitada de tal forma que todos os aglomerados de partículas passam pelo disco.

Este efeito desenvolve-se quando a pasta de dispersão descreve trajetórias circulares para o interior da cuba, acima e abaixo do disco, tal como se pode observar na Figura 5 [15].

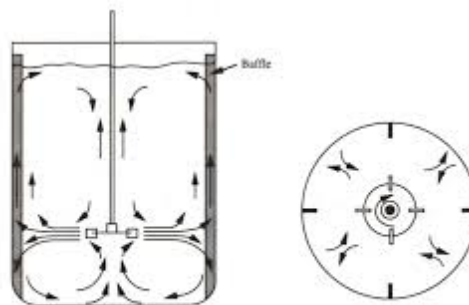


Figura 5. “Vórtex” criado pela rotação do disco, na cuba de dispersão [16].

O efeito “doughnut” é grandemente influenciado pela reologia da pasta de dispersão e pelo volume desta na cuba.

3.2.4 Correlações geométricas

Para garantir os melhores resultados do processo de dispersão é necessário que a geometria da cuba, o diâmetro do disco e a distância deste à base da cuba se relacionem. Existem, portanto, configurações e dimensões típicas para que este requisito seja cumprido. Considerando “D” o diâmetro do disco, o dimensionamento deste, bem como a posição (altura) que esta deve tomar encontram-se esquematizados na Figura 6 [12,17].

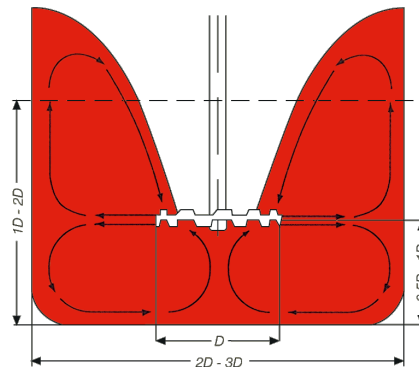


Figura 6. Modelo de dimensionamento da geometria da cuba em relação ao diâmetro do disco.

3.2.5 Velocidade periférica

A velocidade periférica do disco é outro fator determinante para uma dispersão eficaz, uma vez que a ação dispersante do disco se baseia em forças de corte. Deste modo, é necessário atingir velocidades suficientemente altas para que seja possível dispersar o pigmento. No entanto, é importante salientar que velocidades periféricas demasiado altas podem prejudicar a eficácia da dispersão, como se verificará mais à frente. A velocidade periférica indicada nos modos operatórios da unidade fabril para efetuar a dispersão varia entre 18 m a 23 m/s. Esta pode ser calculada a partir do diâmetro do disco e da velocidade angular (número de rotações por minuto) usando a seguinte expressão:

Equação 1. Velocidade periférica.

$$V = \frac{\pi \times n \times D}{60}$$

em que:

V - Velocidade periférica (m/s)

n - Velocidade angular (rpm)

D - Diâmetro do disco (m)

A tabela seguinte mostra a variação da velocidade periférica com a variação do diâmetro do disco e com a variação da velocidade angular:

Tabela 1. Velocidades periféricas para um disco com diâmetro de 0,05 m, 0,07 m e 0,1 m.

Velocidade angular (rpm)	Diâmetro (m)		
	0,05	0,07	0,1
500	1,31	1,83	2,62
1000	2,62	3,67	5,24
1500	3,93	5,50	7,85
2000	5,24	7,33	10,47
2500	6,54	9,16	13,09
3000	7,85	11,00	15,71
3500	9,16	12,83	18,33
4000	10,47	14,66	20,94
4500	11,78	16,49	23,56
5000	13,09	18,33	26,18
5500	14,40	20,16	
6000	15,71	21,99	
6500	17,02	23,82	
7000	18,33	25,66	
7500	19,63		
8000	20,94		
8500	22,25		
9000	23,56		
9500	24,87		
10000	26,18		

De acordo com a velocidade periférica, o fluxo pode ser laminar ou turbulento. Se a força de corte do escoamento for suficientemente baixa, o líquido escoar em camadas sobre si mesmo, descrevendo um fluxo laminar. Se, por outro lado, as forças de corte aumentarem, é atingido um ponto crítico onde o movimento se torna caótico, descrevendo um fluxo turbulento. Poderia deduzir-se que este seria o fluxo mais indicado para uma dispersão eficaz, no entanto, durante a turbulência formam-se bolsas de material que não dispersam e é incorporado muito ar, o que é indesejado. Desta forma, o fluxo laminar garante uma dispersão mais eficaz. É importante também referir que a viscosidade é outro fator a ter em atenção aquando de uma dispersão, uma vez que pastas de moagem com elevada viscosidade promovem um escoamento laminar.

3.3 Etapas do processo de dispersão

O processo de dispersão de pigmentos deve promover, simultaneamente, as quatro fases que a constitui, sendo estas denominadas por desaglomeração, molhagem, distribuição e estabilização das partículas.

3.3.1 Desaglomeração

A desaglomeração, como o próprio nome indica, é o processo de fragmentação dos aglomerados de pigmento, e traduz-se na redução de tamanhos de partícula. Existem diversas formas que concretizam este processo, sendo a dispersão e moagem em meio líquido as mais usadas [9].

3.3.2 Molhagem

Nesta fase, a superfície das partículas de pigmento é molhada pelo meio líquido da dispersão. Esta etapa revela-se de extrema importância, uma vez que as partículas de pigmento secas se encontram sob a forma de aglomerados, devido as forças de atração de *Van-der-Walls*. A molhagem permite, reduzir a força necessária para desagregar estes aglomerados, devido à diminuição da tensão superficial das partículas no meio líquido. Nesta fase são comumente usados aditivos molhantes que aumentam a afinidade das partículas com o meio líquido e facilitam a penetração destas no líquido. A molhagem total implica um

desarejamento das partículas de pigmento e manifesta-se com uma ligeira espuma na superfície da dispersão [9][12].

3.3.3 *Distribuição das partículas de pigmento*

A distribuição do tamanho de partículas em todo o volume depende da escolha do equipamento e do modo de operação. A energia debitada para a dispersão por unidade de tempo, o tempo de operação e a pressão, são parâmetros que quando otimizados, melhoram a distribuição do tamanho de partícula, isto é, uma maior uniformidade de tamanho e melhor distribuição [9].

3.3.4 *Estabilização da dispersão*

No final da dispersão, o sistema é altamente instável, uma vez que a fase sólida e a fase líquida tendem a separar-se. Desta forma, é imperativo garantir a estabilidade do sistema, de modo a preservar o estado de distribuição das partículas. A estabilidade de uma dispersão pode ser expressa como a capacidade de manter o número de partículas por unidade de volume de dispersão constante ao longo do tempo. Como tal, é necessário encontrar mecanismos capazes de impedir os fenómenos de floculação e posterior sedimentação. A floculação é um fenómeno que decorre de forças atrativas de *Van-der-Waals* entre as partículas. Para estabilizar um sistema em relação à floculação, são necessárias forças de repulsão entre partículas que contrariem as anteriores. Os aditivos dispersantes são usados para este efeito. Estes adsorvem à superfície das partículas de pigmento, conferindo forças de repulsão necessárias para impedir a floculação. Na prática, isto ocorre através de repulsão electrostática. Partículas sólidas dispersas em meio líquido possuem carga negativa. Os aditivos podem influenciar significativamente a carga da superfície da partícula do pigmento e suprimir a floculação pela geração de forças repulsivas, como referido anteriormente. Este método é conhecido como estabilização electrostática, e é usada maioritariamente em sistemas aquosos, uma vez que, somente aí podem ser geradas cargas suficientemente fortes. Um outro método utilizado na estabilização destes sistemas é a estabilização estérica, que decorre de um potencial de repulsão desenvolvido em tintas adsorvidas de polímero. Neste método de estabilização, o aditivo usado é um polímero de cadeia longa que adsorve à superfície da partícula de pigmento. São estas mesmas cadeias longas de polímero que fazem

a estabilização do sistema de dispersão, uma vez que mantêm as partículas de pigmento afastadas umas das outras. Este tipo de estabilização é usado em produtos que possuem cadeias de polímeros compatíveis [15,18].

4. CONTROLO DE QUALIDADE

O estado de fraturamento dos aglomerados durante a dispersão é uma variável importante que deve ser estudada. Para tal, é necessário que o grau de dispersão seja colocado numa base mensurável que pode ser conseguida através do estudo das propriedades da tinta. Ao longo deste subcapítulo irão ser abordados diversos métodos que permitem avaliar a distribuição do tamanho de partícula [12].

4.1 Grau de dispersão

A medição do grau de dispersão usando a régua de moagem tipo Hegman é comumente usada para determinar o grau de dispersão por ser um processo rápido e simples. De acordo com a norma portuguesa EN ISO 1524, o grau de dispersão é a medida obtida numa régua de moagem padrão, indicando a profundidade do sulco da régua em que são imediatamente discerníveis partículas sólidas do produto. O grau de dispersão é uma característica que avalia o nível de desagregação do pigmento.

A régua de moagem consiste num bloco de aço inoxidável, que possui na sua superfície plana e polida um sulco cuja profundidade varia ao longo do comprimento (Figura 7). A régua apresenta escalas de profundidade graduadas em micrómetros (μm) em um dos lados e em *Hegman* no outro lado. [19]

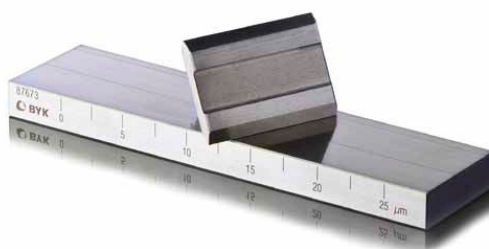


Figura 7. Régua de moagem tipo Hegman [20].

Os valores aceitáveis para esta grandeza dependem fundamentalmente da finalidade da tinta em ensaio e podem variar, normalmente, entre 2-6 *Hegman* para tintas decorativas.[19]

4.2 pH

De acordo com uma norma interna a determinação do pH baseia-se na medida da diferença de potencial entre um elétrodo de vidro e um elétrodo referência (geralmente

combinados em um só). Esta diferença de potencial é expressa diretamente em unidades de pH.

O pH é uma característica que se revela muito importante nos produtos de base aquosa, pois tem uma influência determinante na viscosidade do produto e na sua estabilidade [19].

4.3 Viscosidade

A medição da viscosidade é a forma de quantificar a resistência interna que o fluido oferece ao escoamento, de tal forma que, quanto maior a viscosidade de um fluido, mais lento é o seu fluxo. Esta pode variar consoante a temperatura, e assim, será menor com o aumento da temperatura. Fluidos que mantêm a viscosidade com a agitação dizem-se newtonianos. Líquidos dizem-se, então, newtonianos quando a sua viscosidade é independente da velocidade de corte. É importante salientar que se a relação entre a viscosidade e velocidade de corte não for constante o líquido é não-newtoniano. As tintas são um exemplo de fluidos não newtonianos, pois de uma forma geral, a sua viscosidade diminui com o aumento da força de corte imprimida ao fluido, designando-se por líquidos pseuplásticos.

Os viscosímetros são os instrumentos usados para a medição da viscosidade de acordo com a norma portuguesa NP 234. Destacam-se dois tipos de viscosímetros: viscosímetros de fluxo ou escoamento e viscosímetros rotacionais. Os primeiros usam-se na determinação de viscosidade de fluidos newtonianos e exprimem-se em segundos. Já os viscosímetros rotacionais fazem uso do movimento rotacional a velocidade constante para a aferição da viscosidade. A viscosidade é determinada em Unidades de Krebs (UK), Pascal (Pa) ou em Poise (P). Usam-se tanto em líquidos newtonianos como em pseudoplásticos. Os mais utilizados são os de tipo cone-e-prato (também conhecido por ICI), *Stormer* e *Brookfield* (Figura 8).



Figura 8. Viscosímetro ICI [21], Stormer [22] e Brookfield [23], respetivamente.

Com este tipo de viscosímetros o gradiente de velocidade não é o mesmo para todos os pontos do disco. Assim, para um fluido não-newtoniano, o resultado não é exatamente a "viscosidade a um gradiente de velocidade conhecido" e por isso se designa convencionalmente por viscosidade aparente [19].

No caso da tinta, a viscosidade depende da distribuição do tamanho de partículas do pigmento. Com o aumento do grau de dispersão, a resistência ao fluxo devido a diminuição do tamanho de partículas também diminui e então a viscosidade é menor [12].

4.4 Massa volúmica

A massa volúmica é uma propriedade das substâncias e corresponde à relação massa/volume de uma amostra de um material. Por outras palavras, a massa volúmica corresponde à massa que ocupa um determinado volume. A determinação da massa volúmica está normalizada pela EN ISO 2811 e é expressa em g/cm^3 ou kg/L (SI).

4.5 Força corante

A medição da força corante é uma forma de quantificar a capacidade que uma matéria colorida tem de fazer sobressair a sua própria cor, quando se apresenta misturada com outras cores ou branco, seguindo um método de ensaio já previamente definido.

Para a determinação da força corante é usada uma quantidade de tinta em ensaio, à qual é adicionada um determinado corante, conforme definido na norma interna. O recurso a um espectrofotómetro com o "software" apropriado permite quantificar a força corante,

determinada entre a amostra em ensaio e um padrão previamente definido. É, portanto, uma propriedade ótica, conferida pelo pigmento ou pigmentos utilizados na formulação.

A medição da força corante é particularmente importante no âmbito desta dissertação, pois os sistemas de tintas reproduzidas nos ensaios são sistemas de bases brancas com diferentes percentagens de dióxido de titânio, de forma a conseguir abranger desde as cores mais escuras até às cores mais claras ou pastel. Por serem bases brancas e o pigmento usado ser o dióxido de titânio, será de elevada importância analisar o grau de dispersão e a sua influência na medição da força corante e diferença de cor entre ensaios. É de fazer notar que entre conjuntos de ensaios foram feitas variações de condições operacionais, para conseguir quantificar e qualificar o seu impacto no resultado final da dispersão e de produto acabado [12].

4.6 Opacidade seca

Segundo a norma NP EN ISO 4618, a opacidade é a razão entre a reflectância de uma película de produto de pintura aplicado, sob condições especificadas, numa superfície preta e a reflectância de uma película com a mesma espessura deste produto de pintura aplicado numa superfície branca.

Tal como a força corante e brilho, esta é uma propriedade ótica. Pode-se falar de opacidade seca ou opacidade húmida, conforme se trate, respetivamente, de uma película seca ou húmida.

A opacidade seca pode ser determinada por espectrofotómetro, de acordo com uma norma interna, a partir da leitura da razão de contraste apresentada por películas de tinta branca, secas à temperatura ambiente e aplicadas com uma espessura de película húmida, tanto quanto possível, uniforme, sobre uma carta branca e preta, do tipo Leneta. Estas áreas contrastantes permitem obter tanto uma observação visual, bem como a medição espectrofotométrica da opacidade do filme.

Em suma, a reflectância aumenta com a redução do tamanho de partículas, isto é, a opacidade aumenta com o aumento da dispersão do pigmento [19,24].

4.7 Brancura (W_i) e Amarelecimento (Y_i)

As propriedades de uma superfície branca são representadas pelo índice de brancura e amarelecimento. Estes dois índices relacionam a qualidade de cor branca de uma superfície,

no entanto enquanto o índice de brancura mede o grau de desvio desta ao branco perfeito, no qual toda a luz é refletida. No caso do índice de amarelecimento o desvio é medido em relação à cor amarela. Ambos os índices são propriedades óticas da cor, e são medidos, segundo uma norma interna. Existe uma relação de proporcionalidade inversa entre estes dois índices, isto é, quanto maior o índice de brancura, menor vai ser o índice de amarelecimento [25].

4.8 Cor

A medição da cor é feita segundo uma norma interna, usando um espectrofotómetro. O método de classificação da cor utilizada é a CIElab 1976 que representa um dos sistemas colorimétricos mais usados para a medição da cor. Este sistema faz uso da escala tridimensional sendo que o eixo L^* representa a luminosidade, a^* representa o eixo verde/vermelho e b^* representa o eixo de azul/amarelo, como é visível na Figura 9. Desta forma, todas as cores são representadas através de coordenadas específicas [26].

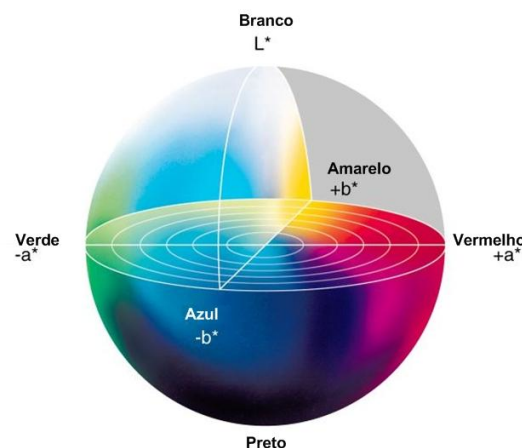


Figura 9. Sistema de Eixos de Cor de CIElab.

4.9 Brilho

O brilho apresenta-se como a propriedade ótica de uma película seca de tinta ou verniz, caracterizada pela capacidade de refletir a luz que sobre ela incide. Quanto maior for a reflexão da luz mais elevado será o brilho da película. A percepção sensorial depende de vários fatores, como o ângulo de observação, a natureza do filme polimérico formado, o índice de refração, entre outros. É determinado pelo grau de rugosidade da superfície da tinta: um

brilho mais elevado é obtido usando pigmentos com tamanho de partículas pequeno, a baixas concentrações, finamente dispersas na formulação. Desta forma o brilho é medido com incidência da luz a três ângulos: 20°, 60° e 85°, que correspondem a mate, satinado e brilhante respectivamente.

O brilho é medido com um reflectómetro ou medidor de brilho (Figura 10), de acordo com a norma portuguesa NP EN ISO 2813 [19],[12].

A medição do brilho é particularmente interessante quando se pretende estudar o grau de dispersão de uma tinta. Tintas com fracas dispersões possuem mais e maiores aglomerados na estrutura da película, o que se traduz em menor brilho.



Figura 10. Medidor de Brilho ou Reflectómetro [27] .

4.10 Reologia das pastas de dispersão

Define-se reologia como sendo a ciência que estuda a deformação e fluxo da matéria. Esta descreve a deformação de um corpo sob a influência de uma certa tensão. As propriedades reológicas de uma tinta são medidas, segundo a norma EN ISO 3219 através de um reómetro (Figura 11). Como supracitado no ponto 4.1.3, a tinta descreve um comportamento pseudoplástico, uma vez que a viscosidade diminui com o aumento da taxa de corte [9,28].



Figura 11. Reómetro [29].

O estudo reológico das pastas de dispersão é importante uma vez que o seu comportamento reológico depende largamente do estado de dispersão dos pigmentos. A análise reológica resulta num gráfico que regista a variação de viscosidade com o aumento da taxa de corte.

4.11 Rewet

Segundo uma norma interna, o método *Rewet* permite quantificar a perda do poder de cobertura depois de aplicado um óleo, em comparação com o poder de cobertura da mesma película de tinta seca.

4.12 Rendimento 98%

O Rendimento 98% é determinado segundo a NP EN ISO 6504-3. Este é um método utilizado para determinar a opacidade de películas de tintas aplicadas com um rendimento específico de 20 m²/L. Permite ainda determinar o rendimento prático de uma tinta até se obter opacidade completa (superior a 98%).

4.13 Distribuição do tamanho de partículas

A medição da distribuição do tamanho de partículas do pigmento permite concluir acerca de uma variedade de propriedades do produto final como a viscosidade, opacidade, força

corante, *etc.* A medição do tamanho de partículas pode ser conseguida através de vários métodos.

O método de Contador Coulter (Figura 12) é, segundo a norma NP EN ISO 13319, um método de determinação da distribuição do tamanho de partículas. O princípio passa pela diluição da solução que posteriormente é colocada num recipiente de vidro que possui um orifício ao qual é aplicado voltagem. Desta forma, à medida que as partículas passam através do orifício, a capacitância altera, formando um pico no voltímetro.



Figura 12. Contador Coulter da FEUP.

A microscopia eletrónica de varrimento (SEM) é outro método que permite avaliar a distribuição do tamanho de partículas. Esta técnica aplica-se a filmes finos e permite determinar a espessura, analisar a microestrutura, identificar defeitos e impurezas, *etc.* Esta técnica permite obter imagens semelhantes às que se podem obter por microscopia ótica de reflexão, mas numa gama de ampliação extraordinariamente superior (desde 80x a 100 000x), com uma profundidade de campo até 30 μm [30].

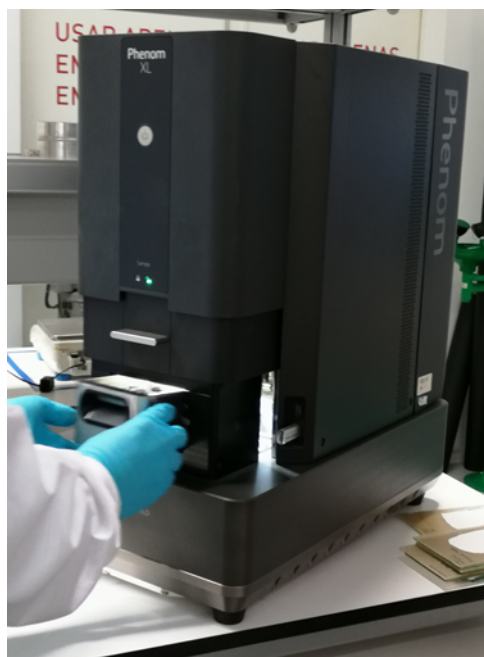


Figura 13. Equipamento SEM da FEUP.

Por último, a medição do tamanho de partículas é possível através de difração laser, método denominado *“light scattering”*. De acordo com a norma ISO 13320 é possível medir partículas com tamanhos entre 0,1-3000 μm . O método assenta no facto de que o ângulo de difração da luz é inversamente proporcional ao tamanho de partícula. Este método pode ser usado em sprays e pós, e é um método não intrusivo e não destrutivo [31].

5. DISCUSSÃO DE RESULTADOS

Este capítulo irá ser subdividido em diversos subcapítulos.

No primeiro subcapítulo serão apresentados e discutidos resultados referentes à variação de velocidades periféricas do processo de dispersão para uma tinta lisa aquosa de exterior/interior para 2 e 5 L.

5.1 Tinta A

Foi fabricada uma tinta aquosa lisa de exterior/ interior, denominada tinta A.

Fizeram-se variar, numa primeira fase, as velocidades periféricas de dispersão de pigmentos e cargas e posteriormente o volume dos fabricos. Entre ensaios do mesmo volume mantiveram-se constante todas as outras variáveis como altura e diâmetro do disco e diâmetro da cuba. Na figura 14 estão representadas as quatro velocidades selecionadas para o fabrico desta tinta e na figura 15 está esquematizado o fabrico da tinta A para 2 L e 5 L.

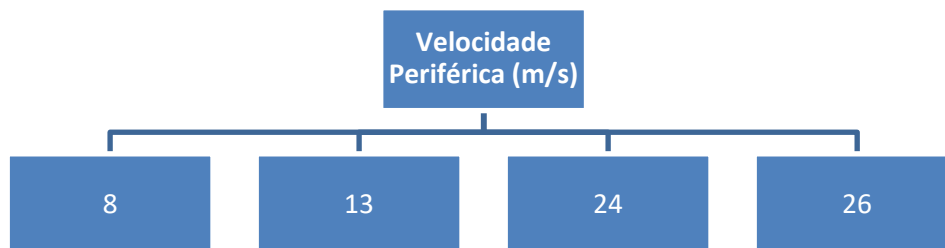


Figura 14. Velocidades selecionadas.

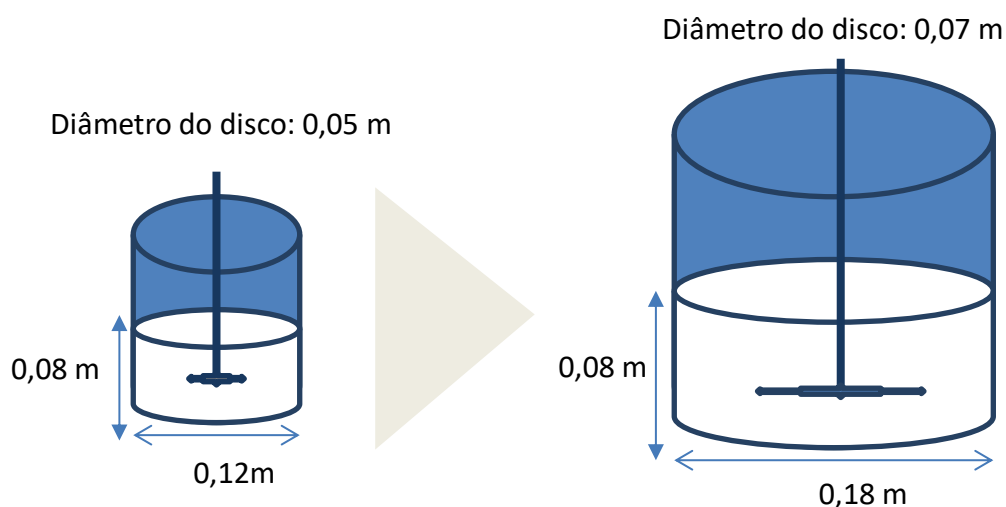


Figura 15. Esquema de "scale up".

Finalizada a reprodução da tinta A, a quatro velocidades diferentes para os dois volumes, caracterizaram-se as oito reproduções como referido no capítulo 3.3 e seguindo as especificações do produto. Para além disso, foi retirada uma amostra da pasta de dispersão de cada ensaio para ser, também, caracterizada.

Na tabela 2 encontram-se descritos os parâmetros avaliados das pastas de dispersão de todos os ensaios.

Tabela 2. Tabela de resultados da caracterização das pastas de dispersão.

Ensaio	Ensaio A.2	Ensaio A.3	Ensaio A.4	Ensaio A.5	Ensaio ASU.2	Ensaio ASU.3	Ensaio ASU.4	Ensaio ASU.5
Velocidade Angular (rpm)	3000	5000	9000	10 000	2150	3600	6500	7200
Velocidade Periférica (m/s)	8	13	24	26	8	13	24	26
Diâmetro do Disco (m)	0,05				0,07			
pH	9,2	9,1	9,0	9,0	9,2	9,2	9,2	9,2
Índice Brancura (%)	87,0	87,4	87,5	87,2	87,7	87,7	87,7	87,7
Opacidade seca (%)	98,5	98,6	98,4	98,5	98,5	98,7	98,7	98,8

Através da análise da tabela 2 é possível verificar que com o aumento de velocidade e, para a mesma velocidade, mas com volumes diferentes, o pH, o índice de brancura e opacidade seca se mantêm relativamente constantes.

Foi também avaliada a reologia das pastas de dispersão, representadas nas figuras 16 e 17. Através da análise destas é possível verificar que todas as pastas descrevem um perfil pseudoplástico sendo que as pastas de dispersão fabricadas a maior velocidade (curvas representadas a azul e preto) descrevem um regime muito mais linear do que as demais.

Foram também avaliados os graus de dispersão em três momentos diferentes, após a introdução de dióxido de titânio, após a introdução das cargas e no final do fabrico. Os resultados estão representados na tabela 3.

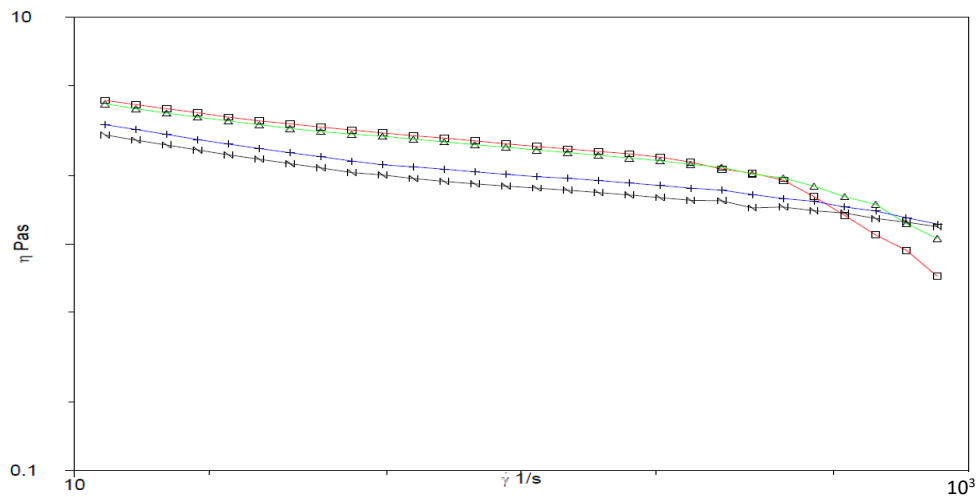


Figura 16. Teste oscilatório. Reologia das pastas de dispersão para um volume de 2 L. 8 m/s (vermelho), 14m/s (verde), 24 m/s (azul), 26 m/s (preto).

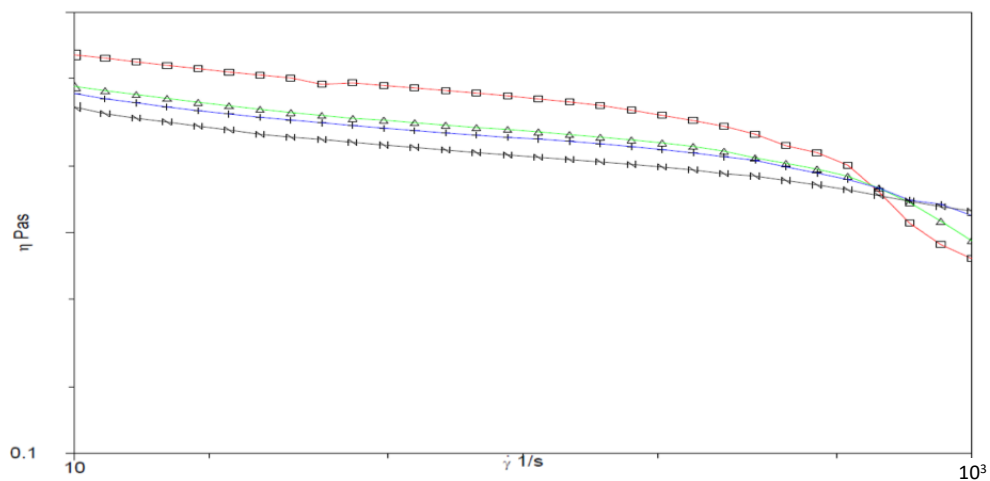


Figura 17. Teste rotacional. Reologia das pastas de dispersão para um volume de 5 L. 8 m/s (vermelho), 14m/s (verde), 24 m/s (azul), 26 m/s (preto).

Tabela 3. Graus de dispersão ao longo do processo de fabrico.

Ensaio	Ensaio A.2	Ensaio A.3	Ensaio A.4	Ensaio A.5	Ensaio ASU.2	Ensaio ASU.3	Ensaio ASU.4	Ensaio ASU.5
Velocidade Angular (rpm)	3000	5000	9000	10 000	2200	3600	6500	7200
Velocidade Periférica (m/s)	8	13	24	26	8	13	24	26
Diâmetro do Disco (m)	0,05				0,07			
Grau de Dispersão após TiO ₂ (Heg)	6	6	6	6	6	6	6	6
Grau de Dispersão após cargas (Heg)	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5

Grau de Dispersão final (Heg)	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5
--------------------------------------	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----

Através da análise da Tabela 3 é possível verificar que não é perceptível a evolução do grau de dispersão da partícula de dióxido de titânio.

Finalmente caracterizaram-se os oito ensaios de acordo com o descrito no capítulo 4. Na tabela 4 estão representados os resultados da caracterização destes.

Tabela 4. Resultados da caracterização dos ensaios A.

Ensaio	Ensaio A.2	Ensaio A.3	Ensaio A.4	Ensaio A.5	Ensaio ASU.2	Ensaio ASU.3	Ensaio ASU.4	Ensaio ASU.5
Velocidade Angular (rpm)	3000	5000	9000	10 000	2200	3600	6500	7200
Velocidade Periférica (m/s)	8	13	24	26	8	13	24	26
Diâmetro do Disco (m)	0,05				0,07			
pH	8,5	8,4	8,4	8,5	8,6	8,6	8,6	8,5
Viscosidade Stormer (UK)	108	106	104	100	113	109	106	108
Viscosidade Cone e Prato (Poise)	1,7	1,7	1,7	1,6	1,9	1,9	1,8	1,8
Massa Volúmica (g/mL)	1,389	1,382	1,380	1,388	1,380	1,385	1,380	1,387
Índice brancura (%)	87,0	87,0	87,0	87,0	87,0	87,0	87,0	87,0
Opacidade seca (%)	95,4	95,4	95,4	95,4	96,6	96,5	96,5	96,5
Opacidade húmida (%)	97,1	97,0	97,2	97,0	97,8	97,7	97,7	97,7
Diferença de cor	-	0,3	0,2	0,3	-	0,2	0,3	0,2
Brilho 85° (UB)	4,6	4,9	4,8	4,9	5,4	5,0	5,4	5,5

Ao analisar os resultados obtidos, é possível constatar que no que concerne ao pH, massa volúmica, índice de brancura e diferença de cor, não é perceptível uma evolução com o aumento de velocidade, e à mesma velocidade com volumes diferentes.

Quanto aos restantes parâmetros analisados, a diferença prende-se com as viscosidades Stormer e cone e prato, e com a opacidade seca e húmida. No que diz respeito à primeira, é possível verificar uma ligeira diminuição de viscosidade quando se aumenta a velocidade periférica. No entanto, para a mesma velocidade periférica, quando se aumenta o

volume a viscosidade é maior. Para uma melhor perceção do supracitado apresentam-se as Figuras 18 e 19. Quanto às opacidades seca e húmida, verifica-se que se mantêm constantes quando se aumenta a velocidade periférica dentro do mesmo volume, e para a mesma velocidade periférica a volumes diferentes é possível perceber que a opacidade é maior (Figuras 20 e 21).

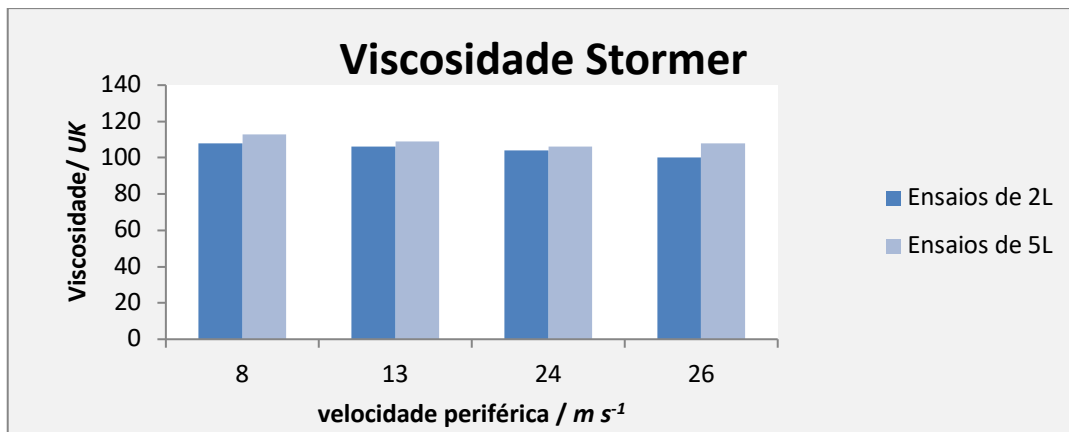


Figura 18. Variação da Viscosidade Stormer com o aumento da velocidade periférica para os ensaios de 2 L e 5 L.

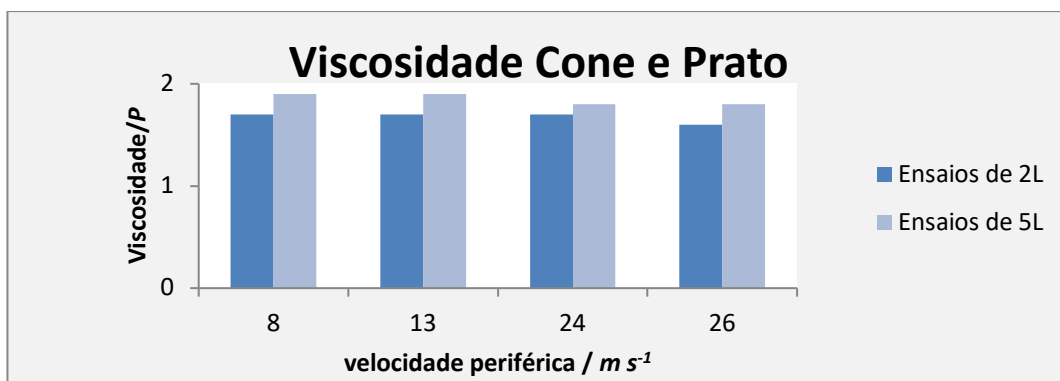


Figura 19. Evolução da viscosidade cone e prato com o aumento da velocidade periférica para os dois volumes de ensaios (2 L e 5 L).

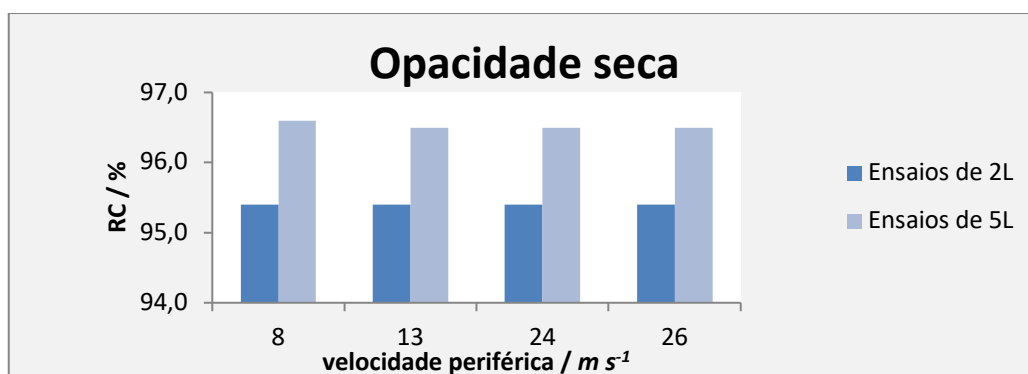


Figura 20. Relação entre a opacidade seca e velocidade periférica para dois volumes (2 L e 5 L).

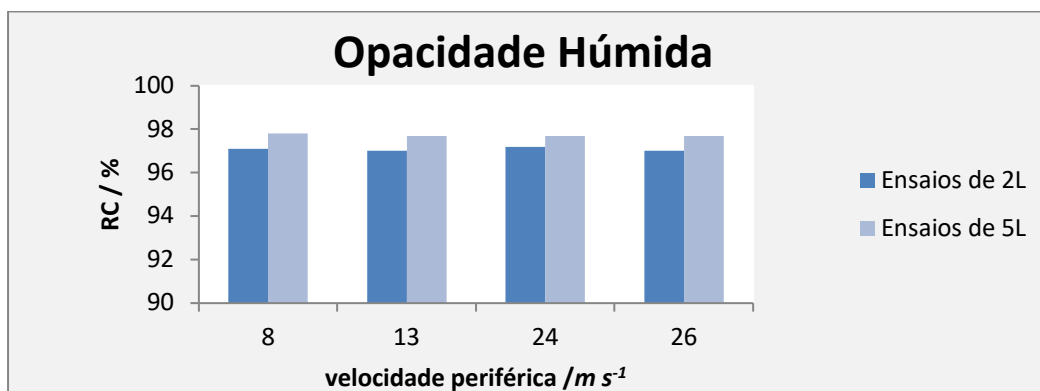


Figura 21. Relação entre a opacidade húmida e a velocidade periférica para dois volumes (2 L e 5 L).

Depois de analisados os resultados dos ensaios realizados da tinta A, achou-se necessário verificar se o mesmo ocorre para um sistema de dispersão que possua apenas dióxido de titânio e, portanto, sem influência de cargas durante o processo de dispersão.

5.2 Tinta F

Neste subcapítulo vão ser apresentados os resultados dos ensaios feitos a uma tinta denominada por F, que no sistema de dispersão apenas possui dióxido de titânio. Neste caso, fez-se variar a velocidade periférica do processo de dispersão para três volumes diferentes. Além disso o processo de dispersão foi feito com dois tempos, 15 e 25 minutos. É importante ressaltar que na formulação original da Tinta F é aconselhado um tempo de dispersão de 25 minutos e que foram feitos ensaios com apenas 15 minutos de dispersão para que fosse possível analisar os resultados e verificar a necessidade de uma dispersão de 25 minutos.

Na Figura 22 estão esquematizados os ensaios realizados à Tinta F.

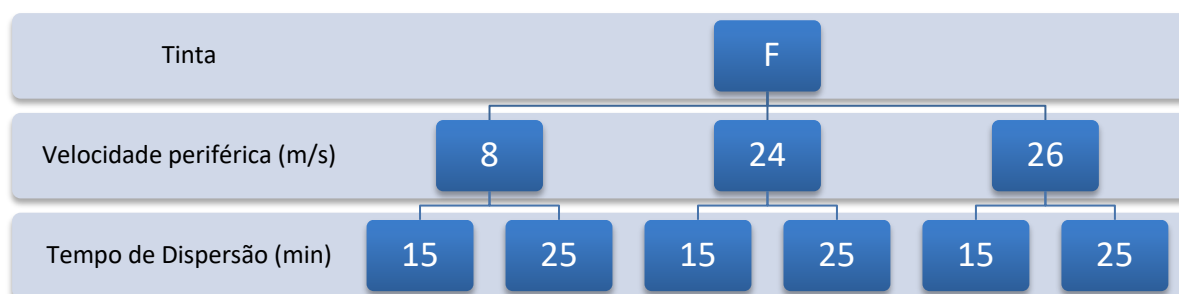


Figura 22. Esquema dos ensaios da Tinta F realizados.

Os ensaios acima esquematizados foram reproduzidos em dois volumes 2 L e 5 L e posteriormente foi feito um ensaio de 50L com uma velocidade de dispersão de 11m/s e com um tempo de dispersão de 25min.

Na figura 23 encontra-se esquematizado as dimensões de fabrico para os três volumes de ensaio.

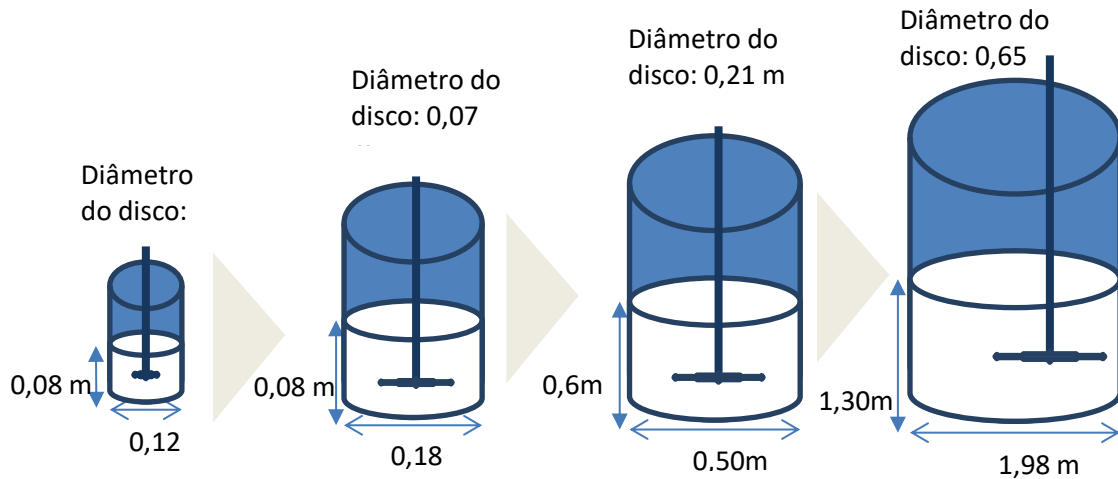


Figura 23. Modelo "Scale up".

Finalizados os fabricos, caracterizaram-se de acordo com o descrito no capítulo 4 e de acordo com a ficha de especificações do produto e apresentam-se os resultados nas seguintes tabelas. É importante referir que no final do processo de dispersão, parte da pasta de dispersão foi reservada para posterior caracterização.

5.2.1 Caracterização das pastas de dispersão de 25 min.

Na Tabela 5 apresentam-se os resultados da caracterização das pastas de dispersão dos ensaios de 25 minutos.

Analisando a Tabela 5 é possível perceber que o índice de brancura e grau de moagem se mantêm relativamente constantes com o aumento de velocidade de fabrico (mantendo volume constante) e com o aumento de volume (mantendo a velocidade constante). A diferença prende-se com a Viscosidade Stormer, esta é menor em ensaios com velocidades periféricas mais elevadas (24 e 26 m/s). A Viscosidade Stormer do Ensaio FIP (11 m/s, 50 L) é a que se aproxima mais da viscosidade do ensaio Padrão. Em relação à opacidade seca percebe-se um aumento de uma unidade quando se aumenta de volume para a mesma velocidade.

Tabela 5. Caracterização das pastas de dispersão dos ensaios de 25 min de dispersão.

Ensaio	Ensaio F.3	Ensaio FSU.3	Ensaio F.4	Ensaio FSU.4	Ensaio F.6	Ensaio FSU.6	Ensaio FIP	Padrão
Velocidade angular (rpm)	3000	2142	9000	6427	10000	7142	1038	700
Velocidade periférica (m/s)	8	8	24	24	26	26	11	24
Diâmetro disco (m)	0,05	0,07	0,05	0,07	0,05	0,07	0,21	0,65
Volume (L)	2	5	2	5	2	5	50	8 000
Viscosidade Stormer (UK)	122	124	121	124	117	118	130	138
Índice brancura (%)	91,6	91,5	91,6	91,6	91,7	91,7	91,4	91,0
Opacidade seca (%)	97,6	98,6	97,6	98,6	97,7	98,7	98,3	98,1
Grau de dispersão (Heg)	6,5	6,5	6,5	6,5	7,5	7,5	7	6,5

5.2.2 Caracterização das pastas de dispersão de 15min.

No presente ponto do subcapítulo apresentam-se os resultados da caracterização das pastas de dispersão de 15 minutos.

A tabela abaixo mostra os resultados da caracterização feito às pastas de dispersão dos ensaios de 15 minutos de dispersão.

Tabela 6. Grau de Moagem dos ensaios de 15 minutos de dispersão.

Ensaio	Ensaio F.1	Ensaio FSU.1	Ensaio F.2	Ensaio FSU.2	Ensaio F.5	Ensaio FSU.5	Padrão
Velocidade angular (rpm)	3000	2142	9000	6427	10000	7142	700
Velocidade Periférica (m/s)	8	8	24	24	26	26	24
Diâmetro disco (m)	0,05	0,07	0,05	0,07	0,05	0,07	0,65
Volume (L)	2	5	2	5	2	5	8 000
Viscosidade Stormer (UK)	131	131	126	127	122	123	138
Índice brancura (%)	91,2	91,4	91,3	91,4	91,7	91,7	91,0
Opacidade seca (%)	97,3	98,5	97,5	98,6	97,6	98,7	98,1
Grau de dispersão (Heg)	6,5	6,5	6,5	6,5	7,5	7,5	6,5

Através da análise da Tabela 6 é possível verificar, tal como na caracterização das pastas de dispersão de 25 minutos, o índice de brancura e a opacidade seca se mantêm relativamente constantes. A diferença prende-se novamente com a Viscosidade Stormer que é menor nos ensaios de maiores velocidades (24 e 26 m/s). No que diz respeito à opacidade seca, mais uma vez, existe um aumento de uma unidade quando se aumenta de volume para a mesma velocidade.

5.2.3 *Análise SEM- Microscopia Eletrónica de Varrimento.*

Além da caracterização das pastas de moagem foi também realizada uma análise de SEM que permite analisar qualitativamente o grau de dispersão das pastas de dispersão. Além disso, comparam-se imagens SEM das pastas de dispersão com imagens SEM do produto final. Foi, ainda, feita uma análise de EDS- Eletroscopia de raios X por dispersão de energia.

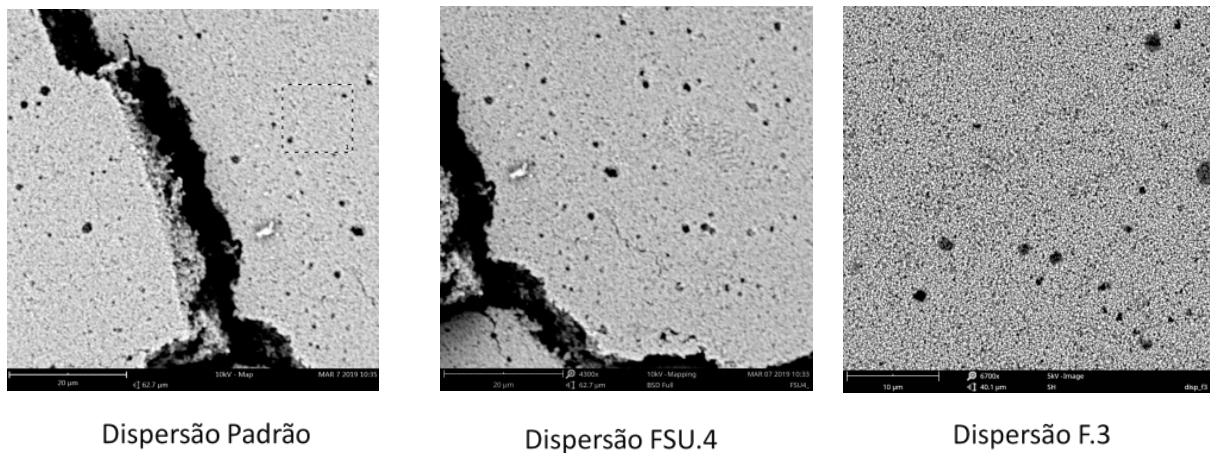
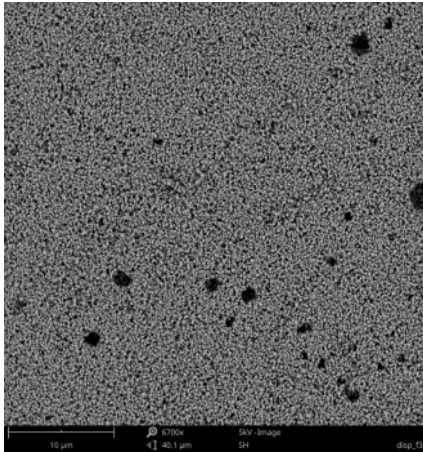
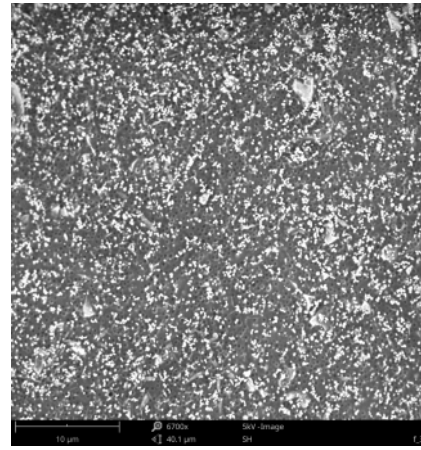


Figura 24. Imagens de análise SEM das pastas de dispersão.



Dispersão F.3



Produto Final F.3

Figura 25. Comparação entre imagens SEM de pasta de dispersão e produto finalizado.

É impossível através da análise visual das imagens de SEM, detetar qualquer diferença granulométrica ou até mesmo de aspeto de película entre ensaios.

Em relação às imagens da Figura 26 é possível verificar que o dióxido de titânio se encontra mais diluído no produto final, como era de esperar, motivo pelo qual se vêem os pontos brancos mais separados.

Dispersão F.3

	Weight percentage
O	42.19 %
C	31.59 %
Ti	19.79 %
Ca	3.96 %
Al	0.91 %
Si	0.68 %
Na	0.59 %
S	0.28 %

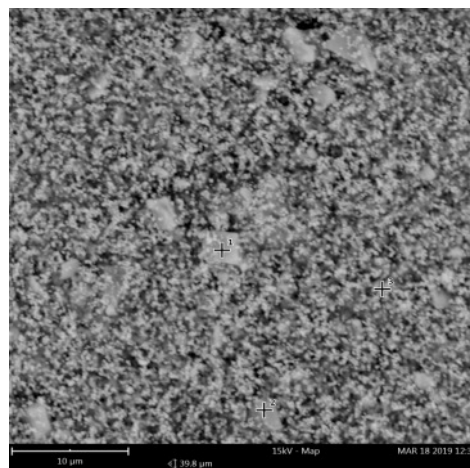


Figura 26. Exemplo de Análise EDS.

5.2.4 Reologia das pastas de dispersão.

Num primeiro momento apresentam-se as reologias relativas às pastas de dispersão com tempo de dispersão de 25 minutos de 2 e 5 L comparadas aos ensaios padrão e FIP de 50L, nas Figuras 27 e 28, respetivamente.

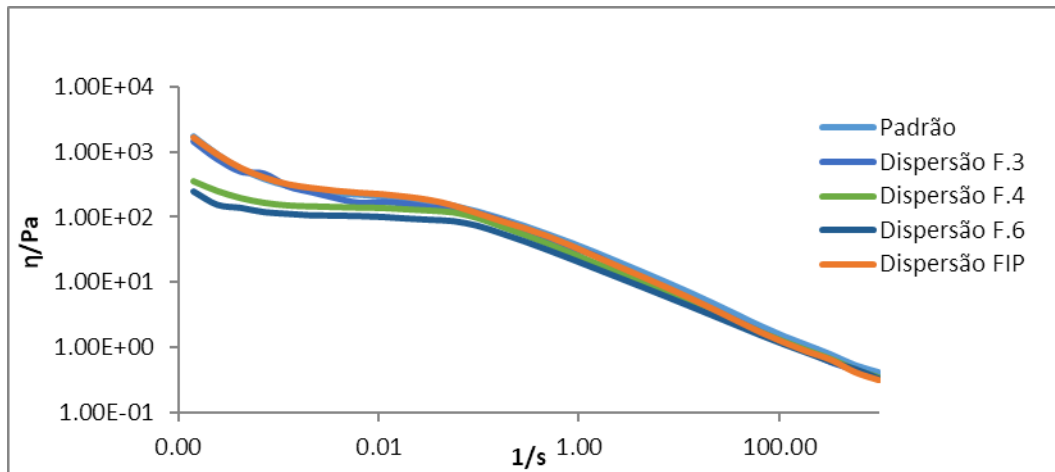


Figura 27. Reologias das pastas de dispersão de 25 minutos de 2 L.

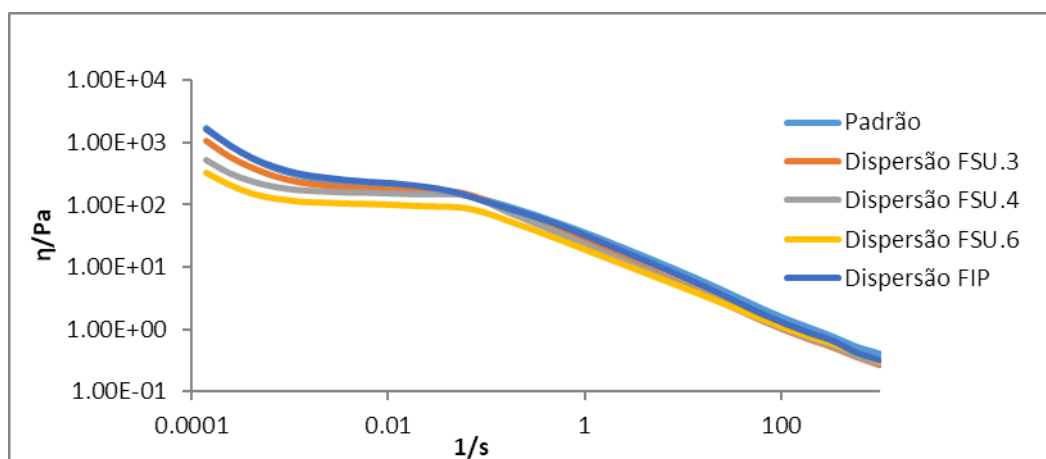


Figura 28. Reologias das pastas de dispersão de 25 minutos de 5 L.

Através de uma análise comparativa dos gráficos acima representados é possível perceber que em todas as dispersões têm um perfil tipicamente pseudoplástico e que a viscosidade diminui com o aumento das taxas de corte. É importante salientar que as pastas de dispersão produzidas a velocidades mais elevadas apresentam uma quebra de viscosidade ao longo do traçado, facto que está inteiramente relacionado com a quebra de viscosidade pelo aumento das taxas de corte aquando da produção a elevadas rotações.

Analisando com mais pormenor a Figura 28 é possível verificar que o traçado reológico dos ensaios FIP (1038 rpm, 11 m/s, 50 L), F3 (3000 rpm, 8 m/s, 2 L) e o ensaio padrão (700

rpm, 24 m/s, 8000 L) se sobrepõem, facto que suscitou alguma curiosidade e irá ser analisado com mais pormenor mais à frente nesta dissertação.

Em seguida, serão apresentados os resultados das reologias das pastas de dispersão com tempos de dispersão de 15 minutos de 2 e 5 L comparadas ao ensaio padrão nos gráficos das Figuras 29 e 30, respetivamente.

Mais uma vez, em ambos os gráficos as dispersões descrevem um perfil tipicamente pseudoplástico, isto é, a viscosidade diminui com o aumento das taxas de corte. É também possível verificar que, tal como nos gráficos representados pelas Figuras 27 e 28, também neste caso os fabricos de maiores velocidades apresentam uma quebra de viscosidade que mais uma vez está relacionada com as elevadas taxas de corte aquando do fabrico.

No gráfico da Figura 29 a dispersão F.1 (3000 rpm, 8 m/s, 2 L) aproxima-se mais da dispersão padrão e no caso do gráfico da Figura 30 a dispersão FSU.1 (dispersão equivalente ao ensaio F.1 mas de 5 L) aproxima-se mais do padrão.

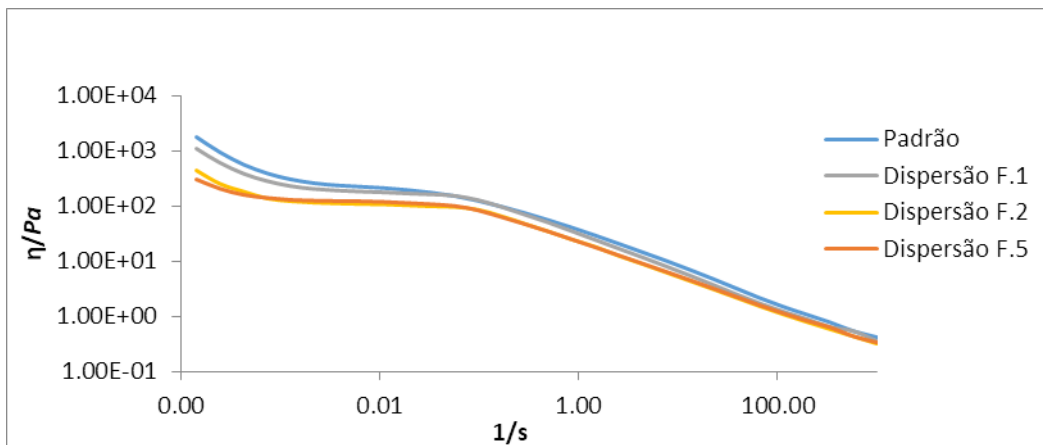


Figura 29. Reologias das pastas de dispersão de 15 minutos de 2 L.

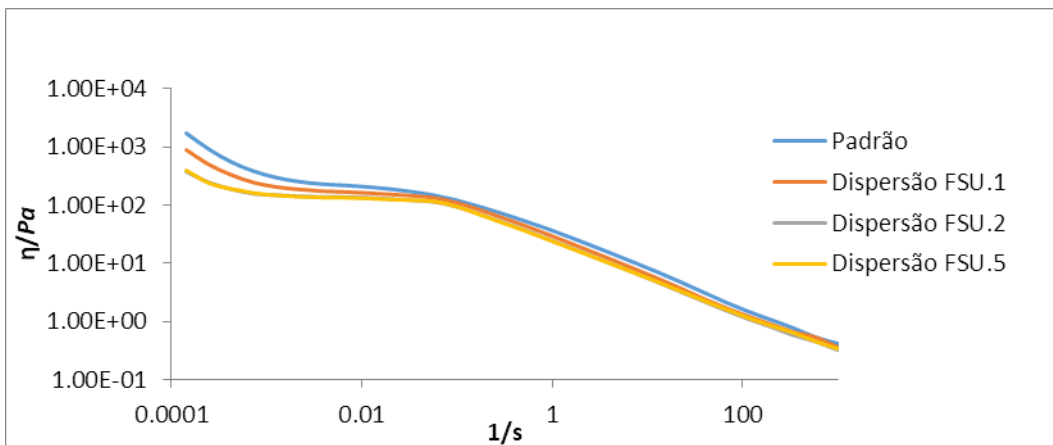


Figura 30. Reologias das pastas de dispersão de 15 minutos de 5 L.

5.2.5 Velocidades periféricas vs. diâmetro o disco.

Os resultados anteriores sugerem que a quebra de viscosidade está intimamente relacionada com as elevadas taxas de corte. Ora para se atingirem velocidades na ordem dos 24 m/s, em fabricos de 2 L, é necessário que o disco gire a 9000 rpm. Tal originará a um aumento significativo da taxa de corte imprimida no fabrico. A velocidade periférica, o diâmetro do disco e as RPM relacionam-se através da equação 1 apresentada no capítulo 3.2.5.

Desta forma decidiu-se relacionar as velocidades periféricas e as dimensões dos discos dos fabricos produzidos em laboratório bem como da instalação piloto e das 3 instalações de fabrico (é de notar que as velocidades periféricas usadas são referentes as velocidades que são geralmente usadas em todos os casos). Foi então traçada uma reta com todos estes pontos ajustada linearmente.

Tabela 7. Velocidade periférica vs. Diâmetro do disco para cada tanque de fabrico existente.

	Laboratório		Instalação piloto	Fábrica		
	2 L	5 L		50L	Dispensor 1	Dispensor 2
Diâmetro disco (m)	0,05	0,07	0,21	0,36	0,65	0,75
Velocidade angular (rpm)	3000	2200	1038	800	700	650
Velocidade periférica (m/s)	7,9	8,1	11,4	15,1	23,8	25,5

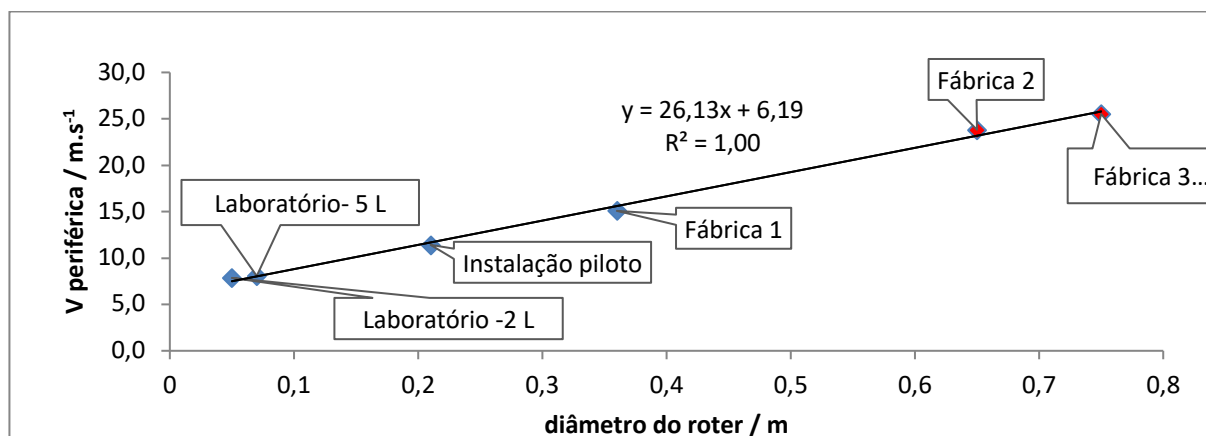


Figura 31. Velocidade periférica vs. Diâmetro do disco para cada tanque de fabrico existente.

Como é facilmente perceptível, existe uma correlação linear entre as velocidades periféricas usadas e o diâmetro dos discos para cada caso.

5.2.6 Caracterização dos produtos finais de 25 minutos de dispersão.

Neste ponto vão ser apresentados os resultados da caracterização dos produtos finais com tempos de dispersão de 25 minutos.

Através da análise da tabela 8 é possível constatar que também no produto final é visível a quebra de viscosidade em ensaios de maiores velocidades (24 e 26 m/s). Em relação à opacidade seca, o aumento de uma unidade com o aumento de volume (para a mesma velocidade), visível na caracterização das pastas de dispersão de 25 minutos, não se reflete no produto final. Todos os outros parâmetros avaliados mantêm-se relativamente constantes com as variações entre ensaios.

Tabela 8. Caracterização dos produtos finais de 25 minutos de dispersão.

Ensaio	Ensaio F.3	Ensaio FSU.3	Ensaio F.4	Ensaio FSU.4	Ensaio F.6	Ensaio FSU.6	Ensaio FIP	Padrão
Velocidade angular (rpm)	3000	2142	9000	6427	10000	7142	1038	700
Velocidade periférica (m/s)	8	8	24	24	26	26	11	24
Diâmetro disco (m)	0,05	0,07	0,05	0,07	0,05	0,07	0,21	0,65
Volume (L)	2	5	2	5	2	5	50	8 000
pH	8,4	8,5	8,4	8,5	8,5	8,5	8,4	8,4
Viscosidade Stormer (UK)	90	92	89	90	82	84	88	93

Viscosidade Cone e Prato (Poise)	0,8	0,9	0,8	0,9	0,8	0,9	0,9	0,6
Massa Volúmica (g/cm ³)	1,230	1,236	1,230	1,230	1,231	1,225	1,232	1,239
Índice brancura (%)	91,0	91,0	91,0	91,0	91,0	91,0	90,7	90,3
Opacidade seca (%)	94,4	94,4	94,4	94,5	94,5	94,6	94,3	94,4
Opacidade Húmida (%)	96,2	96,3	96,2	96,4	96,3	96,4	96,5	96,5
Força Corante (%)	104	101	103	101	101	99	100	-
Brilho 60° (UB)	16,7	16,8	17,8	17,9	17,7	17,8	15,3	15,0
Grau de dispersão no final do fabrico (Heg)	5	5	5	5	5	5	5	5

5.2.7 Caracterização dos produtos finais de 15 minutos de dispersão.

No presente ponto do subcapítulo, vão ser apresentados os resultados da caracterização dos ensaios finalizados de 15 minutos. A Tabela 9 sumariza os resultados obtidos.

Tal como se verifica na caracterização das pastas de dispersão de 15 minutos, também aqui a Viscosidade Stormer é mais baixa para ensaios fabricados a velocidades mais elevadas (24 e 26 m/s), o que significa que a quebra de viscosidade das pastas se reflete no produto finalizado. No que diz respeito à opacidade seca, o aumento de uma unidade entre ensaios da mesma velocidade a volumes diferentes, verificado na caracterização das pastas de dispersão não se reflete na caracterização do produto final, e desta forma a opacidade mantém-se relativamente constante. Os restantes parâmetros avaliados mantêm-se sensivelmente constantes.

Tabela 9. Caracterização dos produtos finalizados de 15 minutos de dispersão.

Ensaio	Ensaio F.1	Ensaio FSU.1	Ensaio F.2	Ensaio FSU.2	Ensaio F.5	Ensaio FSU.5	Padrão
Velocidade angular (rpm)	3000	2142	9000	6427	10000	7142	700
Velocidade Periférica (m/s)	8	8	24	24	26	26	24
Diâmetro do disco (m)	0,05	0,07	0,05	0,07	0,05	0,07	0,65
Volume (L)	2	5	2	5	2	5	8 000
pH	8,4	8,5	8,4	8,5	8,5	8,5	8,4
Viscosidade Stormer (UK)	91	91	86	87	86	87	93

Viscosidade Cone e Prato (Poise)	0,8	0,9	0,8	0,9	0,8	0,9	0,6
Massa Volúmica (g/cm ³)	1,235	1,235	1,232	1,236	1,232	1,231	1,239
Índice brancura (%)	91,0	91,0	91,0	91,0	91,0	91,0	90,3
Opacidade seca (%)	93,1	93,6	93,1	93,7	93,3	93,7	94,4
Opacidade Húmida (%)	95,5	95,8	95,6	95,8	95,6	95,9	96,5
Força Corante (%)	104	103	104	101	102	101	-
Brilho 60° (UB)	15,4	15,2	16,5	16,0	15,2	15,7	15,0
Grau de dispersão no final do fabrico (Heg)	5	5	5	5	5	5	5

5.2.8 Comparação entre os ensaios de 15 e 25 minutos

Quando se compara as caracterizações dos ensaios de 15 e 25 minutos percebe-se que a diferença se prende na opacidade. As opacidades seca e húmida são razoavelmente inferiores no caso dos ensaios de 15 minutos de dispersão.

Para que esta diferença seja mais facilmente notada, apresentam-se dois gráficos nas Figuras 32 e 33 que apresentam a diferença da opacidade seca e húmida entre ensaios, respetivamente. É de notar que à esquerda do padrão (representado a vermelho) estão os ensaios de 25 minutos e à direita os ensaios de 15 minutos.

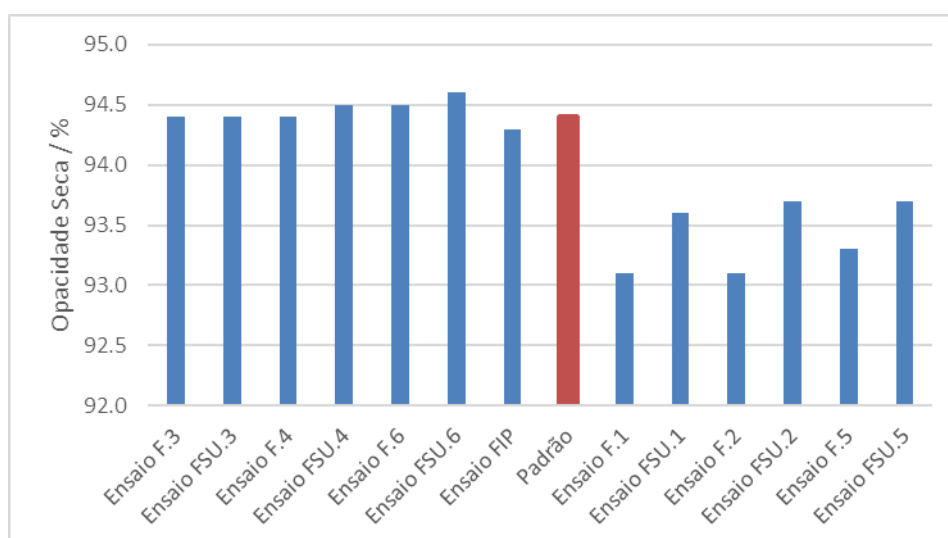


Figura 32. Diferenças de opacidade seca 25 vs. 15 minutos.

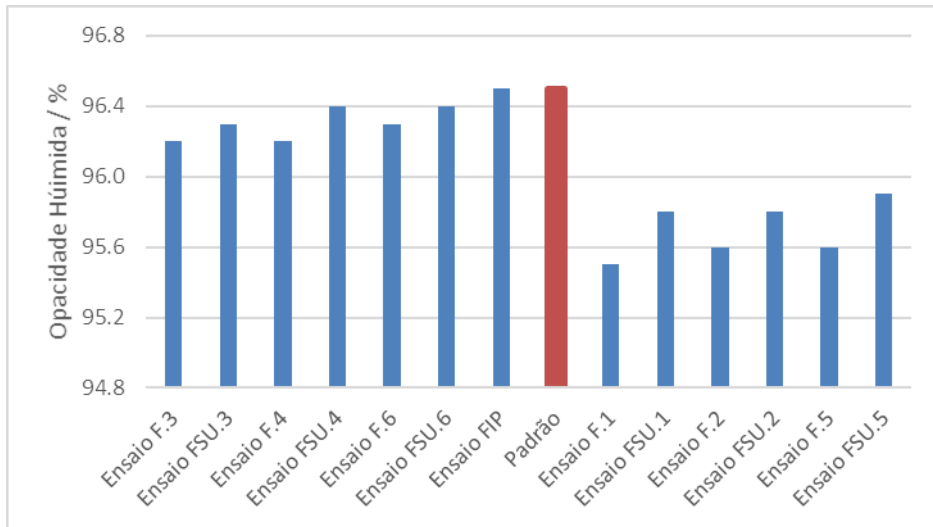


Figura 33. Diferença de opacidade húmida 25 vs. 15 minutos.

6. CONCLUSÕES

Em primeiro lugar, é importante referir que o objetivo da presente dissertação – analisar o impacto do processo da dispersão no índice de qualidade do produto – foi atingido. Foram feitos mais de 50 ensaios a diferentes tintas de base aquosa com diferentes sistemas dispersivos, assim como a caracterização exaustiva dos mesmos que permitiu chegar a conclusões concretas acerca do impacto deste processo no produto final.

Os resultados sugerem que a eficácia do processo de dispersão depende de diversos fatores como o tempo e temperatura de dispersão, movimento descrito pelo fluxo dentro do tanque, geometria do tanque, viscosidade da pasta de dispersão e velocidade de dispersão.

Diferentes tipos de tintas de base aquosa possuem diferentes sistemas dispersivos o que provoca diferentes resultados do processo de dispersão.

A velocidade de dispersão é expressa como a velocidade periférica do disco, no entanto esta não significa que seja a velocidade real a que a tinta se movimenta no interior do tanque. Velocidade periférica expressa em m/s é diferente de velocidade angular expressa em rpm, sendo que estas se relacionam entre si. Para atingir velocidades periféricas que se situem dentro do intervalo teoricamente aceite para volumes de 2 e 5 L é necessário atingir velocidades angulares elevadas que provocam regimes demasiado turbulentos que não são ideais ao processo de dispersão. Através da análise reológica feita às pastas de dispersão, é possível perceber que os regimes turbulentos provocados pelas elevadas velocidades angulares possuem taxas de corte elevadas que leva a uma quebra de viscosidade que se reflete no produto final.

Em suma, a velocidade periférica deve ser estudada de acordo com o volume de produto a produzir, de modo a obter-se a otimização da pasta de dispersão.

7. DESENVOLVIMENTOS FUTUROS

O tema desenvolvido no presente trabalho ainda se encontra numa fase bastante embrionária, como tal, sugerem-se alguns desenvolvimentos futuros que permitam validar os resultados obtidos e aprofundar conhecimentos sobre o tema.

A modelação do processo de dispersão com um simulador de Fluent (CFD) irá permitir validar todos os resultados obtidos, uma vez que será possível não só traçar o perfil reológico das secções horizontais ao longo tanque, como, ter conhecimento da velocidade real que o fluxo da tinta adquire dentro do tanque. A Figura 34 representa uma imagem exemplificativa de uma modelação do processo de dispersão usando o programa ANSYS.

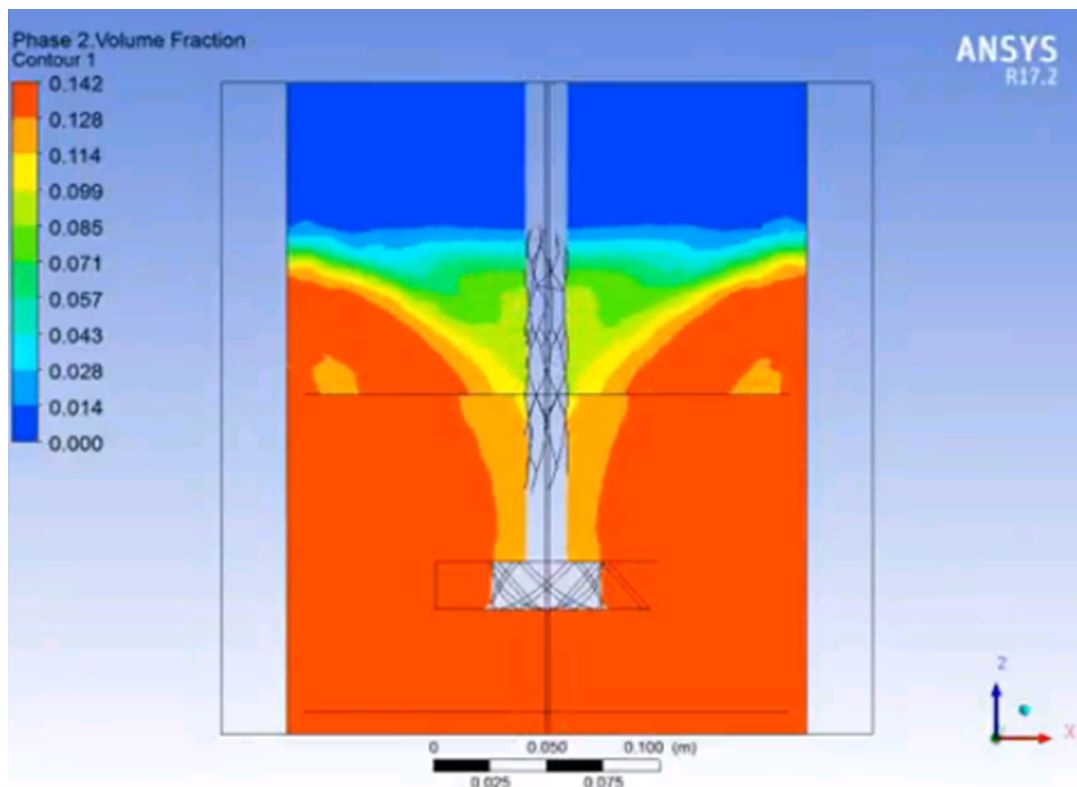


Figura 34. Exemplo de modelação do processo de dispersão, com simulador CFD, ANSYS [32].

É importante salientar que o estudo da modelação foi iniciado, no entanto, devido ao tempo reduzido do estágio não foi possível concluir o mesmo.

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] CIN Corporativo. [Em linha]. Disponível em: www.cin.com/. [Acedido: 23-Out-2018].
- [2] CIN. [Em linha]. Disponível em: www.cinangola.co.ao/portalangola/portal/user/anon/page/sobrenos_angola.psml?categoryOID=07878080808480GC&contentid=F386808080CO&nl=pt. [Acedido: 23-Out-2018].
- [3] J. Karger-Kocsis, *Paints, Coatings and Solvents*, vol. 51, n. 4. 1994.
- [4] Ma, T., Johnston, W.M., Koran, A. The Color accuracy of the Kubelka-Munk theory for various colorants in maxillofacial prosthetic material, *J. Dent. Res.*, vol. 66, n. 9, pp. 1438–1444, 1987.
- [5] CIN. *Manual de Noções Básicas de Dispersão e Moagem*. 2015.
- [6] Borralho, Madalena Faria Martins; Mourão, Ana; Ramos, Ana Maria, *Estudo da Influência de Espessantes em Dispersões Aquosas Vinílicas e sua Aplicação em Tintas*. Dissertação de Mestrado, Universidade Nova de Lisboa, 2014.
- [7] Franco, Raquel Alexandra Franco; Mourão, Ana; Ramos, Ana Maria, *Estudo da Influência de Vários Espessantes em Dispersões Aquosas*, Dissertação de Mestrado, Universidade Nova de Lisboa, 2014.
- [8] Turner, G.P.A. *Introduction to Paint Chemistry and Principles of Paint Technology*, 4.^a ed., CRC Press 2014.
- [9] Santos, Fábio F.B.; Dias, Rui; Ramos, Ana Maria, *Estudos Reológicos de Dispersões de Pigmentos em N,N - Dimetilacetamida*, Dissertação de Mestrado, Universidade Nova de Lisboa, 2014.
- [10] Smith, H.M., *High Performance Pigments*. Wiley, 2002.
- [11] Herbst, W., Hunger, K., Wilker, G., Ohleier, H., Winter, R-, *Industrial Organic Pigments*, vol. 1–5. 2004.
- [12] Winkler, J., *Dispersing Pigments and Fillers*. 2012.
- [13] Cole-Parmer Germany. [Em linha]. Disponível em: www.coleparmer.de/p/dissolver-dispermat-cn-series-dispersion-mills/66425. [Acedido: 06-Nov-2018].
- [14] Moinho Pirâmide - Moagem, Dispersão, Transformação, Mistura e Envase. [Em linha]. Disponível em: www.moinhopiramide.com.br/disco-dispersor. [Acedido: 06-Nov-2018].
- [15] VMA - Introduction to Dispersion Technology with the DISPERMAT® Dissolver. [Em linha]. Disponível em: www.vma-getzmann.com/english/dispersing_&_grinding_know-how/dispersing_with_dissolvers/dispersing_with_dissolvers_0_935_987_1809.html. [Acedido: 14-Jan-2019].
- [16] Mixing. [Em linha]. Disponível em: <http://life.dlut.edu.cn/Bioprocess5.pdf>. [Acedido: 07-Nov-2018].
- [17] Jakobsen, H.A., *Chemical Reactor Modeling: Multiphase Reactive Flows*. Springer

- Berlin, 2008.
- [18] Estabilização eletrostática. [Em linha]. Disponível em: <https://ebooks.byk.com/2/wetting-and-dispersing/estabilizacao-eletrostatica/>. [Acedido: 21-Nov-2018].
- [19] Inspeção na Produção. 2012.
- [20] Grindomètre - BYK Gardner USA. [Em linha]. Disponível em: www.directindustry.fr/prod/byk-gardner-usa/product-11684-1183051.html. [Acedido: 07-Nov-2018].
- [21] Importer, Distributor, Exporter, Stockist, Plate Analogue Viscometer, Multi speed Digital Viscometer, Pressure Permeability Cup, Mumbai, India. [Em linha]. Disponível em: www.khushbooscientific.com/website/Cone-Plate-Viscometers-Rheometers.htm. [Acedido: 07-Nov-2018].
- [22] BYK-Gardner 7509 Brookfield Stormer Viscometer, Digital KU-2, 230V, 40 to 141 Krebs Units Viscosity Range. [Em linha]. Disponível em: www.amazon.com/BYK-Gardner-7509-Brookfield-Viscometer-Viscosity/dp/B00S26HSPY. [Acedido: 07-Nov-2018].
- [23] Gabbrielli Technology srl. [Em linha]. Disponível em: www.gabbrielli.com/en/prodotto.php?id=158. [Acedido: 07-Nov-2018].
- [24] Alua, P.M.N. de Carvalho, Optimização da opacidade de tintas aquosas, Dissertação de Mestrado, Instituto Superior Técnico, 2012.
- [25] Jung, H., Sato, T. Comparison between the Color Properties of Whiteness Index and Yellowness Index on the CIELAB 4 . Properties of WI and YI on the CIELAB, vol. 25, n. 4, pp. 241–246, 2013.
- [26] Vieira, J., Fundamentos da Colorimetria, pp. 19–58, 2011.
- [27] BYK-Gardner Digital Gloss Meter with USB/Bluetooth Output, 45 Degree; 0 to 180 GU from Cole-Parmer United Kingdom. [Em linha]. Disponível em: www.coleparmer.co.uk/i/byk-gardner-digital-gloss-meter-with-usb-bluetooth-output-45-degree-0-to-180-gu/5972149. [Acedido: 05-Nov-2018].
- [28] C.E.M. Jesus, Reologia em Tintas Aquosas. Relatório de Estágio, Universidade do Porto, 2000.
- [29] Gemini. [Em linha]. Disponível em: www.gre.uma.es/Gemini.htm. [Acedido: 28-Fev-2019].
- [30] Capítulo 4 – Técnicas de Caracterização de Revestimentos, pp. 26–56, 1982.
- [31] Rawle, A., The importance of particle sizing to the coatings industry. Part 1 : Particle size measurement, Adv. Colour Sci. Technol., vol. 5, n. 1, pp. 1–12, 2002.
- [32] CFD | Continuous stirred Tank Mixer Simulation. [Em linha]. Disponível em: www.youtube.com/watch?v=-u6vCEeUGj0. [Acedido: 24-Jun-2019].

I. ANEXO – IMAGENS DO PROCESSO DE DISPERSÃO

1.1. Imagens do processo de dispersão da Tinta A

Neste anexo apresentam-se as imagens recolhidas durante o processo de dispersão da Tinta A, para os diversos ensaios.



Figura Anexo 1. Ensaio A.2 - 8 m/s, 2 L (esquerda); Ensaio ASU.2 – 8 m/s, 5 L (direita).



Figura Anexo 2. Ensaio A.3 – 13 m/s, 2 L(esquerda); Ensaio ASU.3 – 13 m/s, 5 L (direita).



Figura Anexo 3. Ensaio A.4 – 24 m/s, 2 L (esquerda); Ensaio ASU.4 – 24 m/s, 5 L (direita).



Figura Anexo 4. Ensaio A.5 – 26 m/s, 2 L (esquerda); Ensaio ASU.5 26 m/s, 5 L (direita).

1.2. Imagens do processo de dispersão da Tinta F

1.2.1. Ensaios de 25 minutos.

Neste ponto apresentam-se as imagens recolhidas durante o processo de dispersão da Tinta F, para os diversos ensaios de 25 minutos.



Figura Anexo 5. Ensaio F.3 – 8 m/s, 2 L (esquerda); Ensaio FSU.3 – 8 m/s, 5 L (direita).



Figura Anexo 6. Ensaio F.4 – 24 m/s, 2 L (esquerda); Ensaio FSU.4 – 24 m/s, 5 L (direita).



Figura Anexo 7. Ensaio F.6 – 26 m/s, 2 L (esquerda); Ensaio FSU.6 – 26 m/s, 5 L (direita).

1.2.2. Ensaio de 15 minutos.

Neste ponto apresentam-se as imagens recolhidas do processo de dispersão da Tinta F, para os ensaios de 15 minutos.



Figura Anexo 8. Ensaio F.1 – 8 m/s, 2 L (esquerda); Ensaio FSU.1 – 8 m/s, 5 L (direita).



Figura Anexo 9. Ensaio F.2 – 24 m/s, 2 L (esquerda); Ensaio FSU.2 – 24 m/s, 5 L (direita).



Figura Anexo 10. Ensaio F.5 – 26 m/s, 2 L (esquerda); Ensaio FSU.5 – 26 m/s, 5 L (direita).

II. ANEXO – REWET

A tabela em anexo apresenta os resultados do ensaio de rewet feito à Tinta F.

Tabela Anexo 1. Ensaio Rewet.

Ensaio		Ensaio F.3	Ensaio FSU.6
Velocidade periférica	Padrão	8	26
Tempo		25	25
Y (película)	91,8	91,8	91,6
Y (óleo)	91,7	91,4	91,2
Rewet (%)	0,1	0,4	0,5
Notas:	-	Regime menos turbulento	Regime mais turbulento