



Universidade do Porto

FEUP Faculdade de Engenharia

Departamento de Engenharia Química

Estágio PRODEP

Desenvolvimento de uma tinta de base aquosa

Autor:
Isabel Marques

Orientadores:
Adélio Mendes (FEUP)
Fernanda Oliveira (CIN)

Abril 2003

CIN — CORPORAÇÃO INDUSTRIAL DO NORTE, S.A.

66(047.3)
LEQ 2002/MARi



Processo III
Estágios
2002-2003
5 DEQ



Universidade do Porto
FEUP Faculdade de Engenharia

Departamento de Engenharia Química

Estágio PRODEP

Desenvolvimento de uma tinta de base aquosa

Autor:
Isabel Marques

Orientadores:
Adélio Mendes (FEUP)
Fernanda Oliveira (CIN)

Abril 2003

CIN — CORPORAÇÃO INDUSTRIAL DO NORTE, S.A.



UNIÃO EUROPEIA
Fundo Social Europeu



Mais Educação

66 (0473) / LER 2002 / MAR.

Universidade do Porto	
Faculdade de Engenharia	
Biblioteca	
Nº	98430
CDU	
Data	/ / 20

Índice

Índice.....	2
Objectivo	3
Introdução.....	4
Caracterização de Matéria-prima.....	5
Matérias-primas Testadas.....	5
1ª Fase de Selecção de Matéria-prima.....	7
Formulações.....	8
Análise de Resultados e Conclusões	14
2ª Fase de Selecção de Matéria-prima.....	15
Resultados Experimentais.....	15
Análise de Resultados e Conclusões	17
3ª Fase de Selecção de Matéria-prima.....	18
Resultados Experimentais.....	19
Análise de Resultados e Conclusões	21
Resultados de Aplicações Práticas das Bases Transparentes e correspondentes Bases Brancas	21
Análise de Resultados das Aplicações Práticas	24
Optimização.....	26
Óptimo da Base Transparente.....	26
Optimização da Base Branca	27
Resultados Experimentais.....	27
Análise de Resultados e Conclusões	30

Objectivo

Este projecto tem como objectivo o desenvolvimento de uma nova tinta decorativa extra-mate, resistente ao risco (*Mar resistance*), resistente à nódoa, de fácil remoção de nódoa e dotada de um toque extremamente macio. A formulação base do projecto é uma tinta de alta qualidade produzida pela CIN designada por *Cashmere*.

O projecto divide-se em três etapas: (1) selecção de matérias-primas, (2) optimização da formulação e (3) comparação do produto aprovado com os padrões internacionais.

Introdução

A CIN, tal como outras empresas internacionais do ramo das tintas e vernizes, já desenvolveu uma primeira geração de tintas (base transparente, bases intermédias e bases brancas) caracterizada pelo toque macio e suave e pelo acabamento mate, que tem como designação *Cashmere*. Assim sendo, este projecto tem como finalidade o desenvolvimento de uma segunda geração de tintas, mantendo as características da tinta da primeira geração (toque macio e acetinado), e visando o melhoramento em termos de resistência ao risco, resistência à nódoa, remoção de nódoa e acabamento extra-mate.

Visto que uma formulação é constituída por 15 a 20 matérias-primas, é praticamente impossível estudar a influência destas nas características e propriedades inerentes ao produto final; assim sendo, a experiência do formulador é determinante na simplificação do seu estudo. O Grupo de Investigação e Desenvolvimento das Tintas Decorativas do grupo CIN sugeriu diversas matérias-primas a serem testadas e caracterizadas. Estas matérias-primas foram caracterizadas em termos de brilho, resistência à nódoa, resistência ao risco e suavidade ao toque. Estas são características que raramente atribuídas as tintas e, na prática, são bastante difíceis de conciliar. Quatro categorias foram identificadas como as mais importantes para as características descritas: emulsões poliméricas, cargas, aditivos de superfície e agentes mateantes.

Devido ao elevado número de matérias-primas a serem testadas, foi utilizada uma *Matriz Ortogonal de Taguchi* de modo a reduzir o número de combinações possíveis entre estas a um número de experiências razoável, do ponto de vista prático. Esta metodologia permite a identificação de matérias-primas (*inputs*) que optimizam as características desejadas (*outputs*). O uso da *Matriz Ortogonal de Taguchi L₂₅* permite o estudo de 20 matérias-primas em 25 experiências.

Na fase de optimização é utilizada a ferramenta estatística *Design Expert 5.05* que estima as fracções mássicas óptimas de uma formulação, mediante a caracterização de formulações anteriormente sugeridas.

Caracterização de Matéria-prima

A formulação base é a base Transparente da tinta *Cashmere* da CIN — uma tinta de alta qualidade, lisa e com acabamento mate, lavável, resistente à nódoa e ao risco, dotada de um toque extremamente macio quando comparada com outras tintas lisas convencionais.

Matérias-primas Testadas

As matérias-primas (emulsões poliméricas, cargas, aditivos de superfície e agentes mateantes) constituintes da tinta *Cashmere* serão substituídas pelos produtos a testar de modo a determinar o efeito de cada matéria-prima em termos de brilho, resistência à nódoa e ao risco e suavidade ao toque.

As emulsões poliméricas estudadas encontram-se apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1. Emulsões poliméricas estudadas no projecto.

Emulsões	Descrição do Produto
Emulsão 1	Emulsão acrílica
Emulsão 2	Emulsão acrílica
Emulsão 3	Acetato de Vinilo e VeoVa
Emulsão 4	Acetato de Vinilo e VeoVa
Emulsão 5	Emulsão acrílica
Emulsão 6	Emulsão acrílica

Na Tabela 2 são apresentadas as cargas estudadas.

Tabela 2. Cargas estudadas no projecto.

Cargas	Descrição do Produto
Carga 1	Caulino
Carga 2	Carbonato de Cálcio
Carga 3	Caulino
Carga 4	Talco
Carga 5	Talco
Carga 6	Talco

Na Tabela 3 são apresentados os agentes mateantes estudados.

Tabela 3. Agentes mateantes estudados no projecto.

Agentes mateantes	Descrição do Produto
Mateante 1	Polietileno (cera)
Mateante 2	Polietileno (cera)
Mateante 3	Polietileno (cera)
Mateante 4	Polietileno (cera)

Na Tabela 4 encontram-se apresentados os aditivos de superfície estudados.

Tabela 4. Aditivos de superfície estudados no projecto.

Aditivos de superfície	Descrição do Produto
Aditivo 1	Polietileno (cera)
Aditivo 2	Combinação de polímeros
Aditivo 3	Copolímero de siloxano
Aditivo 4	Emulsão de dimetil polisiloxano
Aditivo 5	Aditivo fluorado
Aditivo 6	Aditivo fluorado
Aditivo 7	Aditivo fluorado

1ª Fase de Seleção de Matéria-prima

Todas as matérias-primas foram testadas, no entanto, numa primeira fase foi usada uma *Matriz Ortogonal de Taguchi L₂₅*, que permite o estudo de 5 produtos de cada categoria, ou seja, como são 4 categorias (emulsões poliméricas, cargas, agentes mateantes e aditivos de superfície) foram testados $5 \times 4 = 20$ produtos. Os restantes produtos foram testados em fases posteriores.

A matriz ortogonal da 1ª fase de selecção de matérias-primas é apresentada na Tabela 5.

Tabela 5. Matriz ortogonal de experiências para a 1ª fase de selecção de matérias-primas.

Ordem	Emulsões	Cargas	Agentes Mateantes	Ad. Superfície
1	Emulsão 3	Carga 6	Mateante 1	Aditivo 1
2	Emulsão 3	Carga 5 + Carga 4 (5:4)	Mateante 3 + Mateante 1 (50:50)	Aditivo 2
3	Emulsão 3	Carga 6 + Carga 1(7,5:3,5)	Mateante 3 + Mateante 2(50:50)	Aditivo 5
4	Emulsão 3	Carga 6 + Carga 3 (6,5:6)	Mateante 3 + Mateante 5(50:50)	Aditivo 3
5	Emulsão 3	Carga 6 + Carga 2(6:4)	Mateante 3	Aditivo 4
6	Emulsão 4	Carga 6	Mateante 3 + Mateante 1 (50:50)	Aditivo 5
7	Emulsão 4	Carga 5 + Carga 4 (5:4)	Mateante 3 + Mateante 2(50:50)	Aditivo 3
8	Emulsão 4	Carga 6 + Carga 1(7,5:3,5)	Mateante 3 + Mateante 5(50:50)	Aditivo 4
9	Emulsão 4	Carga 6 + Carga 3 (6,5:6)	Mateante 3	Aditivo 1
10	Emulsão 4	Carga 6 + Carga 2(6:4)	Mateante 1	Aditivo 2
11	Emulsão 1	Carga 6	Mateante 3 + Mateante 2(50:50)	Aditivo 4
12	Emulsão 1	Carga 5 + Carga 4 (5:4)	Mateante 3 + Mateante 5(50:50)	Aditivo 1
13	Emulsão 1	Carga 6 + Carga 1(7,5:3,5)	Mateante 3	Aditivo 2
14	Emulsão 1	Carga 6 + Carga 3 (6,5:6)	Mateante 1	Aditivo 5
15	Emulsão 1	Carga 6 + Carga 2(6:4)	Mateante 3 + Mateante 1 (50:50)	Aditivo 3
16	Emulsão 5	Carga 6	Mateante 3 + Mateante 5(50:50)	Aditivo 2
17	Emulsão 5	Carga 5 + Carga 4 (5:4)	Mateante 3	Aditivo 5
18	Emulsão 5	Carga 6 + Carga 1(7,5:3,5)	Mateante 1	Aditivo 3
19	Emulsão 5	Carga 6 + Carga 3 (6,5:6)	Mateante 3 + Mateante 1 (50:50)	Aditivo 4
20	Emulsão 5	Carga 6 + Carga 2(6:4)	Mateante 3 + Mateante 2(50:50)	Aditivo 1
21	Emulsão 2	Carga 6	Mateante 3	Aditivo 3
22	Emulsão 2	Carga 5 + Carga 4 (5:4)	Mateante 1	Aditivo 4
23	Emulsão 2	Carga 6 + Carga 1(7,5:3,5)	Mateante 3 + Mateante 1 (50:50)	Aditivo 1
24	Emulsão 2	Carga 6 + Carga 3 (6,5:6)	Mateante 3 + Mateante 2(50:50)	Aditivo 2
25	Emulsão 2	Carga 6/Carga 2(6:4)	Mateante 3 + Mateante 5(50:50)	Aditivo 5

Formulações

As formulações relativas aos 25 ensaios foram definidas pela Matriz Ortogonal de *Taguchi*. A base teórica desta matriz resulta num conjunto de experiências nas quais todas as matérias-primas são ensaiadas uma única vez.

Os resultados dos testes realizados em laboratório relativos à formulação padrão e aos 25 ensaios referentes à base Transparente encontram-se apresentados na Tabela 6.

Tabela 6. Resultados experimentais relativos à caracterização da formulação padrão e dos ensaios da 1ª fase de selecção de matéria-prima.

Características	Unidades	Ens. 1	Ens. 2	Ens. 3	Ens. 4	Ens. 5	Ens. 6	Ens. 7	Ens. 8	Ens. 9	Ens. 10	Ens. 11	Ens. 12	Ens. 13
Viscosidade Stormer	UK	94	100	95	101	101	88	102	91	92	98	127	128	124
Massa Volumica	g/cm ³	1,064	1,078	1,079	1,073	1,081	0,958	1,104	1,042	1,095	1,045	1,108	1,113	1,106
Resistência ao Polimento Seco	UB	0,5	0,4	0,5	0,2	0,3	0,3	0,4	1,3	0,9	0,8	0,2	0,4	0,4
Resistência ao Polimento Humido	UB	1,2	0,7	1,7	1,9	1,9	1,2	1,1	2,1	1,7	1,3	1,9	1,9	1,0
Brilho 20°	UB	0,3	0,3	0,3	0,2	0,3	0,3	0,3	0,3	0,2	0,3	0,3	0,3	0,3
Brilho 60°	UB	2,0	2,0	1,7	1,0	2,2	2,0	1,5	1,5	1,2	2,0	2,0	1,6	2,2
Brilho 85°	UB	3,1	2,7	2,9	2,1	3,3	2,9	2,0	2,4	2,0	3,0	3,1	2,1	3,1
Resistência à Nódosa	UB	0,7	0,5	0,6	0,0	0,7	1,1	0,8	0,6	0,6	1,3	0,4	0,3	0,4
Coca-cola	-	1	0	0	0	0	1	0	0	1	1	0	0	0
Sumo de Laranja	-	1	0	0	0	1	1	0	0	0	0	0	0	0
Virho tinto	-	2	2	3	0	1	3	3	3	3	4	0	0	0
Café	-	1	1	1	0	0	1	1	1	0	2	0	0	0
Mostarda	-	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0	1	0	0
Ketchup	-	0	0	0	0	1	1	1	0	0	1	0	0	0
Pudm Flan	-	0	0	0	0	0	1	0	0	0	1	0	0	0
Mousse de Chocolate	-	0	0	0	0	0	1	1	1	1	1	1	0	0
Graxa	-	1	0	0	0	1	0	1	1	1	1	1	0	1
Lápis	-	2	2	3	0	3	3	3	2	2	3	2	3	3
Marçador Vulgar	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Suavidade ao Toque	-	4	2	4	3	3	5	2	4	5	4	4	2	4
Resistência ao Risco	-	3	3	4	4	4	4	3	4	4	4	4	3	4

Tabela 6. Resultados Experimentais relativos à caracterização da formulação padrão e dos ensaios da 1ª fase de selecção de matéria-prima.

Características	Ens. 14	Ens. 15	Ens. 16	Ens. 17	Ens. 18	Ens. 19	Ens. 20	Ens. 21	Ens. 22	Ens. 23	Ens. 24	Ens. 25
Viscosidade <i>Stormer</i>	128	141	99	98	97	98	101	73	72	77	78	78
Massa Volumica	1,090	1,101	1,062	1,073	1,060	1,049	1,075	1,122	1,108	1,116	1,121	1,108
Resistência ao Polimento Seco	0,4	0,6	0,3	0,4	1,3	0,7	0,5	0,2	0,2	0,2	0,5	0,4
Resistência ao Polimento Humido	1,0	0,7	1,7	0,6	1,1	1,8	3,5	0,4	0,4	0,4	0,5	0,8
Brilho: 20°	0,3	0,3	0,3	0,3	0,4	0,3	0,4	0,3	0,2	0,2	0,2	0,2
Brilho: 60°	1,8	2,4	1,9	2,3	2,9	1,6	2,0	1,3	1,1	1,2	1,0	1,0
Brilho: 85°	3,5	3,7	3,0	2,9	4,9	3,1	3,1	2,1	2,3	2,7	2,6	2,4
Resistência à Nódosa	0,8	0,5	0,8	0,4	0,5	0,5	0,7	1,1	0,9	1,0	1,0	1,9
Coca-cola	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	2
Sumo de Laranja	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0	2
Vinho tinto	2	3	0	0	0	1	2	0	1	2	2	2
Café	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	1
Mostarda	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	2
Ketchup	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0	2
Pudim <i>Fleiss</i>	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Mousse de Chocolate	0	0	2	0	0	0	1	0	0	0	0	0
Graxa	2	0	2	1	0	1	3	5	5	5	5	5
Lápis	5	2	5	3	5	3	0	5	3	3	3	5
Marcador Vulgar	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Suavidade ao Toque	5	5	2	2	5	5	4	5	3	5	5	5
Resistência ao Risco	4	4	5	4	4	5	5	3	3	4	3	4

Nota: A realização dos testes *Dry* e *Wet Burnish* servem apenas como informação complementar.

- (1) O Toque de uma tinta corresponde à média aritmética do valor atribuído por um grupo de 6 avaliadores por apreciação táctil do toque de uma película de tinta quando aplicada numa placa *Pladur*. Após a aplicação do primário *Água Classic PRIMER*, a tinta é aplicada em 3 demãos. Na 1ª e na 3ª demão, a tinta é diluída em 10%, e na 2ª demão é diluída em 5%. Entre demãos há um ligeiro polimento de modo a remover possíveis impurezas *CLASSH/CACAO*.
- 5 - Toque de qualidade superior ao da tinta *Cashmere* (CIN). 4 - Toque idêntico ao da tinta *Cashmere* (CIN). 3 - Toque de qualidade intermédia das tintas *Cashmere* (CIN) e *Vinylnat* (CIN). 2 - Toque idêntico ao da tinta *Vinylnat* (CIN) e 1 - Toque de qualidade inferior ao da tinta *Vinylnat* (CIN).
- (2) O *Mar Resistance* de uma tinta corresponde à média aritmética do valor atribuído por um grupo de 6 avaliadores por apreciação visual da resistência à riscagem, pela unha, de uma película de tinta quando aplicada numa placa *Pladur*. Após a aplicação do primário *Água Classic PRIMER*, a tinta é aplicada em 3 demãos. Na 1ª e na 3ª demão, a tinta é diluída em 10%, e na 2ª demão é diluída em 5%. Entre demãos há um ligeiro polimento de modo a remover possíveis impurezas *CLASSH/CACAO*.
- 5 - Resistência à riscagem superior à da tinta *Cashmere* (CIN). 4 - Resistência à riscagem idêntica à da tinta *Cashmere* (CIN). 3 - Resistência à riscagem intermédia das tintas *Cashmere* (CIN) e *Vinylnat* (CIN). 2 - Resistência à riscagem idêntica à da tinta *Vinylnat* (CIN) e 1 - Resistência à riscagem inferior à da tinta *Vinylnat* (CIN).

Após a realização dos 25 ensaios, definidos pela matriz ortogonal de *Taguchi*, e da caracterização destes, seleccionam-se as matérias-primas que maximizam a qualidade do produto.

A qualidade de um produto relativa a determinada característica é traduzida pelo **valor médio** de todos os valores, relativos a essa característica, das formulações, nas quais esse produto é constituinte.

A qualidade final do produto é definida mediante o peso relativo atribuído às principais características pretendidas. Atribuiu-se a cada característica o peso relativo de 25%.

As Figuras 1, 2, 3 e 4, de seguida apresentadas, ilustram a influência dos produtos em estudo nas propriedades da tinta. O produto caracterizado pelo **valor mínimo** corresponde ao **produto óptimo** da propriedade em estudo — Brilho, Resistência à Nódoa, Suavidade ao Toque e Resistência ao Risco — ou da formulação em estudo — Função Objectivo.

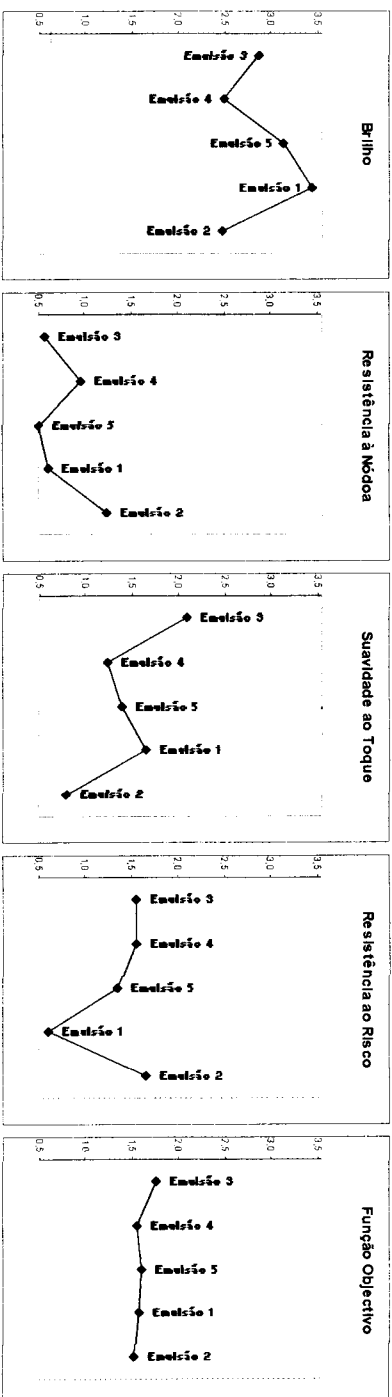


Figura 1. Caracterização das EMULSÕES POLIMÉRICAS ensaiadas na 1ª fase de selecção de matéria-prima.

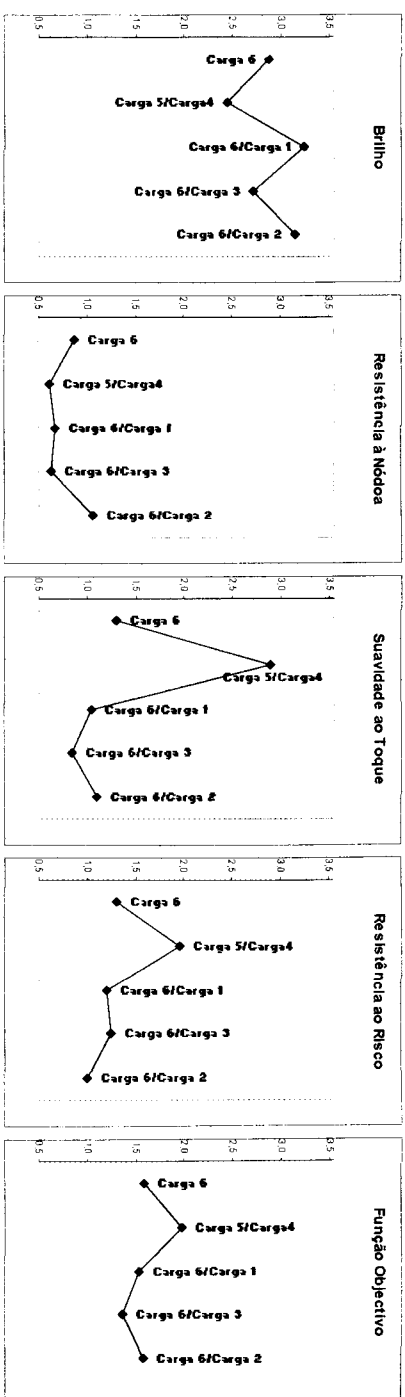


Figura 2. Caracterização das CARGAS ensaiadas na 1ª fase de selecção de matéria-prima.

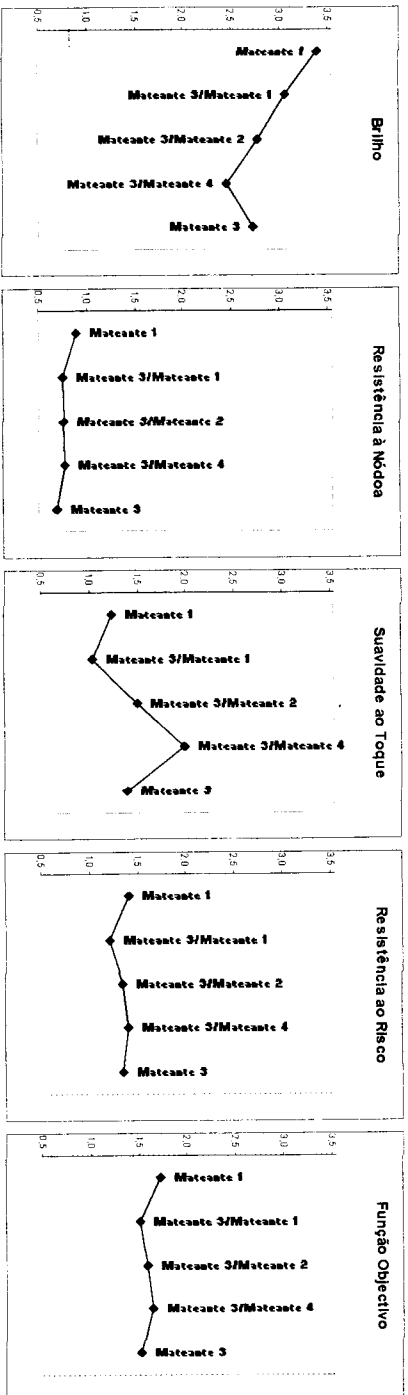


Figura 3. Caracterização dos AGENTES MATEANTES ensaiadas na 1ª fase de selecção de matéria-prima.

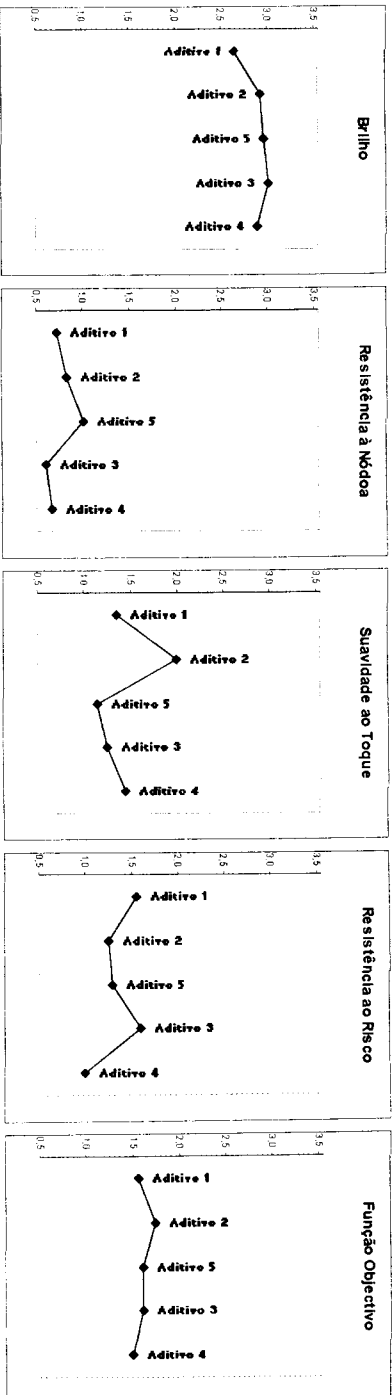


Figura 4. Caracterização dos AGENTES MATEANTES ensaiadas na 1ª fase de selecção de matéria-prima.

Análise de Resultados e Conclusões

Relativamente às Emulsões verifica-se que globalmente têm um comportamento idêntico entre si. A única emulsão que demonstra um mau comportamento é o Emulsão 2 que apresenta uma elevada separação de fases quando em repouso, baixa viscosidade e reage com a graxa convencional “descolorando” a película de tinta.

Em relação às Cargas estudadas verifica-se que as formulações cuja combinação de cargas Carga 4/Carga 5 entra na sua composição são dotadas de um toque extremamente áspero e rugoso. A combinação de cargas que otimiza a maioria das propriedades, bem como a Função Objectivo, é a combinação Carga 6/Carga 3.

A combinação de Agentes Mateantes que otimiza a formulação em estudo é a combinação Mateante 3/Mateante 1.

No que diz respeito aos Aditivos de Superfície, verifica-se que globalmente todos desempenham um bom comportamento e o aditivo de superfície que otimiza a qualidade do produto é o Aditivo 4.

2ª Fase de Selecção de Matéria-prima

Na 2ª fase de selecção de matéria-prima foram ensaiadas a Emulsão 1 — por otimizar as formulações da 1ª série de ensaios relativamente à Resistência ao Risco, a Emulsão 5 — por otimizar as formulações relativamente à Resistência à Nódia e por apresentar bons resultados relativamente ao Toque, a Combinação Emulsão 1/ Emulsão 5 — na tentativa de otimizar a formulação, e a Emulsão 6 — emulsão não estudada na 1ª fase de selecção de matéria-prima.

Na 2ª fase de selecção de matéria-prima, a combinação de cargas ensaiada foi a Carga 6/Carga 3 e a combinação de agentes mateantes é a Mateante 3/Mateante 1 por, aparentemente, optimizarem a qualidade do produto.

Os aditivos de superfície ensaiados foram o Aditivo 4 — por otimizar a qualidade do produto, e o Aditivo 5 — por otimizar as formulações da 1ª série de ensaios relativamente à Suavidade ao Toque.

Resultados Experimentais

Os resultados dos testes realizados em laboratório relativos às formulações padrão e aos 8 ensaios referentes à base Transparente encontram-se apresentados na Tabela 7.

Tabela 7. Resultados Experimentais relativos à caracterização das formulações padrão e dos ensaios da 2ª fase de selecção de matéria prima.

Características	Unidades	Emulsão 1		Emulsão 5		50% Emulsão 1		Emulsão 6	
		Aditivo 4 (Ens. 1)	Aditivo 5 (Ens. 4)	Aditivo 4 (Ens. 7)	Aditivo 5 (Ens. 6)	Aditivo 4 (Ens. 2)	Aditivo 5 (Ens. 8)	Aditivo 4 (Ens. 3)	Aditivo 5 (Ens. 5)
Viscosidade Stormer	UK	101	101	129	127	112	113	124	122
Massa Volumica	g/cm ³	108,6	106,9	110,8	109,8	109,5	108,3	108,9	110,0
Brilho 20°	UB	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
Brilho 60°	UB	1,3	1,3	1,6	1,6	1,4	1,4	1,4	1,4
Brilho 85°	UB	2,8	2,8	3,2	3,4	2,9	3,0	3,1	3,5
Resistência à Nodosa	-	2,1	2,4	2,3	2,5	2,2	2,3	2,0	2,2
Santa! de Cenoura	-	0	1	0	0	0	0	0	1
Vinho tinto	-	1	2	2	3	2	2	2	3
Café	-	0	0	0	0	0	0	0	0
Mercuriocromo	-	4	4	4	5	4	5	4	5
Tintura de todo	-	4	4	5	5	4	3	3	4
Ketchup	-	1	0	0	0	0	0	0	0
Mostarda	-	1	0	1	0	1	0	0	0
Pudim Flan	-	0	0	0	0	0	0	0	0
Azeite	-	1	2	0	0	0	1	1	0
Graxa	-	1	3	3	4	2	4	2	2
Lápis	-	5	5	5	5	5	5	4	4
Lápis de Cor	-	4	4	4	4	4	4	3	3
Lápis de cera	-	3	4	4	4	4	3	4	4
Esfereográfica	-	5	5	5	5	5	5	5	5
Marcador vulgar	-	2	2	2	2	2	2	2	2
Suavidade ao Toque	-	3	4	4	5	4	5	4	3
Resistência ao Risco	-	4	4	4	4	4	4	4	4

Análise de Resultados e Conclusões

A Emulsão 6 melhora consideravelmente o comportamento da tinta no que diz respeito à Resistência à Nódoa, no entanto, a Emulsão 5 confere à tinta um toque mais macio. O aditivo de superfície Aditivo 5 revela-se superior ao aditivo de superfície Aditivo 4 relativamente à macieza do toque conferida à película de tinta, mas, por outro lado piora o seu desempenho no que se refere à Resistência à Nódoa.

Considerou-se que o Ensaio 3 optimizava, globalmente, as propriedades do produto.

3ª Fase de Selecção de Matéria-prima

A emulsão polimérica Emulsão 6 não é comercializada na Europa pelo que deixa de ser uma alternativa válida; no entanto, devido à capacidade de conferir às tintas uma resistência superior à nódoa, decidiu-se ensaiá-la novamente. A Emulsão 3, hipótese rejeitada na 1ª fase de selecção de matéria-prima, volta a ser ensaiada nesta terceira fase por falta de alternativa, visto ser a emulsão polimérica usada na formulação padrão.

Ensaaiaram-se os aditivos de superfície Aditivo 4, Aditivo 6 e Aditivo 7. O Aditivo 6 e o Aditivo 7 são dois aditivos de superfície aconselhados pelos fornecedores, para a formulação em estudo, e não foram ensaiados nem na 1ª nem na 2ª fase de selecção de matéria-prima.

Decidiu-se testar o comportamento de microsferas na formulação. As microsferas são caracterizadas por conferirem às tintas, nas quais são introduzidas, um brilho extra-mate e melhorarem a Resistência à Nódoa destas. Os fornecedores aconselham que as microsferas devem ser incorporadas numa tinta por substituição de 10 a 15% do volume das cargas constituintes da tinta, porém nas poucas formulações de tintas produzidas pela CIN nas quais são incorporadas, as microsferas entram numa proporção superior, ou seja, constituem de 0,4 a 0,7% da massa da formulação total.

Assim sendo, realizaram-se 3 ensaios nos quais apenas se substituiu o aditivo de superfície padrão — Aditivo 1 — por Aditivo 4, Aditivo 6 e Aditivo 7, na formulação padrão (Ensaio 4, 9 e 3). Noutros 3 ensaios substituiu-se a carga padrão — Carga 6 — pela combinação de cargas óptima — Carga 6/Carga 3, o agente mateante padrão — Mateante 3 — pela combinação de agentes mateantes óptima — Mateante 3/Mateante 1, e o aditivo de superfície padrão pelos 3 aditivos de superfície referidos (Ensaio 7, 2 e 6). E, por fim, 3 ensaios nos quais se testou a possibilidade da incorporação das microsferas na formulação original (Ensaio 8, 1 e 5).

Resultados Experimentais

Os resultados dos testes realizados em laboratório relativos às formulações padrão e aos 9 ensaios referentes à base Transparente encontram-se apresentados na Tabela 8.

Tabela 8. Resultados experimentais relativos à caracterização das formulações padrão e dos ensaios da 3ª fase de selecção de matéria-prima

Características	Unidades	Emulsão 3			Emulsão 3 c/ Carga 3 c/ Matante 1			c/ Carga 3 c/ Matante 1		
		Aditivo 4 (Ens. 4)	Aditivo 6 (Ens. 9)	Aditivo 7 (Ens. 3)	Aditivo 4 (Ens. 7)	Aditivo 6 (Ens. 2)	Aditivo 7 (Ens. 6)	Aditivo 4 (Ens. 8)	Aditivo 4 (Ens. 1)	Aditivo 4 (Ens. 5)
Viscosidade <i>Stormer</i>	UK	97	99	97	97	99	98	96	95	125
Massa Volumica	g/cm ³	1,092	1,114	1,093	1,086	1,090	1,087	1,057	1,058	1,070
Resistência ao Polimento Seco	UB	1,0	1,1	1,0	1,1	1,1	1,0	1,0	0,7	1,2
Resistência ao Polimento Humido	UB	2,2	1,9	2,1	2,6	2,3	2,4	2,0	1,7	1,9
Brilho 20º	UB	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
Brilho 60º	UB	1,9	1,9	2,0	1,3	1,3	1,4	1,4	1,4	1,6
Brilho 85º	UB	3,0	2,8	3,1	2,7	2,6	2,8	2,5	2,0	2,8
Resistência à Nódosa	UB	2,4	2,0	2,3	2,1	2,0	2,2	2,3	2,1	1,9
Sumo de laranja	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Vinho tinto	-	3	1	3	1	0	2	2	2	1
Café	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Mercuriocromo	-	5	5	5	4	4	4	5	4	5
Tintura de Iodo	-	5	5	5	4	4	5	5	4	3
Ketchup	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Mostarda	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Pudim <i>Flan</i>	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Azeite	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Graxa	-	3	1	2	2	2	2	2	2	1
Lápis	-	5	4	5	5	5	5	5	5	5
Lápis de Cor	-	4	3	4	4	4	4	4	4	3
Lápis de cera	-	4	4	4	4	4	4	4	4	4
Esfereográfica	-	5	5	5	5	5	5	5	5	5
Marcador vulgar	-	2	2	2	2	2	2	2	2	2
Suavidade ao Toque	-	5	5	5	5	4	4	5	5	4
Resistência ao Risco	-	4	4	4	4	4	4	4	4	4

Análise de Resultados e Conclusões

A incorporação da Emulsão 6, na formulação, melhora o seu comportamento relativamente à Resistência à Nódoa, no entanto é uma hipótese a eliminar visto que esta emulsão não é produzida nem comercializada na Península Ibérica, nem na Europa. Analisando os resultados dos Ensaios 8 e 1 comprova-se que a incorporação das Microsféras traduz-se numa diminuição do brilho e no aumento da Resistência à Nódoa da tinta não interferindo na Suavidade ao Toque da película de tinta, tal como o esperado. Sendo assim, considera-se uma aposta bastante promissora. O Ensaio 1 foi considerado um dos ensaios óptimos. A incorporação da combinação de cargas óptima — Carga 6/Carga 3 — e da combinação de agentes mateantes óptima — Mateante 3/Mateante 1 — confere à tinta um aspecto mais mate e aumenta ligeiramente a Resistência à Nódoa (ver ensaios 4, 9 e 3, e 7, 2 e 6). O Ensaio 7 foi considerado um dos ensaios óptimos. O aditivo de superfície Aditivo 6 confere à tinta um aspecto mais mate e aumenta a Resistência à Nódoa, relativamente aos restantes aditivos de superfície. O Ensaio 9 foi considerado um dos ensaios óptimos.

Visto que os Ensaios seleccionados foram três — Ensaio 1, Ensaio 7 e Ensaio 9 — tal como referido anteriormente, decidiu-se ensaiar as correspondentes Bases Bases e testar aplicações práticas de ambas as bases, de modo a testar a possibilidade de substituição das matérias-primas. Dado que o custo de matéria-prima também é um factor importante pediu-se um orçamento aos fornecedores dos produtos envolvidos.

Resultados de Aplicações Práticas das Bases Transparentes e correspondentes Bases Brancas

A Tabela 9 apresenta os resultados das aplicações práticas das Bases Transparentes e correspondentes Bases Brancas dos Ensaios 1, 7 e 9 correspondentes à 3ª fase de selecção de matéria-prima.

Tabela 9. Resultados das aplicações práticas das Bases Transparentes dos Ensaios 1, 7 e 9 da 3ª fase de selecção de matéria-prima, das respectivas Bases Brancas e da formulação Padrão.

Características	Unidades	c/ Carga 3 c/ Mateante 1		
		Aditivo 4		Aditivo 6
		Microsferas (0,40%) (Ens. 1)	(Ens. 7)	(Ens. 9)
Bases Transparentes				
Viscosidade <i>Stormer</i>	UK	95	97	99
Massa Volúmica	g/cm ³	1,058	1,086	1,114
Resistência ao Polimento Seco	UB	0,7	1,1	1,1
Resistência ao Polimento Húmido	UB	1,7	2,6	1,9
Brilho 85°	UB	2,0	2,7	2,8
Resistência à Nódoa	-	2,1	2,1	2,0
Suavidade ao Toque	-	5	5	5
Resistência ao Risco	-	4	4	4
		3,9	4,0	4,1
Aplicabilidade		4	4	4
Opacidade Húmida		3	3	3
Opacidade Seca		4,8	4,8	4,6
Salpicos		3,4	3,5	4,8
Espalhamento		3,7	3,8	3,9
Emendas		4,3	4,3	4,0
Retoques		4,0	4,0	3,8
Aspecto Final		4,3	4,3	4,4
Rendimento	m ² /L	18,8	17,0	18,9
Bases Brancas				
Resistência ao Polimento Seco	UB	0,3	0,4	1,5
Resistência ao Polimento Húmido	UB	1,8	3,1	3,7
Opacidade Seca		90,2	92,4	93,2
Brilho 85°	UB	3,1	4,6	3,4
Resistência à Nódoa	-	2,0	2,1	2,5
Suavidade ao Toque	-	3,0	3,9	3,0
Resistência ao Risco	-	3,0	3,1	3,4
		2,8	3,0	3,7
Aplicabilidade		4	4	4
Opacidade Húmida		3	3	3
Opacidade Seca		2,6	2,6	3,9
Brancura		3,1	2,5	3,8
Salpicos		2,0	4,1	2,9
Espalhamento		3,6	3,2	3,8
Emendas		2,3	2,3	3,8
Retoques		2,2	2,5	3,9
Aspecto Final		2,7	2,5	4,0
Massa Volúmica	g/cm ³	1,210	1,260	1,280
Rendimento	m ² /L	17,0	18,1	14,9

Nota: Os valores relativos às aplicações práticas correspondem à média aritmética dos valores atribuídos por um grupo de 6 avaliadores por apreciação da película de tinta quando aplicada numa placa de fibrocimento isolada com faixas para verificação da opacidade, por um rolo anti-gota. A Aplicabilidade e a Opacidade Húmida são os únicos itens apenas avaliados pelo aplicador. A tinta é aplicada em duas demãos. Na 1ª a tinta é diluída em 10%, e na 2ª demão é diluída em 5%. Classificação: 1 - Mau, 2 - Mediocre, 3 - Suficiente, 4 - Bom e 5 - Excelente.

A Figura 5 apresenta o comportamento reológico da formulação padrão, dos Ensaio 1, 7 e 9 referentes à Base Transparente.

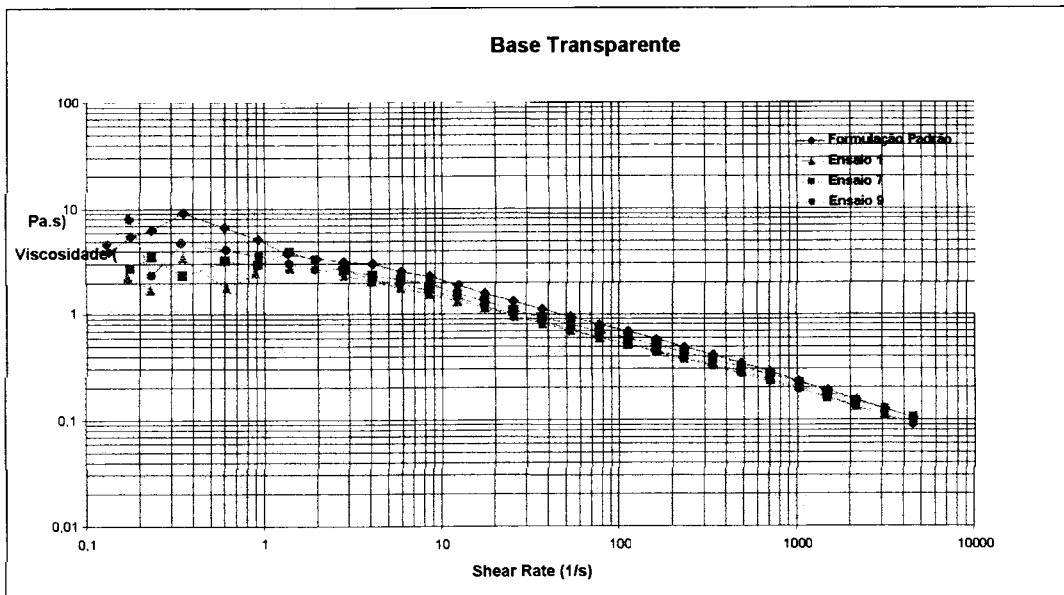


Figura 5. Reograma Viscosidade vs Velocidade de Corte (flowcurve) dos Ensaio 1, 7 e 9 e formulação padrão, na Base Transparente.

A Figura 6 apresenta o comportamento reológico da formulação padrão, dos Ensaio 1, 7 e 9 referentes à Base Branca.

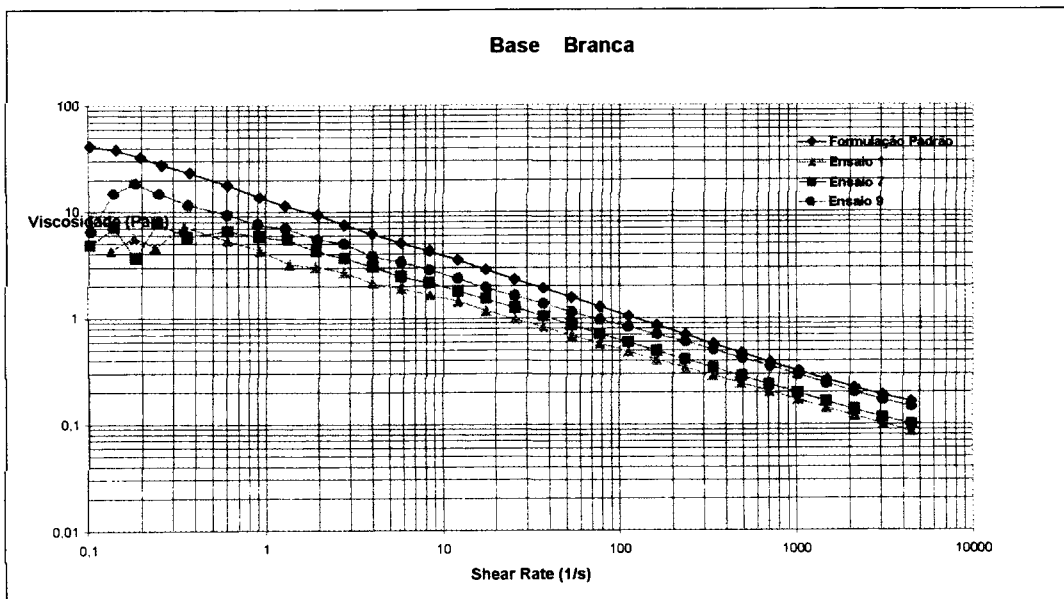


Figura 6. Reograma Viscosidade vs Velocidade de Corte (flowcurve) dos Ensaio 1, 7 e 9 e formulação padrão, na Base Branca.

Análise de Resultados das Aplicações Práticas

Relativamente à Base Transparente, todos os produtos apresentaram um comportamento semelhante.

O Ensaio 9 apresenta um melhor comportamento na grande maioria dos itens analisados que a formulação padrão, e não salpica; no entanto, visto que apresenta um custo de formulação bastante elevado, sendo por isso, uma hipótese a excluir.

Ambos os Ensaio 1 e 7 foram aprovados e, visto serem constituídos pelas mesmas matérias-primas, avança-se para o acerto da formulação e respectiva caracterização do **Ótimo Transparente**.

Relativamente à Base Branca, os Ensaio 1 e 7 revelaram o pior comportamento global dos produtos ensaiados. Tal, poder-se-à dever ao facto das formulações destes produtos diferir bastante da formulação padrão, apresentando a desvantagem de não estar estudada nem tão pouco otimizada. Verifica-se que o comportamento reológico destes ensaios também é demasiado desajustado do comportamento da formulação padrão. O produto com melhor comportamento foi o correspondente ao Ensaio 9, tendo apenas um comportamento menos bom que a formulação padrão no item Salpicos. O comportamento reológico deste ensaio poder-se-à considerar o mais adequado em toda a gama de velocidade de corte: na gama de velocidade de corte $[0,1; 3] \text{ s}^{-1}$, onde se podem aferir as propriedades de escoamento após aplicação, é caracterizada por uma viscosidade intermédia que confere à tinta um bom levelling e espalhamento (superior à formulação padrão) e não ocorrem problemas de escorridos; na gama de velocidade de corte $[3; 10000] \text{ s}^{-1}$, onde se podem aferir as propriedades de aplicação da tinta, é caracterizada por uma viscosidade intermédia que confere à tinta uma resistência à aplicação moderada (note-se que as curvas referentes aos ensaios 1 e 7 apresentam uma viscosidade baixa, nesta gama de velocidades de corte, o que se traduz numa baixa resistência à aplicação e consequentemente num baixo débito de película e numa baixa opacidade).

Visto que o custo da formulação do Ensaio 9 é demasiado elevado, embora seja caracterizado por ter a melhor aplicação prática, o próximo passo é considerar o Ensaio

1 a formulação óptima, aumentar a quantidade dos espessantes e otimizar a formulação da base branca.

Chegou-se à conclusão que a melhor solução seria otimizar as quantidades de matéria-prima do ensaio 1.

Conclusão:

A formulação base será constituída por:

- Resina — Emulsão 3
 - Cargas — Carga 6/Carga 3
 - Agentes Mateantes — Mateante 3/Mateante 1
 - Aditivo de Superfície — Aditivo 4.
- (contribuição das Microsféras)

Optimização

Ótimo da Base Transparente

As formulações relativas aos ensaios da fase de optimização da Base 0505 encontram-se apresentadas no Anexo E.

A Tabela 10 apresenta os resultados da caracterização do Ótimo da Base Transparente.

Tabela 10. Resultados Experimentais relativos ao Ótimo da Base Transparente.

		Ótimo Base Transparente
	Unidades	
Viscosidade <i>Stormer</i>	UK	100
Massa Volúmica	g/mL	1,074
pH	-	8,4
Brilho 85°	UB	1,8
Resistência ao Polimento Seco	UB	0,4
Resistência ao Polimento Húmido	UB	1,4
<i>Rewet</i>		0,1
Resistência as cinzas orgânicas		3,8
Resistência as cinzas inorgânicas		3,6
Resistência à Nódoa	%	1,1
... Sumo de Laranja		0
... Café		0
... Vinho Tinto		2
... Mercuriocromo		3
... Tintura de lodo		5
... Graxa		1
... Mostarda		0
... Ketchup		0
... Pudim		0
... Azeite		0
Suavidade ao Toque		4,5
Resistência ao Risco		4,5
Resistência à Água		10S
Resistência à Amónia		10S
Fissuração "<i>Mudcracking</i>"	-	5/5
Levelling	-	0

Optimização da Base Branca

Para que o programa *Desing Expert 5.05* sugira formulações ótimas relativamente à base branca é necessário que se caracterize formulações definidas a partir duma matriz ortogonal de *Taguchi*. Para tal, é necessário que se defina um intervalo de aceitação de fracção mássica das matérias-primas (variáveis) na formulação de uma tinta. É neste momento que a experiência do formulador é fundamental, nomeadamente, de modo a serem introduzidos limites de variação o mais estreitos possíveis, mas que contenham obrigatoriamente o valor óptimo.

As variáveis de optimização e os correspondentes valores mínimos e máximos encontram-se apresentados na Tabela 11.

Tabela 11. Variáveis e limites de variação.

Mínimo (%)	Matéria-prima	Máximo (%)
19,3	Dióxido de titânio	22
0	Carga 6	5
4	Carga 3	9,5
0	Microsféras	0,5

Mediante os limites de variação o programa sugere 14 experiências, nas quais faz variar os valores atribuídos a cada variável entre o mínimo e o máximo. As experiências (RUN's) são realizadas e caracterizadas em termos de brilho, opacidade seca e resistência ao polimento.

Resultados Experimentais

Os resultados dos testes realizados em laboratório relativos aos 14 ensaios referentes à base branca encontram-se apresentados na Tabela 12.

Tabela 12. Resultados experimentais relativos à caracterização dos ensaios da 1ª fase de optimização da Base Branca.

Características	Unidades	RUN 1	RUN 2	RUN 3	RUN 4	RUN 5	RUN 6	RUN 7	RUN 8	RUN 9	RUN 10	RUN 11	RUN 12	RUN 13	RUN 14
Viscosidade <i>Stormer</i>	UK	89	89	89	89	90	89	89	89	89	89	89	89	91	90
Densidade Prática	g/cm ³	1,252	1,264	1,271	1,244	1,265	1,271	1,250	1,227	1,280	1,207	1,208	1,252	1,251	1,266
Brilho	UB	3,3	4,5	4,5	2,9	4,2	2,7	2,6	2,5	3,4	2,5	2,7	3,7	3,0	3,3
Opacidade Seca	%	93	93	93	93	94	93	93	93	93	93	93	94	94	93
Resistência ao Polimento	UB	2,8	2,8	3,0	2,3	3,5	2,3	2,6	2,4	2,6	2,1	2,0	3,1	2,8	3,1
Densidade Teórica	g/cm ³	1,281	1,309	1,309	1,269	1,298	1,276	1,255	1,248	1,295	1,248	1,264	1,299	1,273	1,292

A caracterização dos ensaios é introduzida no programa *Desing Expert 5.05* e a apresentação dos óptimos sugeridos são relativos à importância atribuída a cada característica. O programa sugeriu a realização e a caracterização de quatro possíveis óptimos com diferentes constituições.

Os resultados dos testes realizados em laboratório relativos aos quatro possíveis Óptimos da base Transparente encontram-se apresentados na Tabela 13.

Tabela 13. Resultados experimentais relativos à caracterização dos quatro possíveis Óptimos da Base Branca.

		Óptimos			
		1	2	3	4
Viscosidade Stormer	Unidades UK	102	100	100	100
Massa Volúmica	g/cm ³	1,260	1,249	1,252	1,250
pH	-	8,6	8,7	8,8	8,6
Rendimento 98%		8,6	8,6	8,6	8,5
Brilho 85°	UB	2,2	2,2	2,3	2,3
Opacidade Seca	%	94	94	94	94
Índice de Brancura	%	81,7	82,3	82,4	82,6
Índice de Amarelecimento	%	2,8	2,6	2,6	2,5
Resistência ao Polimento Seco	UB	0,4	0,3	0,3	0,3
Resistência ao Polimento Húmido	UB	2,7	2,4	2,4	2,3
Rewet		0,3	0,3	0,3	0,4
Resistência as cinzas orgânicas		4,8	4,6	4,5	5,0
Resistência as cinzas inorgânicas		4,3	4,5	4,3	5,1
Resistência à Nódoa	%	2,1	2,1	2,5	2,2
... Sumo de Laranja		0	0	0	0
... Café		1	2	3	2
... Vinho Tinto		4	3	4	4
... Mercuriocromo		4	4	5	5
... Tintura de Iodo		4	4	5	4
... Graxa		2	2	2	2
... Mostarda		3	3	3	2
... Ketchup		1	1	1	1
... Pudim		1	1	1	1
... Azeite		1	1	1	1
Suavidade ao Toque		3,7	3,4	4,1	3,9
Resistência ao Risco		3,3	3,7	3,4	3,4
Resistência à Água		10S	10S	10S	10S
Resistência à Amónia		10S	10S	10S	10S
Fissuração "Mudcracking"		5	5	5	5
Levelling		0	0	0	0
Ensaio pós-estabilidade *					
Sinerese	mm	1	1	1	1
Viscosidade Stormer	UK	109	107	106	108
Massa Volúmica	g/cm ³	-	1,268	-	1,268
pH	-	6,6	6,7	6,8	6,8
Índice de Brancura	%	-	78,7	-	79,7
Índice de Amarelecimento	%	-	3,6	-	3,3

* = em nenhuma das tintas se observou existência de peles e todas se caracterizaram de fácil homogeneização.

Análise de Resultados e Conclusões

Considerou-se que o **Ótimo Transparente** atingiu, em pleno os objectivos traçados no início do projecto e permite uma diminuição de custo de cerca de 11%.

O **Ótimo Branco** (Ótimo 4 da Base Branca) corresponde ao ótimo que, globalmente, é dotado de melhores propriedades e atinge a maioria dos objectivos traçados no início do projecto. Esta tinta, em substituição da tinta *Cashmere*, permite uma diminuição nos custos de matéria-prima de cerca de 11 %.




prodep III

Mais Educação



UNIÃO EUROPEIA
Fundo Social Europeu



FACULDADE DE ENGENHARIA
UNIVERSIDADE DO PORTO

BIBLIOTECA



0000088430

Nome: Isabel Odete Marques Cardoso Correia

Curso: Eng. Química

Datas: 9/16/2002 a 3/15/2003

Tema: Desenvolvimento duma nova tinta de base aquosa para interior

Empresa: CIN - Corporação Industrial do Norte, SA

Concurso: 306/012-03 - PRODEPII - Medida 3/Ação 3.2 - Estágios



Mais Educação



UNIÃO EUROPEIA
Fundo Social Europeu



FACULDADE DE ENGENHARIA
UNIVERSIDADE DO PORTO

BIBLIOTECA



0000088430

Nome: Isabel Odete Marques Cardoso Correia

Curso: Eng. Química

Datas: 9/16/2002 a 3/15/2003

Tema: Desenvolvimento duma nova tinta de base aquosa para interior

Empresa: CIN - Corporação Industrial do Norte, SA

Concurso: 306/012-03 - PRODEPII - Medida 3/Ação 3.2 - Estágios