

# Dispersão de pigmentos da DuPont em líquidos

O processo de dispersão de pigmentos em um líquido pode ser dividido em três fases:

Fase	Medida por
Umedecimento inicial	Tempo de mistura
Quebra dos agregados e aglomerados	Fineza, brilho, poder de tingimento, transparência
Floculação	Suspensão, consistência, brilho, cobertura, fineza sob microscópio, teste do conjunto parcial de tingimento

Essa classificação é útil porque a experiência demonstra que um pigmento pode ser diferente de outro em uma ou mais dessas etapas do processo de dispersão. Contudo, as três fases nem sempre são consideradas por usuários de pigmentos; conseqüentemente, um pigmento pode ser descrito com freqüência simplesmente como “baixas propriedades de dispersão”, independentemente da fase específica em que realmente ele apresenta a deficiência.

## Aspectos práticos da dispersão em líquidos

### Umedecimento inicial

É virtualmente impossível dispersar um material em um líquido que não umedeça a superfície do material, por exemplo, o estearato de alumínio em água. No entanto, a maioria dos pigmentos comerciais é bem umedecida pelos veículos utilizados e diferem de maneira significativa apenas com relação às suas taxas de umedecimento. Normalmente, isso fica evidente nos últimos estágios da fabricação de uma pasta sólida; porque, nesse estágio da mistura, há apenas uma pequena quantidade de líquido livre disponível para fazer contato com os acréscimos finais de pigmento seco.

### Quebra dos agregados e aglomerados

Os vários tipos de pigmentos diferem consideravelmente com relação à dureza dos agregados e dos aglomerados que contêm. Diz-se que os torrões em qualquer pigmento se quebram de acordo com a etapa à medida que aumenta o cisalhamento ou o estresse do impacto sobre as partículas. Devido às várias combinações de frações fracas e fortes nos pigmentos, um pigmento pode proporcionar fineza superior à de outro quando submetido a um baixo nível de estresse de cisalhamento, mas pode ser inferior em um cisalhamento mais alto. Por esse motivo, as classificações em vários níveis diferentes de estresse de cisalhamento são necessárias para fazer-se uma avaliação abrangente da facilidade de dispersão.

Uma característica secundária de um pigmento que, com freqüência, afeta sua facilidade de dispersão são suas propriedades de produção e consistência. Em alguns moinhos, o estresse em

cada aglomerado é aplicado através do meio da própria pasta; conseqüentemente, se a pasta for pouco espessa, não será possível aplicar um estresse muito grande aos aglomerados. Por exemplo, é difícil obter boa fineza em um misturador industrial para massa com alguns pigmentos e veículos porque, mesmo com alta pigmentação, uma condição floculada que produza uma pasta cisalhada impede a aplicação de alto nível de estresse aos aglomerados individuais. A aplicação precisa dos dados de consistência para formular e prever o desempenho em um moinho em particular é muito complexa, mas mesmo uma quantidade limitada de informações sobre a consistência muitas vezes é útil para antecipar ou explicar os efeitos da dispersão em vários moinhos. Muitos estudos sobre dispersão são basicamente estudos sobre a criação de várias consistências e de como essas consistências estão relacionada à dispersão em determinados moinhos.

### Floculação

A extensão na qual as partículas de pigmento se agrupam em blocos soltos, ou flocos, após ação dispersiva é essencialmente uma função da natureza da superfície do pigmento e da polaridade do veículo. O moinho usado ou a fineza da trituração obtida aparentemente não causam nenhum efeito acentuado. Conforme mencionado anteriormente, a floculação pode ser um fator poderoso durante a trituração devido a seu efeito sobre a consistência e, conseqüentemente, sobre a fineza obtida. A floculação é classificada aqui como uma fase de dispersão, porque um pigmento realmente apresenta “má dispersão” quando não é subdividido em seu tamanho mínimo (independentemente de os torrões presentes consistirem em agregados duros ou floculados macios). Como esses dois tipos de má dispersão têm efeitos bastante diferentes, é preciso fazer uma clara distinção entre eles. A floculação pode ter efeitos indesejados sobre a cobertura e o brilho, mas efeitos desejáveis sobre a suspensão.

Os veículos de composição semelhante podem variar consideravelmente quanto ao poder de desfloculação do pigmento, provavelmente por causa das diferenças em alguns dos constituintes de menor importância não observadas na análise média. A consistência semelhante à da manteiga apresentada por uma pasta floculada torna-a fácil de manipular, mas essa pasta não apresenta bom desempenho no equipamento de trituração. A massa macia e volumosa com pigmento sedimentado característica de um sistema floculado é, normalmente, mais desejável do que o bolo duro e fino característico de um sistema dispersado; mas o líquido transparente e superflutuante geralmente presente em sistemas floculados por ser, algumas vezes, questionável.

## **Determinação do grau de dispersão em líquidos**

A maneira mais direta de determinar se os agregados foram reduzidos em tamanho a um nível desejado é medir o tamanho das partículas no produto acabado. Isso pode ser feito com um medidor de fineza, um microscópio ou um de vários dispositivos desenvolvidos para medição de tamanho de partículas finas.

Alguns efeitos, como o baixo poder de tingimento, podem existir em bons níveis de fineza se houver flocculação suficiente. Provavelmente, o método mais comum de medir a flocculação relativa em um líquido é observando-se as diferenças entre as quantidades e os tipos de sedimentação que ocorrem durante o envelhecimento do produto acabado. Outros métodos, como o exame microscópico, podem ser usados. Com os tingimentos, esfregar levemente um filme úmido quando estiver parcialmente seco é uma prática bastante comum. Um escurecimento indica uma provável desfloculação da cor, enquanto um clareamento indica uma provável desfloculação do branco. Se não houver alteração, isso indica a probabilidade de que ambos os pigmentos foram bem desfloculados antes do esfregaço, mas também que ainda há a possibilidade de que ambos os pigmentos tenham sido homogeneamente desfloculados pelo esfregaço. É difícil classificar quantitativamente a desfloculação. Os floculados raramente aparecem como partículas em um medidor de fineza porque eles são quebrados pela ação de cisalhamento do raspador.

O material nas seções a seguir descreve brevemente vários tipos de equipamentos de dispersão e as respectivas áreas gerais de utilidade. Em alguns casos, são feitos comentários sobre os problemas relacionados à operação e à formulação de bases para um determinado tipo de equipamento.

## **Misturador de alta velocidade — dissolvidor de Cowles**

Um dissolvidor de Cowles é um misturador com potência e força suficiente para ser operado em relativamente altas velocidades usando-se uma pasta razoavelmente espessa. O Cowles de laboratório normalmente é operado em cerca de 5.000 rpm, mas pode ser reduzido a aproximadamente 2.000 rpm para redução de pastas ou outros objetivos. O agitador é uma lâmina plana e circular serrilhada na periferia. Uma velocidade periférica de cerca de 1.200 m/min é normalmente recomendada para melhor dispersão. Obtém-se os melhores resultados para desenvolvimento de fineza quando as condições fazem com que a pasta gire em torno da lâmina assumindo a forma de uma rosca. Embora seja possível que as temperaturas dos lotes subam rapidamente, as camisas de esfriamento não são usadas com frequência nos tanques porque a fineza máxima normalmente pode ser obtida entre 5 e 10 minutos ou antes de que as temperaturas excessivas sejam atingidas. Neste tipo de equipamento, o estresse sobre os aglomerados é transmitido pela pasta, que deve ter alta consistência caso se queira obter uma boa fineza.

## **Misturador de alta velocidade — “disperser” de Hockmeyer**

Este misturador é semelhante ao de Cowles, com a diferença de que vários tipos de lâminas estão disponíveis. Um tipo possui várias fendas estreitas na periferia. Supostamente, a passar por essas fendas, a pasta cria considerável cisalhamento nos aglomerados. Nossos resultados de laboratório indicam que os resultados finais são comparáveis àqueles obtidos com um Cowles, mas requer uma consistência menos espessa.

## **Triturador de areia**

O triturador de areia dispersa ao agitar uma mistura de pigmento e veículo com rotores de disco na presença de areia grossa. Os rotores, normalmente feitos em ligas metálicas resistentes à abrasão, são acoplados a um eixo vertical girando a 2.400 rpm (para rotores com 7,5 cm de diâmetro). A proporção entre base do moedor e a areia é preferencialmente 1/1 por volume. A consistência é semelhante àquela usada em moedores de cascalho.

Em processos em lote feitos em laboratório, o pigmento e o veículo são previamente misturados durante alguns minutos em equipamento apropriado. Em seguida, a areia é adicionada e a mistura continua por aproximadamente 1 minuto. O lote é, então, triturado com os rotores, com circulação de água de resfriamento ao redor do contêiner para manter a temperatura constante e não muito alta. Ao dispersar o  $TiO_2$ , obtém-se boa fineza entre 5 e 10 minutos; um período mais longo de trituração não a melhora sensivelmente. A mistura é removida e peneirada em uma tela de malha 40–60 para remover a areia.

Em processos contínuos em laboratórios ou fábricas, as bases pré-misturadas são alimentadas continuamente na unidade trituradora que contém a areia e peneiradas constantemente da unidade através de uma tela para reter a areia. A maioria das unidades são alimentadas por baixo por uma bomba e o escoamento é feito pela parte superior.

Em geral, as propriedades de mistura do pigmento não são importantes porque a base de trituração não possui consistência pesada, mas se uma pré-mistura contiver muitos torrões pequenos, pode-se fazer necessário ter um tempo de retenção ligeiramente maior na unidade trituradora para obter uma determinada fineza. Torrões grandes e duros não podem ser triturados porque as pequenas partículas de areia não podem agir sobre eles de maneira apropriadamente.

A consistência do  $TiO_2$  triturado não é extremamente importante, mas se a base for muito espessa ou muito fina devido a erros de formulação ou de controle da temperatura, o resultado poderá ser fineza insuficiente. Um lote pouco espesso também pode ser descolorido através de abrasão excessiva dos rotores. No processo em lote feito no laboratório, se houver flocculação do pigmento, será difícil separar a areia da mistura triturada porque a mistura não terá bom escoamento sob a influência da gravidade.

## **Moinhos a cilindros**

Os moinhos de três e de cinco cilindros são bastante comuns na indústria de revestimentos. Os moinhos de dois cilindros são comuns nas indústrias de

borracha e plástico e, às vezes, são empregados na indústria de revestimentos para dispersar cores e obter o máximo de transparência em vernizes. Esses moinhos dispersam ao passar uma pasta pré-misturada entre cilindros metálicos dispostos muito próximos um do outro que giram em velocidades diferentes. Uma boa pré-mistura é essencial porque quaisquer torrões de pigmento grandes e secos que forem quebrados nos cilindros tendem a formar torrões menores e secos que aparecem no produto acabado. Esses torrões secos podem riscar os cilindros devido à falta de lubrificação normalmente fornecida às partículas do pigmento pelo veículo líquido. Uma maneira de obter uma boa pré-mistura é fazê-la em uma consistência muito grossa por um curto período antes de acrescentar líquido suficiente para obter a consistência desejada para moagem a cilindros.

A eficiência da trituração depende bastante da consistência da base de moagem, mas as características exatas de consistência necessária nunca foram definidas. Tais propriedades indefinidas, como “pegajosidade” e “efeitos visco-elásticos” devem ser consideradas juntamente com o valor de rendimento, a pseudoplasticidade, a dilatância e outras medidas comuns de consistência. As pastas altamente floculadas deslizam nos cilindros e são pouco trituradas. As pastas dilatantes podem sobrecarregar o moedor e queimar os fusíveis que protegem os motores elétricos. Nossos testes em laboratório demonstraram que a concentração do pigmento pode ser essencial. Isso pode estar relacionado com as alterações na consistência, porém, a trituração de uma partícula de pigmento contra outra também pode desempenhar um papel.

Não é fácil definir o espaço entre os cilindros para obter os resultados desejados. No laboratório, às vezes, usa-se calços antes de iniciar o moedor. Alguns cilindros são controlados por pressão hidráulica, e a pressão do medidor com o moedor carregado e operacional é usada para reproduzir as configurações. Provavelmente, a maioria das configurações é feita por um operador, e depende dos olhos, ouvidos e experiência anterior dessa pessoa para atingir os resultados desejados. Se pretende-se obter resultados reproduzíveis, deve-se controlar a temperatura da água de resfriamento que circula entre os cilindros. É uma boa idéia usar uma temperatura superior ao ponto de condensação para evitar a condensação de umidade nos cilindros.

A fineza obtida varia consideravelmente, dependendo da configuração e do número de ciclos usado. Às vezes, um tipo de  $TiO_2$  é superior a outro em uma configuração apertada, mas é inferior ao mesmo em uma configuração mais frouxa.

### **Moinhos de cascalho**

Os moinhos de cascalho são comuns hoje em dia, embora sejam um dos tipos de moinho mais antigos. Eles produzem um triturado fino a um baixo custo e com o mínimo de mão-de-obra. Uma variedade de recipientes e invólucros com vários revestimentos estão disponíveis. O meio de trituração pode ser cascalho de sílex natural ou “bolas” de porcelana sintética fabricadas em vários tamanhos, formatos e densidades.

A trituração mais rápida é obtida com o moinho cheio pelo meio com cascalho (incluindo os vácuos em seu redor), com apenas a carga suficiente para preencher esses vácuos. A carga ocupará apenas cerca de 20% do volume total do moinho. O cascalho deve ser o menor e mais pesado possível do ponto de vista prático; um diâmetro médio adequado é cerca de 2,5 cm. Uma mistura de tamanhos não é recomendável. A velocidade rotacional deve estar entre 50% e 80% da velocidade crítica, ou seja, a velocidade na qual o cascalho, sem carga, são mantidos presos ao invólucro pela força centrífuga. Uma pequena sobrecarga não retarda radicalmente a trituração e pode ser aconselhável se o moinho só puder ser aberto em intervalos predeterminados, por exemplo, a cada 24 h.

Ao longo dos anos, vários trabalhos foram realizados sobre as formulações de bases de trituração de moinhos de cascalho porque os resultados obtidos são definitivamente uma função da consistência e de outros fatores relacionados à formulação da base de trituração. A melhor prática, pelo menos para o  $TiO_2$ , é usar apenas a quantidade de polímero suficiente para desflocular o pigmento e a quantidade de solvente necessária para produzir uma consistência, cerca de 60 a 80 K.U. que causará o escoamento do cascalho. Uma das vantagens de usar uma alta proporção entre pigmento e aglutinante em moinhos de cascalho é o elevado rendimento por lote do pigmento triturado.

Boa fineza pode ser obtida com o  $TiO_2$  em duas horas, mas os lotes, por vezes, são operados durante 72 horas, se for desejado obter uma fineza excepcional. O brilho nem sempre acompanha a fineza. É concebível que a degradação do veículo, por exemplo, a precipitação incipiente de resina através da oxidação, possa afetar o brilho bem como o grau de dispersão do pigmento. A floculação pode ocasionar problemas porque a massa estufada resultante normalmente não permitirá a ação correta do cascalho.

A velocidade de mistura raramente é um fator. No entanto, o carregamento de grandes quantidades do pigmento seco pode ser importante quando não houver espaço suficiente no moinho para carregar todo o pigmento em um lote sem que seja necessário umedecê-lo com a rotação do moinho algumas vezes. Se um pigmento semelhante com um volume seco menor puder ser obtido, esse processo de umedecimento poderá ser eliminado.

### **Redução das bases de moagem**

Quando os veículos e os solventes necessários para fabricar um produto acabado são acrescentados a uma base de moagem triturada, é melhor adicionar os líquidos redutores lentamente com agitação adequada. A redução rápida pode fazer com que a base de moagem rígida se quebre em pedaços pequenos ou grandes que não podem ser quebrados pelos agitador por conta ambiente líquido relativamente fino dos pedaços.

Às vezes, mesmo com uma redução lenta e uma boa agitação, várias partículas grossas e bem duras são criadas quando a base de moagem é reduzida. Esse fenômeno é chamada com frequência de “choque”. O líquido redutor, em vez de misturar e diluir

a base de moagem, parece sugar o veículo ou, possivelmente apenas o solvente, da base de moagem, deixando o pigmento relativamente seco. Esse efeito pode ser observado esfregando-se uma camada de base de moagem em um painel e cobrindo-a com uma camada de líquido redutor. Em alguns minutos, se houver a tendência para “choque”, a base de moagem se tornará rígida e seca; formando, com certa frequência, rachaduras, como aquelas vistas em lama ressecada. A vulnerabilidade ao “choque” não parece ser dependente do tipo do pigmento.

O mecanismo exato do “choque” não foi claramente estabelecido. Em geral, ele ocorre quando o conteúdo de resina é consideravelmente maior no líquido redutor do que no veículo da base de moagem. O acréscimo de solvente puro a uma base de moagem raramente, ou jamais, produzirá “choque”. Os solventes específicos usados nos veículos de trituração e redutores também podem ter algum efeito. É mais provável que o “choque” seja um

problema quando o veículo na base de moagem tiver um conteúdo muito baixo de sólidos de resina. Essas bases de moagem provavelmente são usadas em moinhos de cascalho para triturar rapidamente. Essa técnica de trituração é também conhecida como trituração com lama”.

Normalmente, o “choque” pode ser evitado com a utilização de um veículo de base de moagem com teor de sólidos de resina igual ou superior ao do veículo de redução. Se não for possível evitar o “choque”, normalmente pode-se usar algum tipo de moagem após a redução para dispersar os aglomerados formados durante a redução.

Normalmente isso não é difícil em moagem a cascalho porque pode ser feito acrescentando-se os líquidos redutores ao moinho e dando-se continuidade à moagem por meia hora, aproximadamente, antes de esvaziá-lo. Como em muitas operações é muito inconveniente moer após a redução, é melhor evitar o “choque”, se possível.

#### Escalas do medidor de fineza\*

Escala do PC**	Escala do Hegman	Profundidade do canal (diâmetro de partícula aprox.)		Escala do PC**	Escala do Hegman	Escala do medidor de trituração NPIRI	Profundidade do canal (diâmetro de partícula aprox.)	
		mil	µm (aprox.)				mil	µm (aprox.)
0,00	0,0	4,0	100	5,25	4,2		1,9	
0,25	0,2	3,9		5,50	4,4		1,8	45
0,50	0,4	3,8	95	5,75	4,6		1,7	
0,75	0,6	3,7		6,00	4,8		1,6	40
1,00	0,8	3,6	90	6,25	5,0		1,5	
1,25	1,0	3,5		6,50	5,2		1,4	35
1,50	1,2	3,4	85	6,75	5,4		1,3	
1,75	1,4	3,3		7,00	5,6		1,2	30
2,00	1,6	3,2	80	7,25	5,8		1,1	
2,25	1,8	3,1		7,50	6,0	10	1,0	25
2,50	2,0	3,0	75	7,75	6,2	9	0,9	
2,75	2,2	2,9		8,00	6,4	8	0,8	20
3,00	2,4	2,8	70	8,25	6,6	7	0,7	
3,25	2,6	2,7		8,50	6,8	6	0,6	15
3,50	2,8	2,6	65	8,75	7,0	5	0,5	
3,75	3,0	2,5		9,00	7,2	4	0,4	10
4,00	3,2	2,4	60	9,25	7,4	3	0,3	
4,25	3,4	2,3		9,50	7,6	2	0,2	5
4,50	3,6	2,2	55	9,75	7,8	1	0,1	
4,75	3,8	2,1		10,00	8,0	0	0,0	0
5,00	4,0	2,0	50					

(1,25)(Hegman) = PC

10-(0,25)(mil) = PC

10-(0,25)(NPIRI) = PC

10-(0,1)(µm) = PC (aprox.)

(Federação das Sociedades para Tecnologia de Tintas)

\*Consulte Métodos de teste padrão ASTM do teste D-1210

\*\*Proposto pela Federation of Societies for Paint Technology

## DuPont Titanium Technologies

Chestnut Run Plaza 728/1229

P.O. Box 80728

Wilmington, DE 19880-0728

+1 (302) 992-5166 +1 (800) 441-9485

Fax: +1 (302) 999-5184

www.titanium.dupont.com

As informações aqui contidas são fornecidas gratuitamente e se baseiam em dados técnicos que a DuPont acredita serem confiáveis. Pretende-se que essas informações sejam usadas por pessoas com qualificação técnica, por risco próprio. Como as condições de uso estão fora de nosso controle, não concedemos garantias, explícitas ou implícitas, nem assumimos qualquer responsabilidade resultante do uso dessas informações. Nada do que foi expresso neste documento pode ser interpretado como licença para operar nem como uma recomendação para infringir quaisquer patentes.

O logotipo ovalado da DuPont, DuPont™, The miracles of science® e Ti-Pure® são marcas comerciais ou marcas registradas da DuPont.

Copyright © 2002 E.I. du Pont de Nemours and Company. Todos os direitos reservados.



(4/02) P-200067 Impresso nos EUA.

[Substitui: E-77718-1]

Nº do novo pedido: E-77718-2]

The miracles of science™