

23° PRÊMIO ABRAFATI DE CIÊNCIA EM TINTAS

AJUSTE DA FORÇA DE TINGIMENTO EM DISPERSÕES DE  
PIGMENTO ATRAVÉS DA TÉCNICA DE TRANSMITÂNCIA EM  
EQUIPAMENTO ESPECÍFICO

2022

## RESUMO

Nas últimas décadas, o setor da indústria de tintas enfrenta uma crescente demanda por produtos com cada vez mais qualidade e mais sustentáveis de maneira que a cadeia produtiva seja melhorada como um todo. No entanto, as margens de contribuição estão cada vez mais pressionadas devido à forte competição entre os fabricantes.

De maneira a contornar essa questão, o presente trabalho propõe o uso da técnica inédita de Transmissão da Luz através de amostras *in natura* de dispersões de pigmentos para controle da Força de Tingimento, utilizando o equipamento denominado *Transmicell*. Tendo em vista que as dispersões de pigmentos apresentam uma alta opacidade, estes produtos têm como característica o bloqueio quase total da luz. Desta forma, esta técnica que permite a Transmissão da Luz através de tintas e concentrados é única e completamente inovadora, quebrando paradigmas existentes na Indústria de Tintas.

Através dessa nova metodologia, é possível discriminar diferenças muitas vezes não perceptíveis nos testes tradicionais através da técnica de reflexão a seco. As diferenças de Força de Tingimento entre os lotes possibilitam a realização de ajustes, estimados através de curvas de resposta geradas para cada produto, utilizando com referência o limite inferior de especificação desta propriedade.

A medida da Força de Tingimento pelo método convencional, via reflexão, é realizada de forma manual, aplicando o produto à uma espessura fixa predeterminada e realizando a cura prévia do material para que a película de revestimento possa ser medida utilizando um espectrofotômetro de reflexão. Essa técnica demonstra uma baixa sensibilidade e um R&R pobre, dificultando o seu uso para um ajuste de uma propriedade tão importante.

Neste estudo, as dispersões de pigmentos foram ajustadas utilizando a Transmissão da Luz para o acerto da Força de Tingimento, comprovando a sua eficácia e sensibilidade, demonstrada através da aplicação do lote ajustado em cartela ao lado do lote definido como padrão. Desta forma, o estudo demonstra a possibilidade de expressivos ganhos em qualidade, redução de custo variável e redução no tempo de controle de produção para a Indústria de Tintas.

# SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO.....</b>	<b>8</b>
<b>2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA .....</b>	<b>10</b>
2.1 RADIAÇÃO ELETROMAGNÉTICA .....	10
2.2 FENÔMENO DA REFLEXÃO .....	11
2.3 MEDIDA DA FORÇA DE TINGIMENTO ATRAVÉS DO MÉTODO DE REFLEXÃO EM CARTELA .....	12
2.4 <i>TRANSMICELL</i> .....	13
2.5 COMPONENTES DA <i>TRANSMICELL</i> .....	17
2.5.1 Tanque Amostrador .....	17
2.5.2 Seringas Dosadoras .....	18
2.5.3 Micromixer .....	18
2.5.4 Célula de Leitura .....	19
2.5.5 Espectrofotômetro .....	20
2.5.6 Filtros Ópticos .....	21
2.5.7 Software de Supervisão .....	22
2.6 MEDIDA DA FORÇA DE TINGIMENTO EM DISPERSÕES DE PIGMENTOS UTILIZANDO A TÉCNICA DE TRANSMISSÃO DA LUZ.....	23
<b>3 METODOLOGIA.....</b>	<b>28</b>
<b>4 RESULTADOS .....</b>	<b>32</b>
4.1 FABRICANTE A.....	32
4.2 FABRICANTE B .....	38
4.3 FABRICANTE C .....	43
4.4 FABRICANTE D.....	48
4.5 RESULTADOS GERAIS .....	53
<b>5 DISCUSSÃO DOS RESULTADOS E CONCLUSÕES.....</b>	<b>55</b>
5.1 SIGNIFICÂNCIA TÉCNICA .....	55
5.2 SIGNIFICÂNCIA ECONÔMICA .....	56
5.3 SIGNIFICÂNCIA AMBIENTAL.....	57
5.4 CONCLUSÕES.....	58
<b>6 REFERÊNCIAS.....</b>	<b>60</b>

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1 - Exemplos de intensidade da Força de Tingimento.....	9
Figura 2.1.1 - O espectro eletromagnético.....	10
Figura 2.2.1 - Fenômeno do espalhamento resultante da refração, difusão e difração.....	11
Figura 2.3.1 - Espectrofotômetro Datacolor Check 3.....	13
Figura 2.4.1 - Equipamento <i>Transmicell V2</i> .....	14
Figura 2.4.2 - Esquema simplificado da leitura por Transmissão.....	15
Figura 2.4.3 - Exemplo de uma curva de Transmissão com 5 leituras da mesma amostra.....	15
Figura 2.4.4 - Exemplo de curvas de Transmissão de dois produtos diferentes.....	16
Figura 2.4.5 - Estudo de valor percentual de R&R do equipamento <i>Transmicell</i> .....	17
Figura 2.5.1 - Tanque amostrador da <i>Transmicell</i> .....	17
Figura 2.5.2 - Seringas dosadoras volumétricas de alta precisão.....	18
Figura 2.5.3 - Câmara do <i>micromixer</i> .....	19
Figura 2.5.4 - Célula de leitura da <i>Transmicell</i> .....	20
Figura 2.5.5 - Espectrofotômetro de duplo feixe e fonte luminosa.....	21
Figura 2.5.6 - Conjunto de filtros ópticos.....	22
Figura 2.5.7 - Interface do processo para controle do usuário.....	23
Figura 2.6.1 - Comportamento da luz frente ao meio de dispersão de pigmentos.....	24
Figura 2.6.2 - Dependência do tamanho da partícula com a interação da luz em diferentes comprimentos de onda.....	24

Figura 2.6.3 - Evolução da Transmissão com o aumento da energia específica empregada na dispersão.....	25
Figura 2.6.4 - Aplicações em cartela e evolução da Força de Tingimento de lotes com diferentes energias específicas empregadas na dispersão.....	26
Figura 2.6.5 - Extensão em vidro de um produto preto que apresenta um alto nível de floculação.....	27
Figura 2.6.6 - Imagem microscópica da extensão em vidro de um produto preto que apresenta um alto nível de floculação.....	27
Figura 3.1 - Exemplo de curvas de diluição para do Fabricante B.....	30
Figura 3.2 - Exemplo de curva de Regressão para o Fabricante B.....	30
Figura 3.3 - Exemplo do ajuste da Força de Tingimento utilizando a <i>Transmicell</i> .....	31
Figura 4.1.1 - Espectros de Transmissão para os cinco lotes de concentrado azul do Fabricante A.....	32
Figura 4.1.2 – Transmissão no pico de 420nm dos cinco lotes do Fabricante A.....	32
Figura 4.1.3 - Diferença de Transmissão entre os lotes de maior e menor Força de Tingimento do Fabricante A.....	33
Figura 4.1.4 - Extensão em cartela do corte com branco dos lotes de maior e menor Transmissão para o Fabricante A.....	34
Figura 4.1.5 - Comparativo de sensibilidade da medida de Força de Tingimento em Transmissão versus Reflexão para o Concentrado Azul.....	35
Figura 4.1.6 – Gradiente de incremento mássico de resina para o Fabricante A.....	35
Figura 4.1.7 - Variação da Transmissão no pico de 420 nm com a adição de percentual de resina.....	36
Figura 4.1.8 - Ajuste da Força de Tingimento para o Fabricante A utilizando a <i>Transmicell</i> .....	36

Figura 4.1.9 - Aplicação em cartela para verificação da Força de Tingimento do lote ajustado e do lote no limite inferior da especificação do Fabricante A.....	37
Figura 4.2.1 - Espectros de Transmissão para os cinco lotes de concentrado amarelo do Fabricante B.....	38
Figura 4.2.2 – Transmissão no pico de 620nm dos cinco lotes do Fabricante B.....	38
Figura 4.2.3 - Diferença de Transmissão entre os lotes de maior e menor Força de Tingimento do Fabricante B.....	39
Figura 4.2.4 - Extensão em cartela do corte com branco dos lotes de maior e menor Transmissão para o Fabricante .....	39
Figura 4.2.5 - Comparativo de sensibilidade da medida de Força de Tingimento em Transmissão versus Reflexão para o Concentrado Amarelo Ouro .....	40
Figura 4.2.6 – Gradiente de incremento mássico de resina para o Fabricante B.....	40
Figura 4.2.7 - Variação da Transmissão no pico de 620 nm com a adição de percentual de resina.....	41
Figura 4.2.8 - Ajuste da Força de Tingimento para o Fabricante B utilizando a <i>Transmicell</i> .....	41
Figura 4.2.9 - Aplicação em cartela para verificação da Força de Tingimento do lote ajustado e do lote no limite inferior da especificação do Fabricante B.....	42
Figura 4.3.1 - Espectros de Transmissão para os cinco lotes de concentrado branco do Fabricante C.....	43
Figura 4.3.2 – Transmissão no pico de 590nm dos cinco lotes do Fabricante C.....	43
Figura 4.3.3 - Diferença de Transmissão entre os lotes de maior e menor Força de Tingimento do Fabricante C.....	44
Figura 4.3.4 - Extensão em cartela do corte com preto dos lotes de maior e menor Transmissão para o Fabricante C.....	44

Figura 4.3.5 - Comparativo de sensibilidade da medida de Força de Tingimento em Transmissão versus Reflexão para o Concentrado Branco.....	45
Figura 4.3.6 – Gradiente de incremento mássico de resina para o Fabricante C.....	45
Figura 4.3.7 - Variação da Transmissão no pico de 590 nm com a adição de percentual de resina.....	46
Figura 4.3.8 - Ajuste da Força de Tingimento para o Fabricante C utilizando a <i>Transmicell</i> .....	46
Figura 4.3.9 - Aplicação em cartela para verificação da Força de Tingimento do lote ajustado e do lote no limite inferior da especificação do Fabricante C.....	47
Figura 4.4.1 - Espectros de Transmissão para os cinco lotes de concentrado preto do Fabricante D.....	48
Figura 4.4.2 – Transmissão no pico de 690 nm dos cinco lotes do Fabricante D.....	48
Figura 4.4.3 - Diferença de Transmissão entre os lotes de maior e menor Força de Tingimento do Fabricante D.....	49
Figura 4.4.4 - Extensão em cartela do corte com branco dos lotes de maior e menor Transmissão para o Fabricante D.....	49
Figura 4.4.5 - Comparativo de sensibilidade da medida de Força de Tingimento em Transmissão versus Reflexão para o Concentrado Preto.....	50
Figura 4.4.6 – Gradiente de incremento mássico de resina para o Fabricante D.....	50
Figura 4.4.7 - Variação da Transmissão no pico de 690 nm com a adição de percentual de resina.....	51
Figura 4.4.8 - Ajuste da Força de Tingimento para o Fabricante D utilizando a <i>Transmicell</i> .....	51
Figura 4.4.9 - Aplicação em cartela para verificação da Força de Tingimento do lote ajustado e do lote no limite inferior da especificação do Fabricante D.....	52

## ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1 - Condições analíticas utilizadas para cada tipo de concentrado.....	29
Tabela 2 - Consolidado de resultados de Transmissão no pico de cada concentrado para os Fabricantes analisados.....	53
Tabela 3 - Consolidado de resultados de ajuste mássico.....	53
Tabela 4 - Consolidado de resultados de Força de Tingimento para os Fabricantes analisados.....	54

# 1 INTRODUÇÃO

A Força de Tingimento é a propriedade que diz respeito ao quanto um pigmento (ou sua dispersão) consegue tingir o meio no qual se encontra disperso, sendo de extrema importância o seu controle, tanto para fins técnicos quanto econômicos. Essa propriedade, para pigmentos coloridos, é usualmente determinada através da mistura com uma base branca de dióxido de titânio, aplicada em uma cartela sob condições padronizadas e lida a intensidade do tingimento utilizando um espectrofotômetro de reflexão. Para avaliação da Força de Tingimento do pigmento dióxido de titânio, geralmente utiliza-se um corte com base de cor verde, azul ou preta.

A medida da Força de Tingimento é uma medida relativa, ou seja, sempre será comparativa a um determinado padrão que se pretende atingir. Para medição desta propriedade, como já descrito, se utiliza um padrão primário externo, que normalmente trata-se de uma base com Força de Tingimento pré ajustada.

No caso de pigmentos coloridos, essa base é normalmente feita através de uma dispersão de dióxido de titânio, onde a Força de Tingimento foi previamente ajustada. Para produção e padronização dessa base branca utilizam-se também bases pré ajustadas de pigmentos verde, azul ou preto, as quais tiveram como padrão de calibração de Força de Tingimento outras bases de  $TiO_2$ .

Desta forma, é fácil imaginar que ao longo do tempo, como a base branca é padronizada com uma base verde, azul ou preta, as quais, por sua vez foram padronizadas através de uma outra base branca, ocorre gradativamente uma degradação na qualidade destes padrões primários, produzindo, desta forma, desvios nos ajustes de Força de Tingimento com o passar do tempo, pois a referência original foi perdida.

Outro problema relevante na Indústria de Tintas trata-se da questão da acurácia inter laboratorial, pois, se um dos laboratórios estiver utilizando uma determinada base padrão, produzida em momento diferente da base que estiver sendo utilizada por outro laboratório, potenciais diferenças entre as medidas de Força de Tingimento poderão ocorrer entre eles.

Figura 1.1 - Exemplos de intensidade da Força de Tingimento.



Fonte: Autores.

A grande problemática do método de controle de Força de Tingimento via Reflexão em cartela é a sua baixa sensibilidade, associada à baixa repetibilidade e reprodutibilidade. Diante destas circunstâncias, a faixa de especificação para aprovação do produto deve ser relativamente larga para “conter” a variabilidade do próprio método de medição, levando a resultados falso-positivos e falso-negativos. Pode-se afirmar que, lotes aprovados acima do limite inferior de especificação indicam uma sobre qualidade do produto que está sendo entregue, sem que possa ser mensurada e muito menos remunerada.

Para pigmentos e concentrados de alto valor agregado como o  $\text{TiO}_2$ , que é utilizado em praticamente todas as formulações e acertos de cor, a possibilidade de estreitar a faixa de aprovação de Força de Tingimento significa não somente uma redução em custos diretos com pigmento, como também a redução dos ajustes e toques necessários na cor final das tintas produzidas a partir deste, gerando uma economia em cadeia.

Para além das dificuldades citadas, destaca-se ainda o elevado *cycle-time* do método de análise de Força de Tingimento via reflexão em cartela, visto que exige o preparo do corte com a base, a aplicação do produto através de um extensor, o tempo de *flash-off*, tempo de secagem em estufa e finalmente a leitura utilizando o espectrofotômetro. Todo este procedimento é realizado em cada lote de produto para que seja aprovado no controle de qualidade, gerando uma fila de espera para liberação dos produtos e afastando a indústria de tintas do conceito de “Indústria 4.0”.

## 2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

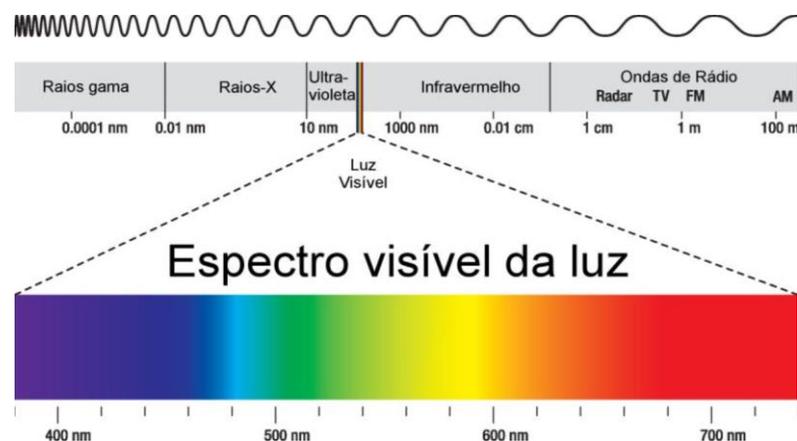
Newton escreveu há cerca de 300 anos que: “Os raios de luz não são coloridos. Neles nada mais existe do que energia para despertar no observador uma sensação desta ou daquela cor”. Assim, cor nada mais é do que uma qualidade especial e subjetiva de uma imagem mental percebida pelo observador. (Fazenda, 2009).

Como se pode perceber, o interesse científico pelas cores é muito antigo. Os cientistas do mundo todo investigaram exaustivamente os seus mistérios, mas somente com a invenção dos computadores digitais nos anos sessenta, a colorimetria atingiu o seu auge. Com a disponibilidade de computadores mais baratos, os softwares de cor e os espectrofotômetros se popularizaram, e, atualmente, raras são as empresas que não possuem essa tecnologia (Ladchumananandasivam, 2002).

### 2.1 RADIAÇÃO ELETROMAGNÉTICA

A radiação eletromagnética pode ser considerada como um conjunto de ondas elétricas e magnéticas cuja velocidade no vácuo é  $3 \times 10^8$  m/s. As várias formas de radiação, cada qual caracterizada pelo seu comprimento de onda, compõem o espectro eletromagnético. Dentre estas, a luz visível é a radiação que corresponde a uma estreita faixa do espectro eletromagnético, cujo comprimento de onda situa-se entre 400 e 700 nm. Nessa região, o olho humano é capaz de enxergar as cores e distingui-las devido aos diferentes comprimentos de onda.

Figura 2.1.1 - O espectro eletromagnético.



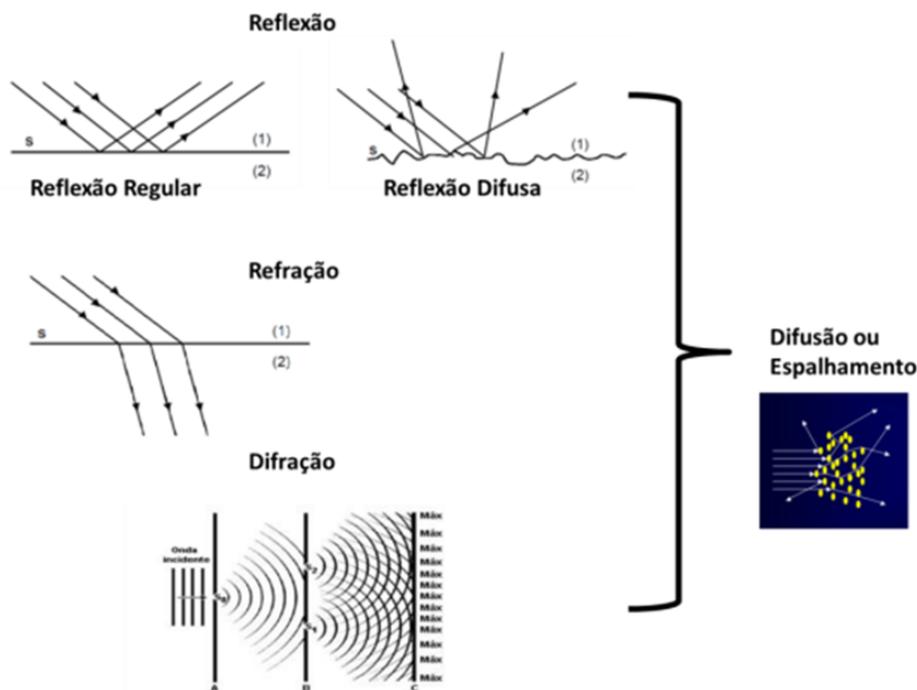
Fonte: Ilustração de Peter Hermes Furian.

## 2.2 FENÔMENO DA REFLEXÃO

A medida convencional da Força de Tingimento de um colorante é fundamentada no princípio da reflexão da luz sobre uma película fina da mistura com a sua base de corte. A reflexão da luz é o fenômeno em que uma onda de luz atinge uma superfície e muda de direção ou sentido, mas continua no mesmo meio de propagação. Denominam-se raios incidentes aqueles que atingem a superfície e raios refletidos aqueles que retornam ao meio de propagação.

No caso de materiais pigmentados, há outro fator que interfere diretamente na relação entre o raio incidente e as propriedades deste. Faz-se presente o efeito do espalhamento, que nada mais é que a combinação de três fenômenos ópticos, a reflexão, a difração e a refração. Quando a luz atravessa uma amostra com partículas dispersas e não dissolvidas, uma porção é absorvida, outra é transmitida e outra espalhada ou refletida (Peixoto, 2016).

Figura 2.2.1 - Fenômeno do espalhamento resultante da refração, difusão e difração.



Fonte: Peixoto, 2016 - Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

### 2.3 MEDIDA DA FORÇA DE TINGIMENTO ATRAVÉS DO MÉTODO DE REFLEXÃO EM CARTELA

Neste trabalho, todas as medidas realizadas de Força de Tingimento via reflexão seguiram as normas da ISO 787 - 16, que especifica como a medição deve ser realizada. São utilizadas para aplicação cartelas padronizadas e de baixa absorção que possuem metade da sua superfície branca e a outra metade preta, possibilitando a leitura de um filme igualmente espesso e sujeito às mesmas variáveis.

Para os concentrados coloridos, o corte com uma base branca de dióxido de titânio é feito na proporção 1:25, sendo a mistura aplicada em cartela utilizando um extensor de 250 µm. Um tempo *flash off* de 5 minutos é utilizado e posteriormente a cartela é colocada em estufa a 60 °C ± 2 por aproximadamente 60 minutos. Passado o tempo para a cura do filme, a cartela é ambientada a 23 °C ± 2 por 10 minutos e então realizada a leitura em espectrofotômetro para a determinação da Força de Tingimento.

Para os concentrados brancos de dióxido de titânio o corte é feito geralmente com uma base de cor verde ou preta, numa proporção de 1:40 e seguindo o mesmo procedimento de análise descrito anteriormente.

A Força de Tingimento é dada em termos percentuais, sendo baseada em um cálculo realizado automaticamente pelo software do espectrofotômetro, segundo a equação a seguir.

$$\text{Força de Tingimento (\%)} = \frac{\text{Amostra } K/S(nm)}{\text{Padrão } K/S(nm)} \times 100 (\%)$$

Onde:

*K/S*: fator de absorção e de espalhamento no comprimento de onda de máxima absorção.

O espectrofotômetro utilizado neste trabalho para a medição da Força de Tingimento foi o Datacolor Check 3, ilustrado na imagem abaixo.

Figura 2.3.1 - Espectrofotômetro Datacolor Check 3.



Fonte: Autores.

#### 2.4 TRANSMICELL

O equipamento utilizado para realizar as medidas de Transmissão em dispersões de pigmentos é inédito no mundo, sendo denominado *Transmicell* e se encontra patenteado PCT/BR2019/050381. Em suma, o princípio do equipamento consiste em buscar uma condição analítica específica para cada produto, de maneira a permitir que um feixe de luz seja transmitido através de um fino filme de amostra, sendo essa quantidade de luz transmitida registrada e usada comparativamente para a medida de propriedades como Força de Tingimento e Cobertura em tintas.

Figura 2.4.1 - Equipamento *Transmicell V2*.

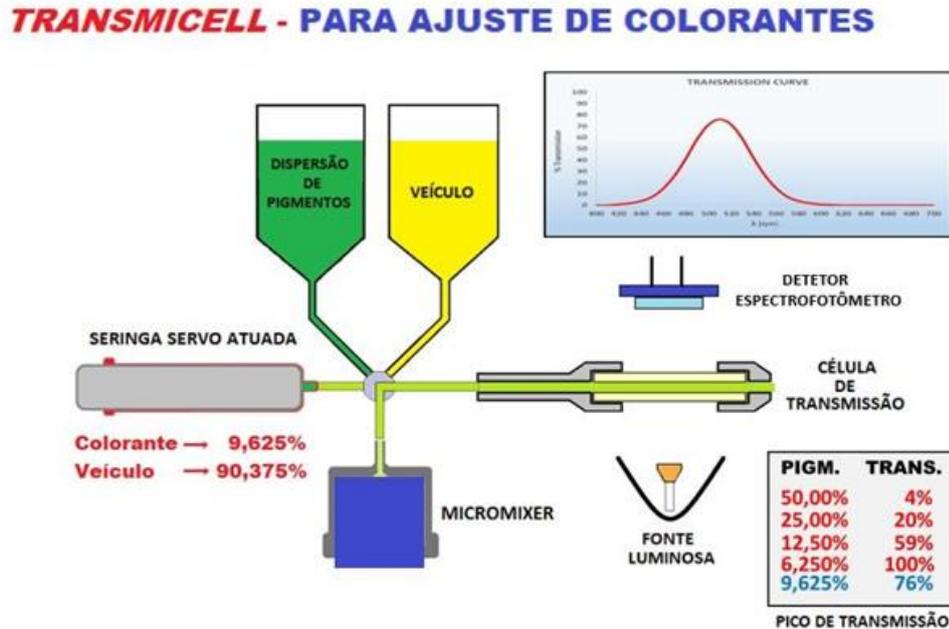


Fonte: Autores.

Para a busca da condição ideal de análise, a máquina varia seus graus de liberdade de modo a alcançar uma Transmissão no pico entre 75% - 90%, que é a região de maior sensibilidade e que apresenta menor interferência dos ruídos na medição. Encontrada essa condição, ela passa a fazer parte do que é chamado de assinatura de um produto que reúne os seguintes parâmetros:

- A curva espectral de Transmissão característica do produto;
- O caminho ótico utilizado;
- A potência luminosa utilizada;
- A diluição analítica utilizada para a medição.

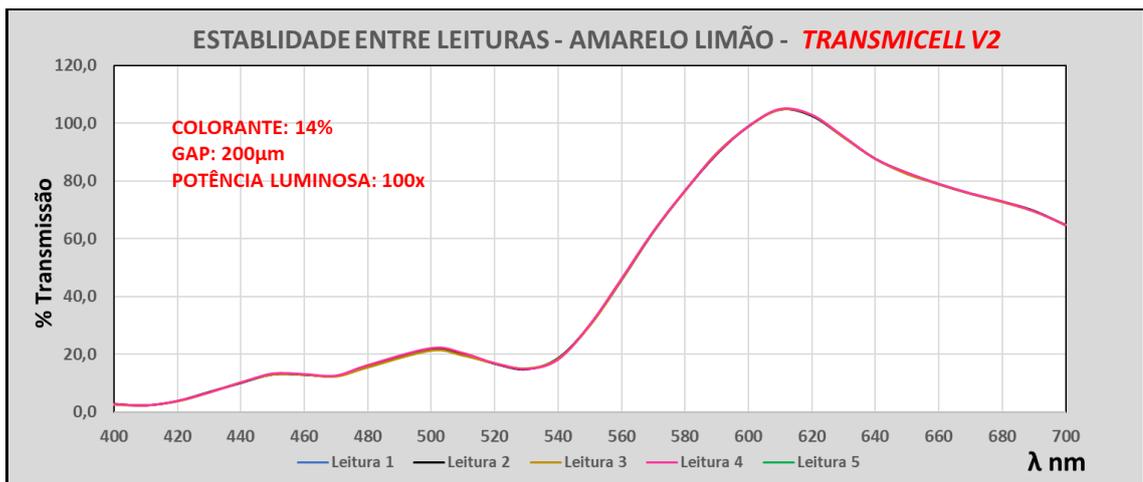
Figura 2.4.2 - Esquema simplificado da leitura por Transmissão.



Fonte: Autores.

Dessa forma, sempre que se necessitar executar uma medição de um mesmo tipo material, ou seja, um material com as mesmas características ópticas para fins comparativos, devem ser seguidas rigorosamente as condições analíticas definidas.

Figura 2.4.3 - Exemplo de uma curva de Transmissão com 5 leituras da mesma amostra.

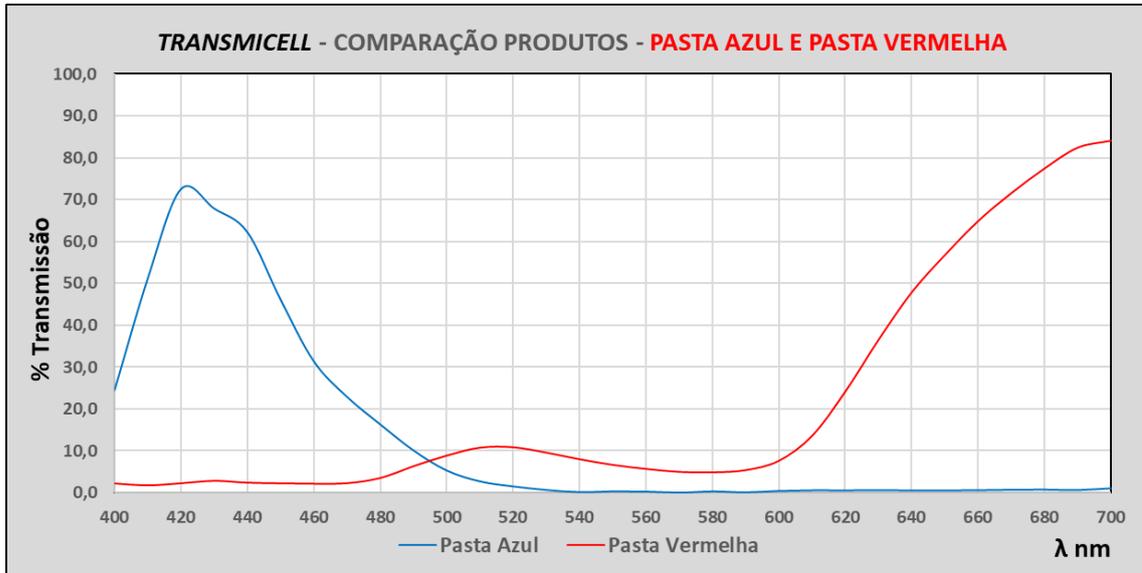


Fonte: Autores.

É importante ressaltar que as características ópticas de um determinado material são próprias de cada produto, sendo que comparações entre produtos distintos não devem ser feitas de uma forma direta, como por exemplo um produto de cor avermelhada e outro

azulado. Entretanto quando se comparam produtos de mesma formulação, inclusive do mesmo fornecedor de pigmento, suas propriedades ópticas possuem total coerência e possibilitam uma comparação direta.

Figura 2.4.4 - Exemplo de curvas de Transmissão de dois produtos diferentes.



Fonte: Autores.

A combinação de diversos fatores, além do fato do funcionamento da *Transmicell* ser totalmente automático, permite que os valores de repetibilidade e reprodutibilidade sejam extremamente satisfatórios, possibilitando trabalhar com faixas estreitas de especificação, a fim de ajustar pequenas variações nas propriedades de Força de Tingimento e Cobertura.

Num estudo de repetibilidade e reprodutibilidade (R%R) da máquina foram lidas as transmissões de dez diferentes lotes, em três dias diferentes, por três operadores, totalizando noventa amostras. Através de um *software* estatístico, calculou-se o valor percentual do R&R da *Transmicell*, que foi estimado em 17.66%, concluindo-se que o equipamento é confiável no que diz respeito às variações no resultado inferidas pela mudança de operador e ao longo dos dias. Um valor de até 30% para o R&R é considerado aceitável mediante condições específicas (AIAG, 2010).

Figura 2.4.5 - Estudo de valor percentual de R&R do equipamento *Transmicell*.

### Gage Evaluation

Source	StdDev (SD)	Study Var (6 × SD)	%Study Var (%SV)
Total Gage R&R	0.60601	3.6360	17.66
Repeatability	0.46129	2.7678	13.44
Reproducibility	0.39301	2.3580	11.45
Operator	0.26114	1.5669	7.61
Operator*Sample	0.29370	1.7622	8.56
Part-To-Part	3.37734	20.2640	98.43
Total Variation	3.43128	20.5877	100.00

Fonte: Autores.

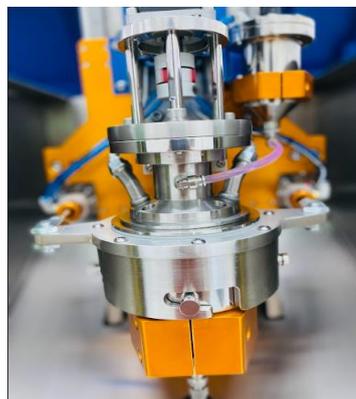
## 2.5 COMPONENTES DA *TRANSMICELL*

O equipamento *Transmicell* apresenta componentes específicos para que a análise de um colorante seja realizada, conforme apresentados nas figuras a seguir. Todas as imagens do equipamento são de autoria própria.

### 2.5.1 Tanque Amostrador

O tanque amostrador é responsável por armazenar a amostra pura do colorante e mantê-la em constante homogeneização, evitando a sedimentação do material analisado, permitindo que a mesma seja suprida para o equipamento. Além disso, o tanque é completamente vedado.

Figura 2.5.1 - Tanque amostrador da *Transmicell*.



Fonte: Autores.

### 2.5.2 Seringas Dosadoras

As seringas dosadoras são responsáveis por dosar a quantidade de produto selecionada pelo operador, de acordo com a condição analítica. A seringa à esquerda é responsável pela dosagem da amostra (colorante) e a seringa à direita dosa a resina de diluição. Ambas estão conectadas à câmara de mistura, onde serão injetadas as quantidades para mistura imediatamente antes da análise. A cada leitura é realizada uma nova dosagem e mistura da amostra de colorante e resina de diluição.

Figura 2.5.2 - Seringas dosadoras volumétricas de alta precisão.



Fonte: Autores.

### 2.5.3 Micromixer

A câmara de mistura (*micromixer*) é responsável pela homogeneização da amostra (colorante e resina de diluição) em velocidade e tempo parametrizáveis, de acordo com a necessidade de cada produto.

Figura 2.5.3 - Câmara do *micromixer*.

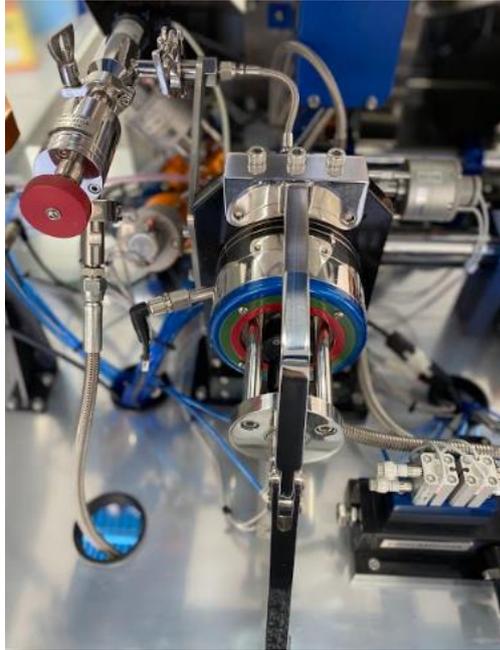


Fonte: Autores.

#### 2.5.4 Célula de Leitura

A célula de leitura é composta por duas janelas óticas de safira com um afastamento determinado (*GAP*) onde o material a ser analisado fica contido. O feixe de luz de potência variável incide sobre o material, forçando sua interação com as partículas do meio. A luz emergente é captada do outro lado da célula, sendo registrada no espectrofotômetro.

Figura 2.5.4 - Célula de leitura da *Transmicell*.



Fonte: Autores.

### 2.5.5 Espectrofotômetro

A fonte luminosa é responsável por fornecer um feixe de luz controlado de modo que haja a interação entre a luz e as partículas da amostra presentes na célula de leitura. O espectrofotômetro de feixe duplo recebe a porção do feixe luminoso que atravessou a amostra e a partir de cálculos consegue definir a curva de Transmissão característica do produto.

Figura 2.5.5 - Espectrofotômetro de duplo feixe e fonte luminosa.



Fonte: Autores.

### 2.5.6 Filtros Ópticos

O conjunto de filtros ópticos permite que a potência luminosa incidente sobre a amostra tenha sua intensidade ajustada de acordo com o produto de forma a garantir que a luz consiga ser transmitida através da amostra e também evitando a saturação de pixels no espectrofotômetro.

Figura 2.5.6 - Conjunto de filtros ópticos.

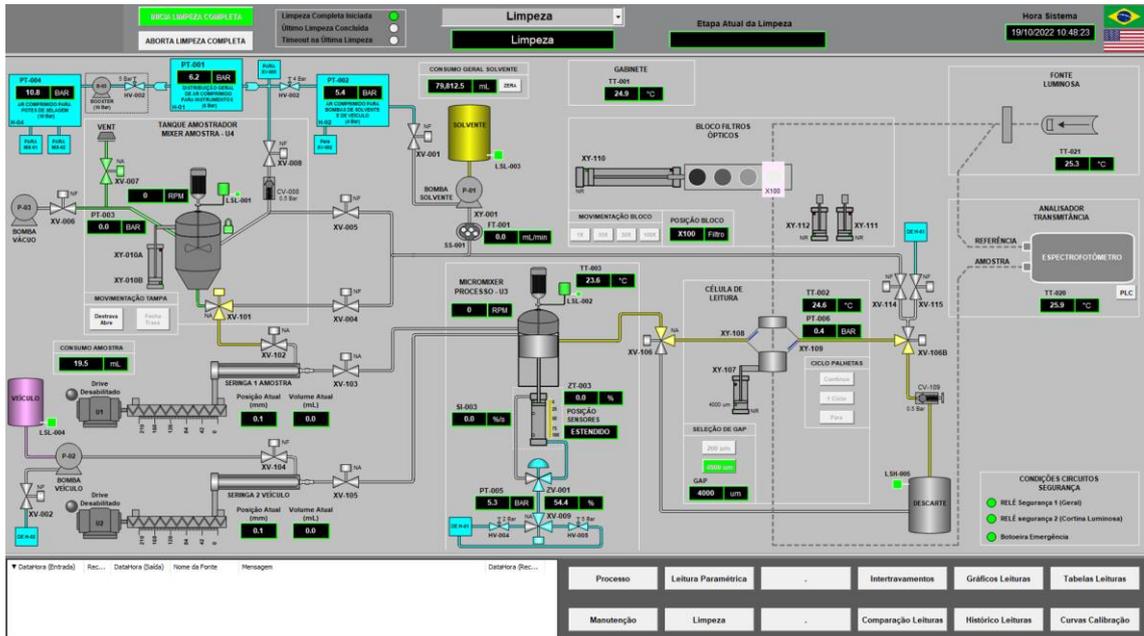


Fonte: Autores.

### 2.5.7 Software de Supervisão

O supervisor de controle da *Transmicell* permite que o equipamento seja manipulado de forma totalmente automática pelo usuário, permitindo a visualização de todo fluxograma de operação do equipamento e o acompanhamento de cada etapa da rotina em execução.

Figura 2.5.7 - Interface do processo para controle do usuário.



Fonte: Autores.

## 2.6 MEDIDA DA FORÇA DE TINGIMENTO EM DISPERSÕES DE PIGMENTOS UTILIZANDO A TÉCNICA DE TRANSMISSÃO DA LUZ

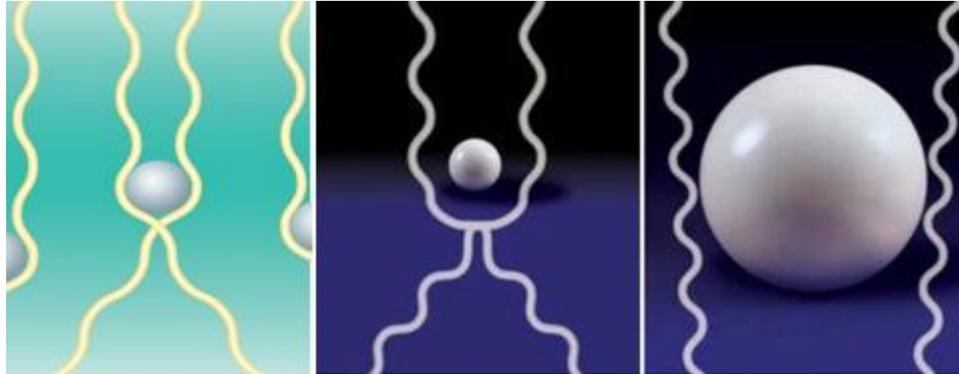
A Força de Tingimento, quando medida em dispersões de pigmentos segue, na maioria dos casos, características diretamente proporcionais à opacidade que, em termos físicos, é a medida da impenetrabilidade à radiação eletromagnética da luz visível. Dessa forma, uma dispersão de pigmentos com uma alta opacidade acaba por transmitir uma baixa quantidade de luz, sendo que o restante é absorvido, refletido ou dispersado.

Ao analisar uma dispersão de pigmentos, observa-se que, quanto menor for o tamanho da partícula, maior será a soma das áreas superficiais e mais luz será bloqueada pelo substrato, o que é totalmente coerente em termos físicos. Assim, é possível afirmar que um menor grau de Transmissão está diretamente relacionado com uma maior Força de Tingimento.

No entanto, existem casos onde se observa o comportamento contrário, onde a Transmissão da Luz está inversamente relacionada à Força de Tingimento. Isso se deve basicamente ao fato da luz atravessar diretamente a dispersão de pigmentos de forma que

haja menor interação luz-partícula, responsável por fornecer opacidade ao meio, conforme a figura abaixo.

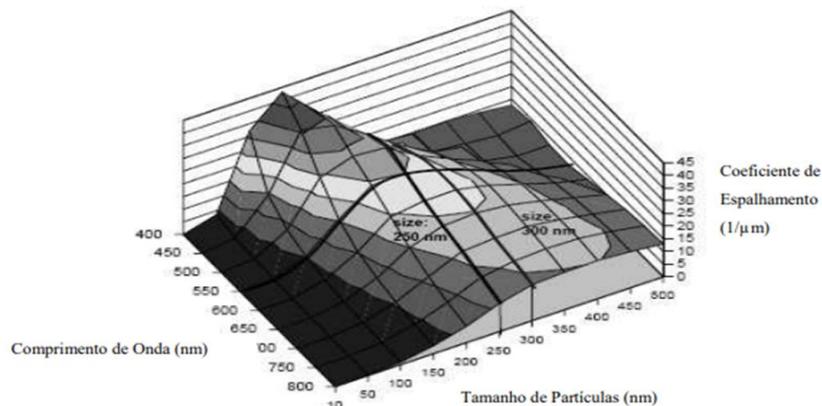
Figura 2.6.1 - Comportamento da luz frente ao meio de dispersão de pigmentos.



Fonte: Suemilton Nunes Gervázio, IFUSP.

Esse fenômeno está relacionado com o tamanho da partícula que, segundo a literatura, quando inferior a cerca de 200 nm apresenta uma redução na interação, se comportando como um pigmento translúcido, conferindo baixa opacidade quando analisado via Transmissão. Quando a partícula apresenta um tamanho muito grande, como por exemplo no início do processo de dispersão do pigmento, também ocorre uma baixa interação em função da baixa área superficial disponível. À medida que o tamanho da partícula é reduzido até seu tamanho ideal, a opacidade do meio vai aumentando até que atinja um ponto de máxima interação com a luz, resultando na maior Força de Tingimento. A figura abaixo demonstra os efeitos explicados.

Figura 2.6.2 - Dependência do tamanho da partícula com a interação da luz em diferentes comprimentos de onda.

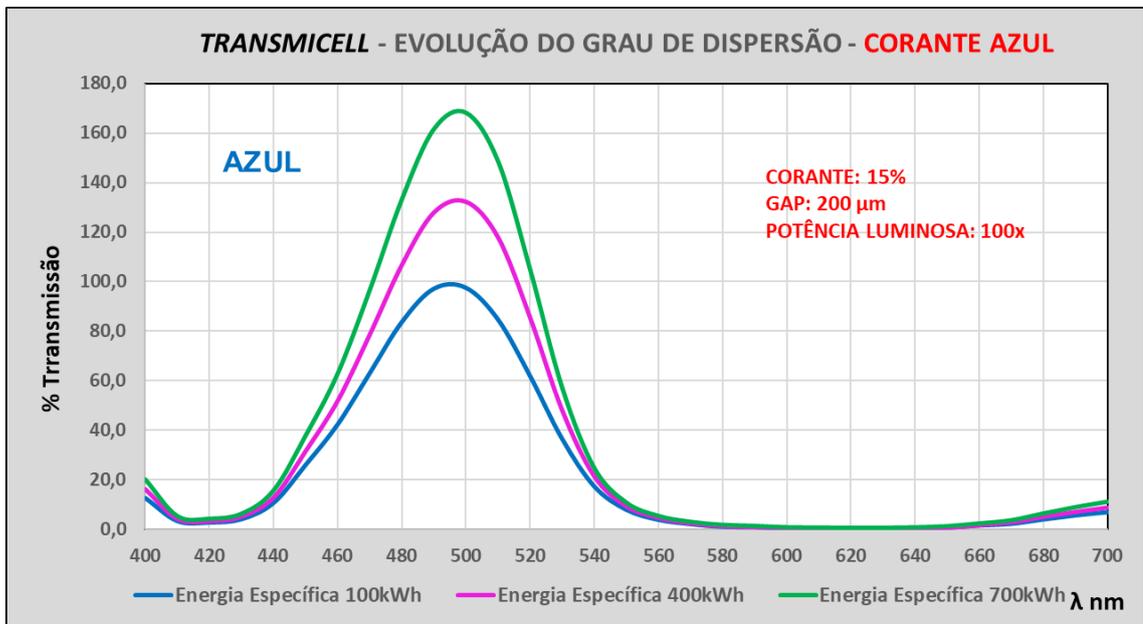


Fonte: Tiarks,1996.

Segundo a distribuição apresentada na imagem acima, pode-se afirmar que quando a partícula apresenta um tamanho de cerca de metade do comprimento de onda da luz, o efeito inverso é observado, onde uma maior Transmissão no pico corresponde a uma elevada Força de Tingimento.

A seguir é apresentado um exemplo de concentrado analisado na *Transmicell*, onde a inversão do comportamento entre Transmissão e Força de Tingimento foi observada. Neste estudo foi avaliado o efeito da moagem/dispersão na Força de Tingimento de um concentrado azul.

Figura 2.6.3 - Evolução da Transmissão com o aumento da energia específica empregada na dispersão.



Fonte: Autores.

Nesse caso, observou-se que ocorreu um aumento na Transmissão conforme uma maior quantidade de energia foi empregada na dispersão, que por sua vez deveria reduzir o tamanho da partícula, aumentar a área superficial e por conseguinte reduzir a Transmissão. A inversão da Transmissão se deve à distribuição dos tamanhos de partícula como explicado anteriormente.

Paralelamente, neste estudo foram realizados ensaios de reflexão a seco onde observou-se que a Força de Tingimento apresentou valores maiores quando a energia específica de 700 kWh e 400 kWh foi empregada comparativamente à amostra onde foram

utilizados 100 kWh. Visualmente a partir da extensão em cartela também é possível observar este comportamento.

Figura 2.6.4 - Aplicações em cartela e evolução da Força de Tingimento de lotes com diferentes energias específicas empregadas na dispersão.



Observa-se que a amostra onde foi utilizada maior energia específica na dispersão (700 kWh) apresentou a maior Força de Tingimento em cartela comparativamente aos outros, embora na Transmissão apresente o efeito inverso.

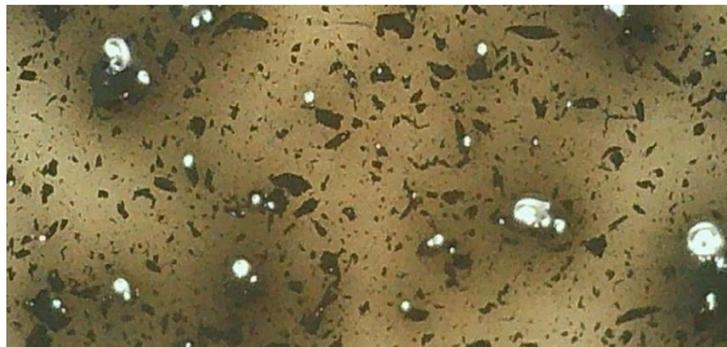
No presente trabalho não foram utilizadas dispersões de pigmentos que apresentam esse comportamento, ou seja, quando a Força de Tingimento cresce juntamente com a Transmissão. Casos como esse são mais raros e, portanto, não serão abordados neste estudo.

Além disso, nas dispersões existem casos onde há uma tendência à floculação do material, isto é, reaglomeração das partículas por diversas questões, como incompatibilidade de resinas, incompatibilidade entre os materiais utilizados na formulação, choque por solvente em excesso, entre outros. Produtos com essa característica não possibilitam a leitura da sua Força de Tingimento via Transmissão da Luz, uma vez que não apresentam estabilidade na medição.

Figura 2.6.5 - Extensão em vidro de um concentrado preto com alto nível de floculação.



Figura 2.6.6 - Imagem microscópica da extensão em vidro de um concentrado preto com alto nível de floculação.



É possível observar na imagem microscópica as partículas de resina e pigmento segregadas. Todos os materiais escolhidos para análise neste trabalho foram previamente testados quanto à estabilidade, garantindo que não fosse observada floculação em nenhum dos produtos.

### 3 METODOLOGIA

Para o estudo foram utilizados cinco lotes diferentes de concentrados de fabricantes globais e nacionais, localizados em diferentes estados do Brasil. Foram escolhidos concentrados de diferentes cores: branco, preto, azul e amarelo. Os lotes foram escolhidos observando a data de fabricação dos mesmos para que um intervalo de tempo considerável entre as datas de produção fosse analisado, visando obter uma visão de médio prazo representativa da variabilidade dos processos desses fabricantes. Tendo em vista a confidencialidade dos resultados obtidos, os fabricantes serão referenciados por A, B, C e D, bem como os lotes foram nominados 1, 2, 3, 4 e 5, em ordem decrescente de Transmissão.

A análise por meio da técnica de Transmissão é sensível igualmente para concentrados base água como para concentrados base solvente. Os produtos dos fabricantes A e D correspondem à concentrados de base água, sendo possível utilizar água destilada como veículo de diluição analítica da *Transmicell*.

Os concentrados dos Fabricantes B e C são base solvente, para os quais utilizou-se como veículo de diluição analítica uma mistura de resina e solvente que sejam completamente compatíveis com os concentrados em questão.

Previamente ao uso do equipamento, uma rotina de limpeza e calibração do espectrofotômetro é realizada. Essa calibração utiliza o próprio veículo analítico de diluição como referência para o valor de 100% de Transmissão em todos os comprimentos de onda, garantindo que esse veículo não interfira na medida de Transmissão gerada exclusivamente pela amostra.

Como as condições analíticas são definidas de acordo com cada tipo de material, a *Transmicell* conta com uma rotina especial denominada “análise exploratória”, onde o equipamento executa de forma totalmente automática uma sequência de combinações dos três diferentes graus de liberdade do equipamento (diluição, potência da fonte luminosa e caminho óptico), buscando a condição ideal de análise, onde o pico de Transmissão atinja uma faixa entre 75% a 90%.

Como se tratam de produtos diferentes, a condição analítica variou para cada uma das famílias de concentrados, conforme tabela abaixo.

Tabela 1 - Condições analíticas utilizadas para cada tipo de concentrado.

<b>Condições Analíticas</b>				
<b>Fabricante</b>	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>D</b>
<b>Concentrado</b>	<b>Azul</b>	<b>Amarelo</b>	<b>Branco</b>	<b>Preto</b>
<b>Diluição analítica na Transmicell (%)</b>	15,2/84,8	12,8/87,2	28/72	6,3/93,7
<b>Potência Luminosa (%)</b>	100	100	100	100
<b>Caminho Ótico (μm)</b>	200	200	200	200
<b>Tempo no Micromixer (s)</b>	12	12	12	12
<b>Retardo de Leitura (s)</b>	2	2	2	2

Fonte: Autores.

A diluição analítica corresponde respectivamente ao percentual de concentrado que é utilizado e o percentual de veículo, totalizando 100% da mistura, que corresponderá a quantidade lida em cada leitura.

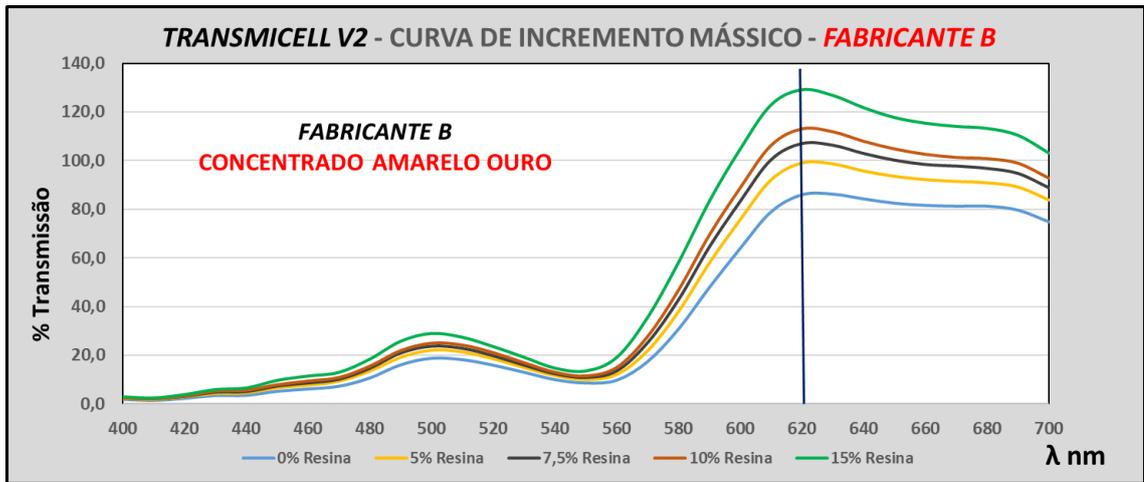
A *Transmicell* fornece uma curva de Transmissão (espectro) no intervalo da luz visível, 400 a 700 nm, que é característica para a formulação, onde cada pigmento possui um comprimento de onda específico para o pico de Transmissão. O valor de interesse na análise é a máxima porcentagem de luz transmitida, ou seja, o valor da Transmissão no pico do espectro. Através dessa informação, podemos comparar o quanto um lote difere do outro em relação à Força de Tingimento: quanto menor a Transmissão, maior a Força de Tingimento no caso destas famílias de concentrados.

Foram realizadas leituras para cada lote a fim de comprovar a estabilidade da medição. Após a análise dos cinco lotes, construiu-se uma curva de incremento mássico para cada Fabricante, variando a concentração do produto através de acréscimo de resina, de forma que se possa avaliar a resposta frente à Transmissão da Luz.

A partir do gradiente de incremento mássico, pode ser gerada uma curva de regressão, que representa a resposta em termos de Transmissão no pico em relação a variação da concentração de amostra, ou seja, é possível prever o comportamento do concentrado ao ser realizada uma diluição, que no caso, é o próprio ajuste da Força de Tingimento. Foi constatado experimentalmente que a Transmissão cresce linearmente ou exponencialmente com o incremento percentual de resina.

A figura abaixo exemplifica uma curva de incremento mássico obtida para um dos fabricantes em estudo.

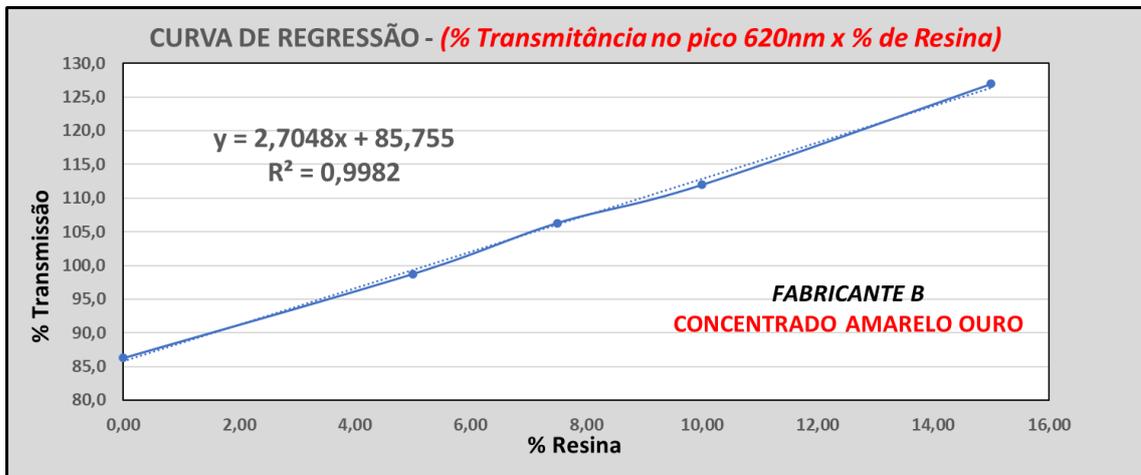
Figura 3.1 - Exemplo de curvas de diluição para o Fabricante B.



Fonte: Autores.

A partir dos valores de Transmissão no pico, para este mesmo lote e Fabricante foi traçada a curva de regressão abaixo.

Figura 3.2 - Exemplo de curva de Regressão para o Fabricante B.



Fontes: Autores.

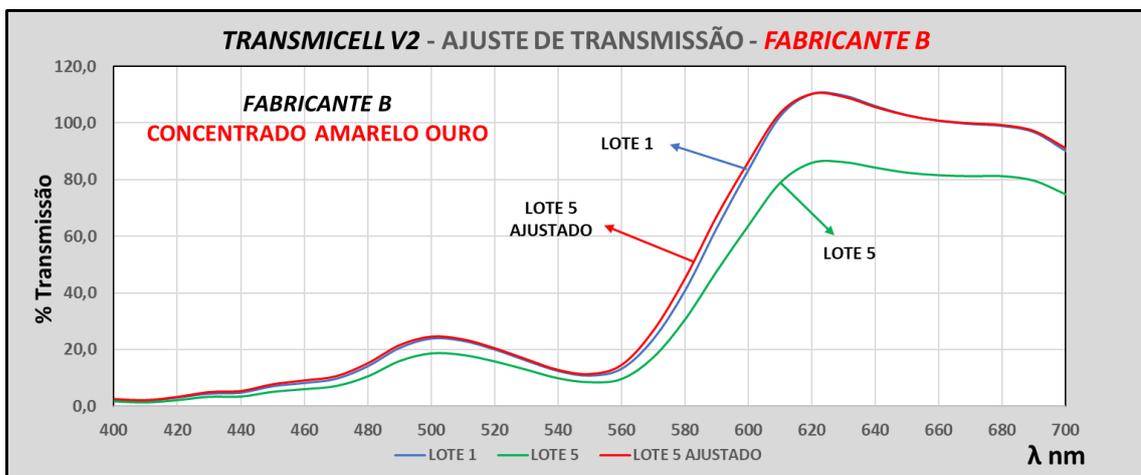
Diante desta curva de resposta do concentrado, é possível realizar interpolações de forma que todos os lotes sejam ajustados utilizando o limite mínimo da especificação, neste caso o lote com menor Força de Tingimento e consequentemente, maior Transmissão.

Foram aplicados em cartelas Leneta 2A os cortes dos concentrados de maior e menor Transmissão, numa espessura de 250  $\mu\text{m}$ . A aplicação foi feita com auxílio de um aplicador manual e seguindo a ISO 787 - 16. Posteriormente, realizou-se aplicação da amostra ajustada

ao lado do respectivo lote dado como meta de Força de Tingimento (lote de maior Transmissão).

O ajuste também foi validado através da análise de Transmissão, onde a amostra diluída de acordo com o indicado na curva de regressão foi submetida a leituras na *Transmicell*, buscando atingir o maior percentual Transmissão (limite inferior de especificação de Força de Tingimento) dentre os lotes testados naquela família de concentrados.

Figura 3.3 - Exemplo do ajuste da Força de Tingimento utilizando a *Transmicell*.



Fonte: Autores.

A realização deste ajuste é possível tendo em vista a ótima sensibilidade, repetibilidade e reprodutibilidade do equipamento *Transmicell*, diferente da técnica convencional. O método de reflexão em cartela possui um R&R pobre, podendo incorrer em resultados errôneos, maiores ou menores que os reais. Com isso, podem ser realizados ajustes desnecessários gerando mais variação no processo, ou ainda, indicar a aprovação de um produto no qual deveria ter sido tomada uma ação corretiva, não identificada devido à baixa sensibilidade do método.

## 4 RESULTADOS

### 4.1 FABRICANTE A

As diferenças entre espectros de Transmissão dos cinco lotes de concentrado Azul do Fabricante A podem ser observadas na figura abaixo.

Figura 4.1.1 – Espectros de Transmissão para os cinco lotes de concentrado azul do Fabricante A.

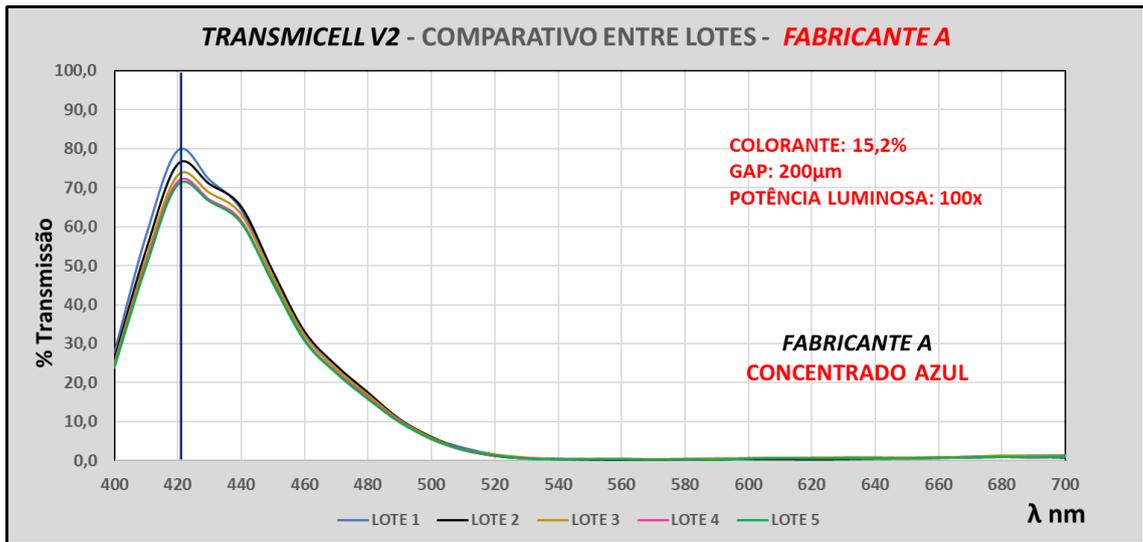
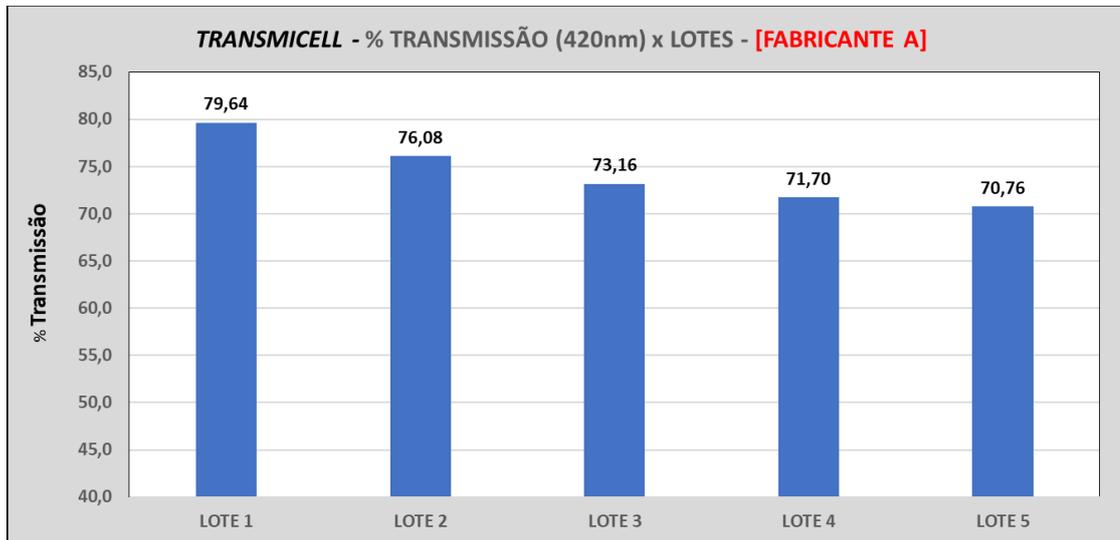


Figura 4.1.2 – Transmissão no pico de 420 nm dos cinco lotes do Fabricante A.

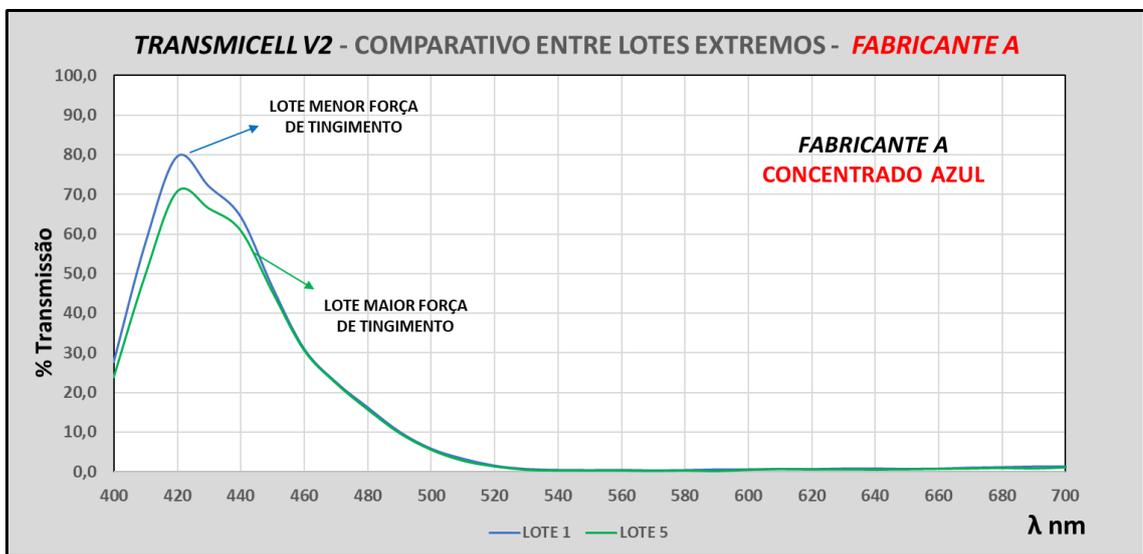


Para o Concentrado Azul base água do Fabricante A foram observadas diferenças de até 8,88% de transmitância no pico (420 nm) entre o lote com maior e com menor Força de

Tingimento. O veículo de diluição utilizado consistiu em água destilada, conforme citado anteriormente.

Todos os cinco concentrados foram aprovados pelo controle de qualidade do Fabricante, portanto é possível afirmar que a produção de tintas a partir da mistura destes concentrados provavelmente irá necessitar de um maior número de ajustes para atingir a especificação de cor final, uma vez que existe uma elevada variação na Força de Tingimento entre os lotes.

Figura 4.1.3 – Diferença de Transmissão entre os lotes de maior e menor Força de Tingimento do Fabricante A.



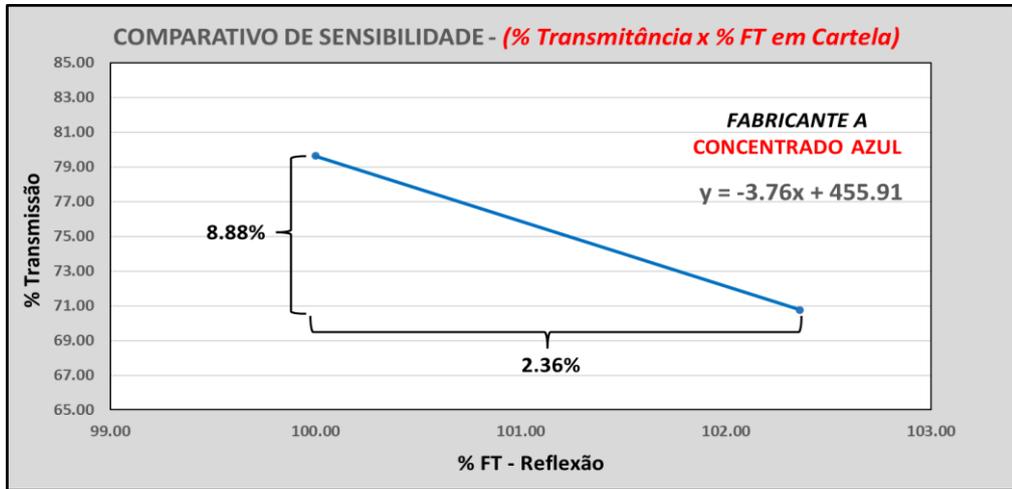
Adicionalmente, realizou-se a extensão em cartela dos lotes de extremos de Transmissão, visando observar a diferença na Força de Tingimento através do método de reflexão.

Figura 4.1.4 – Extensão em cartela do corte com branco dos lotes de maior e menor Transmissão para o Fabricante A.



Observa-se que através da leitura na *Transmicell*, é possível detectar uma diferença de 8.88% T entre os lotes de maior e menor Força de Tingimento, enquanto na aplicação em cartela essa variação se traduz em apenas 2.36%. Essa diferença se deve à elevada sensibilidade do método de Transmissão em relação à Reflexão, que neste caso foi de 3.76 vezes maior.

Figura 4.1.5 – Comparativo de sensibilidade da medida de Força de Tingimento em Transmissão versus Reflexão para o Concentrado Azul.



Cada produto gera uma “resposta” diferente, ou seja, uma variação na Força de Tingimento em cartela em comparação à Transmissão. Essa diferença ocorre devido a diversos fatores, tais como sua formulação e principalmente características intrínsecas do pigmento.

Seguindo a metodologia, construiu-se um gradiente de incremento mássico utilizando a resina de ajuste do concentrado.

Figura 4.1.6 – Gradiente de incremento mássico de resina para o Fabricante A.

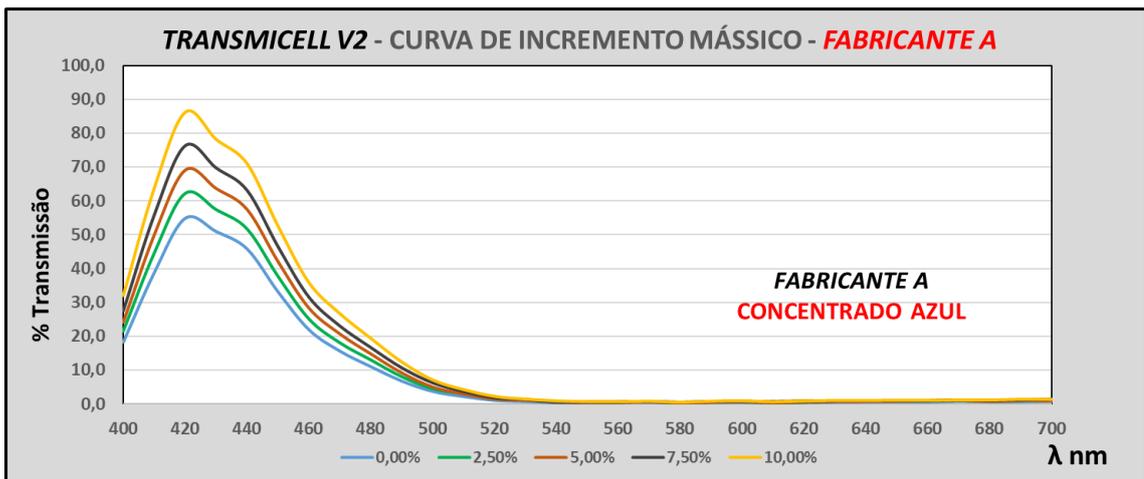
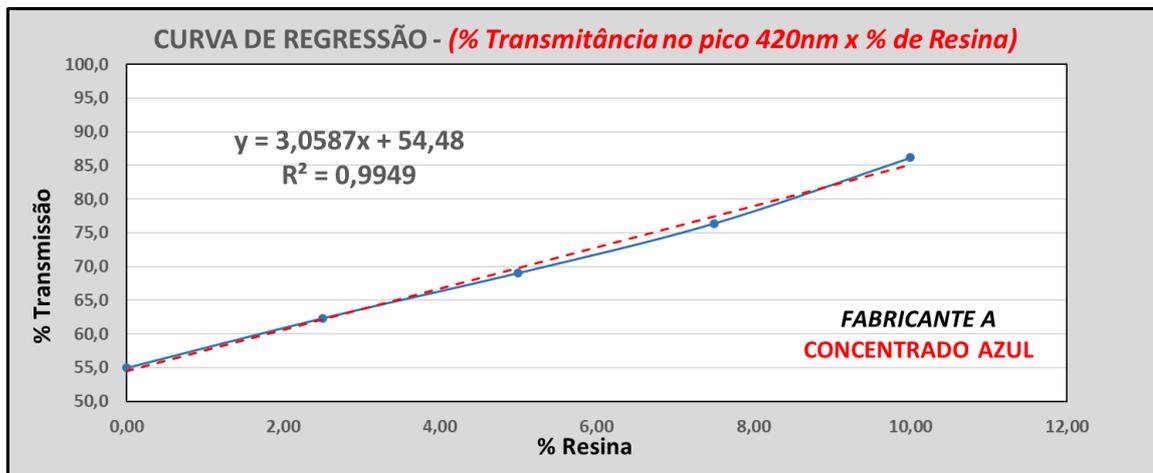
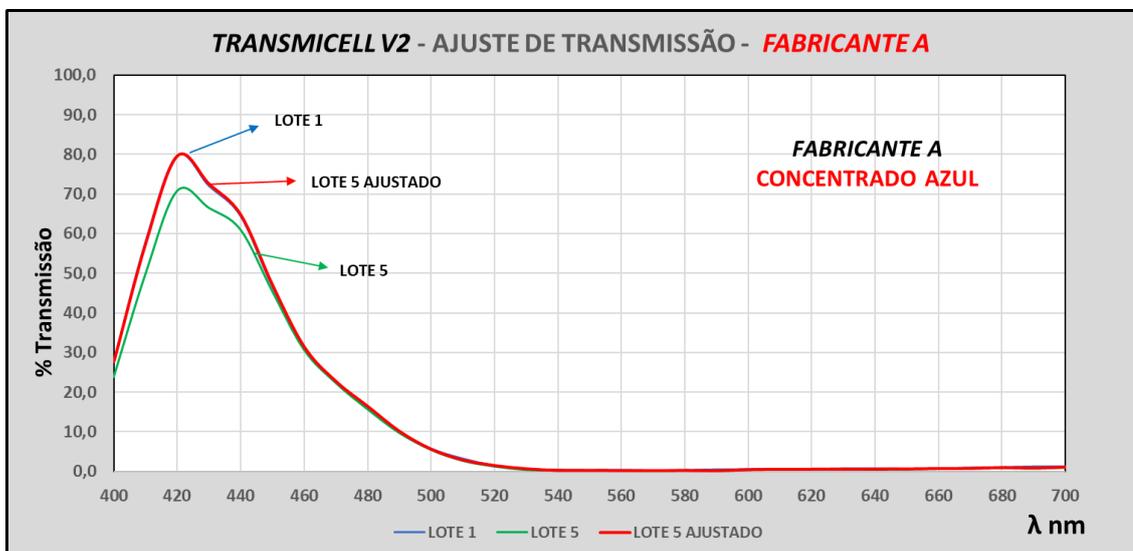


Figura 4.1.7 – Variação da Transmissão no pico de 420 nm com a adição percentual de resina.



O gráfico abaixo ilustra a validação da metodologia utilizada para o ajuste, onde o lote de maior Força de Tingimento (Lote 5) é ajustado de modo a atingir o percentual de transmitância do lote mais transparente (Lote 1), de menor Força de Tingimento.

Figura 4.1.8 – Ajuste da Força de Tingimento para o Fabricante A utilizando a Transmicell.



Paralelamente, aplicou-se em cartela o Lote 5 ajustado com resina, de forma a estabelecer uma comparação com o Lote 1, utilizando o método de reflexão para avaliação da Força de Tingimento.

Figura 4.1.9 – Aplicação em cartela para verificação da Força de Tingimento do lote ajustado e do lote no limite inferior da especificação do Fabricante A.



Adotou-se para todos os outros fabricantes a mesma metodologia de avaliação e ajuste da Força de Tingimento via *Transmicell* e via reflexão em cartela.

## 4.2 FABRICANTE B

Para o Fabricante B, utilizou-se o Concentrado Amarelo Ouro base solvente onde foram observadas diferenças de até 23,57% de transmitância no pico (620 nm) entre o lote com maior e menor Força de Tingimento. O veículo de diluição analítica correspondeu a uma mistura de acetona e resina.

Figura 4.2.1 – Espectros de Transmissão para os cinco lotes de concentrado amarelo do Fabricante B.

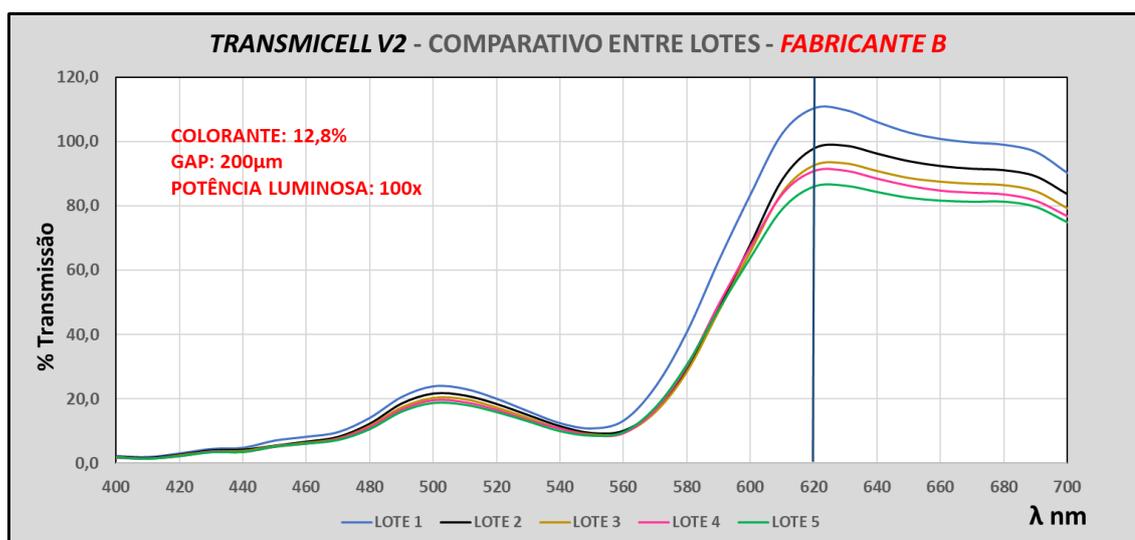


Figura 4.2.2 – Transmissão no pico de 620 nm dos cinco lotes do Fabricante B.

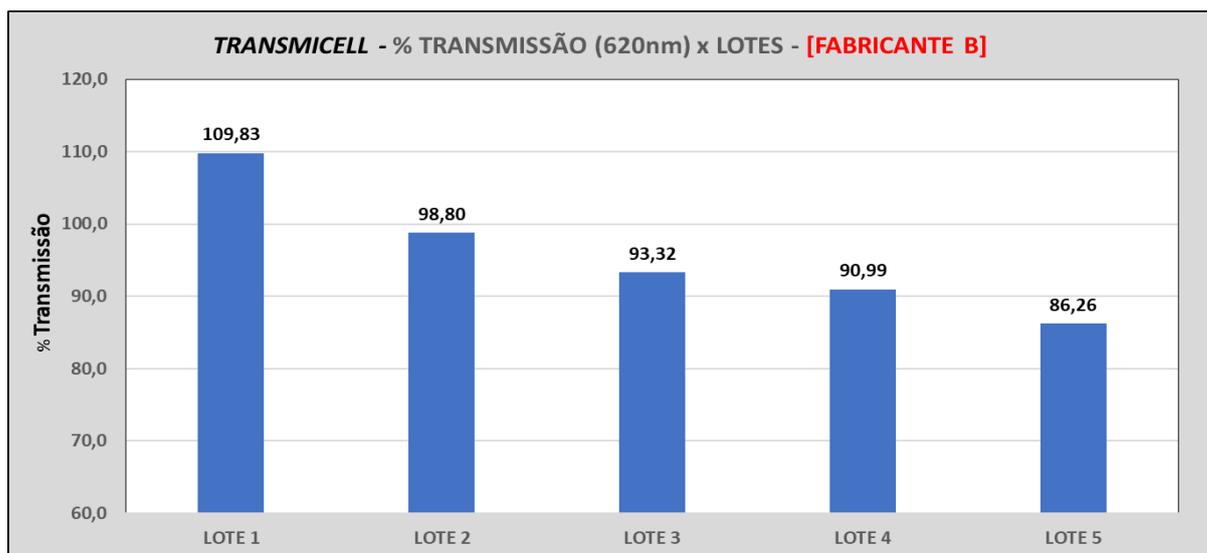


Figura 4.2.3 – Diferença de Transmissão entre os lotes de maior e menor Força de Tingimento do Fabricante B.



Figura 4.2.4 – Extensão em cartela do corte com branco dos lotes de maior e menor Transmissão para o Fabricante B.

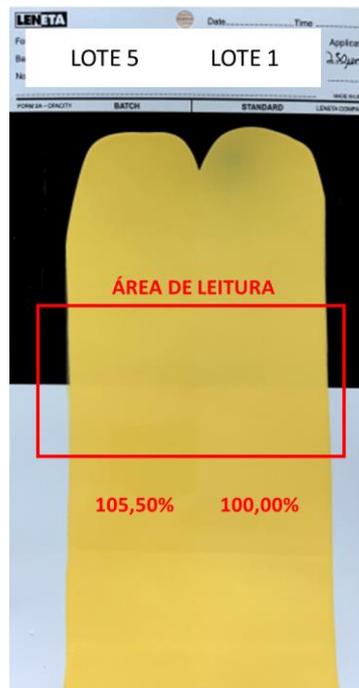


Figura 4.2.5 – Comparativo de sensibilidade da medida de Força de Tingimento em Transmissão versus Reflexão para o Concentrado Amarelo Ouro.

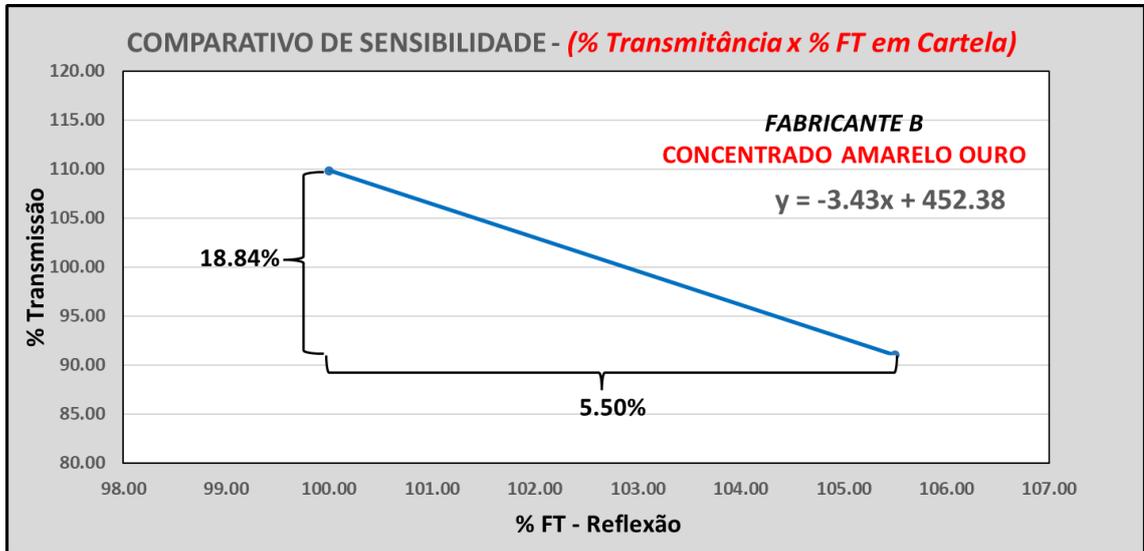


Figura 4.2.6 – Gradiente de incremento mássico de resina para o Fabricante B.

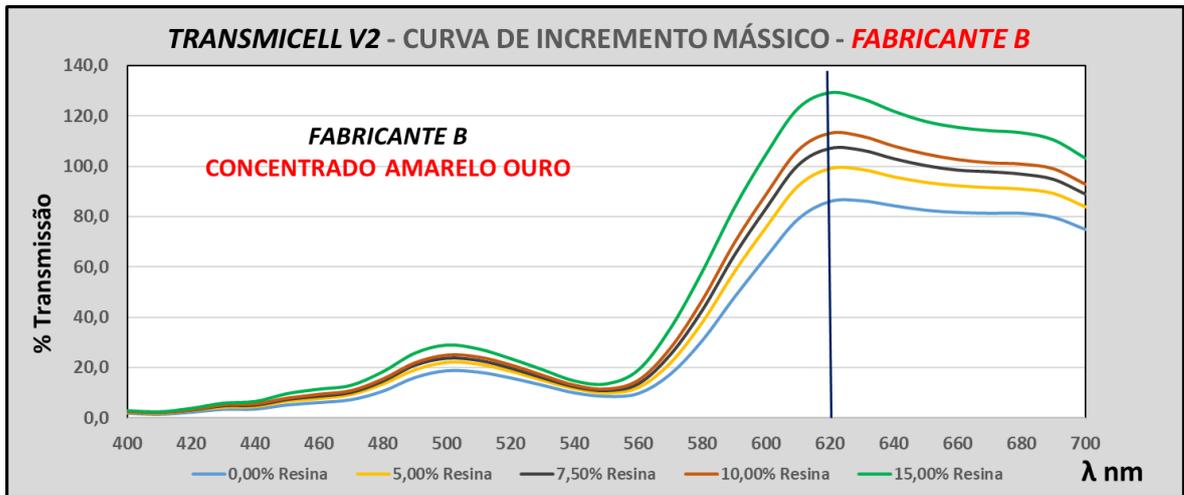


Figura 4.2.7 – Variação da Transmissão no pico de 620 nm com a adição de percentual de resina.

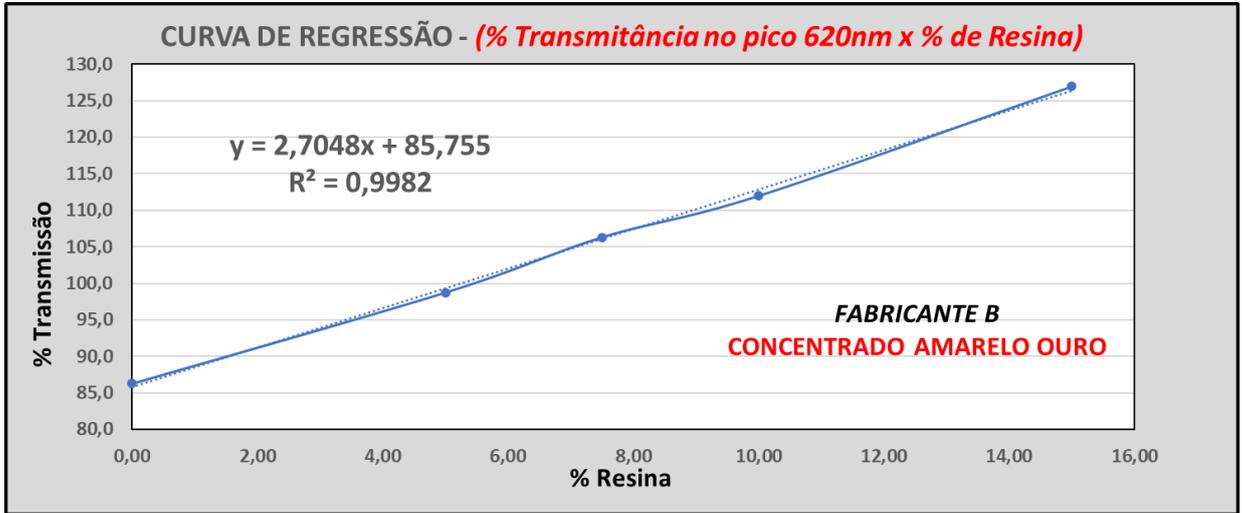


Figura 4.2.8 – Ajuste da Força de Tingimento para o Fabricante B utilizando a Transmicell.

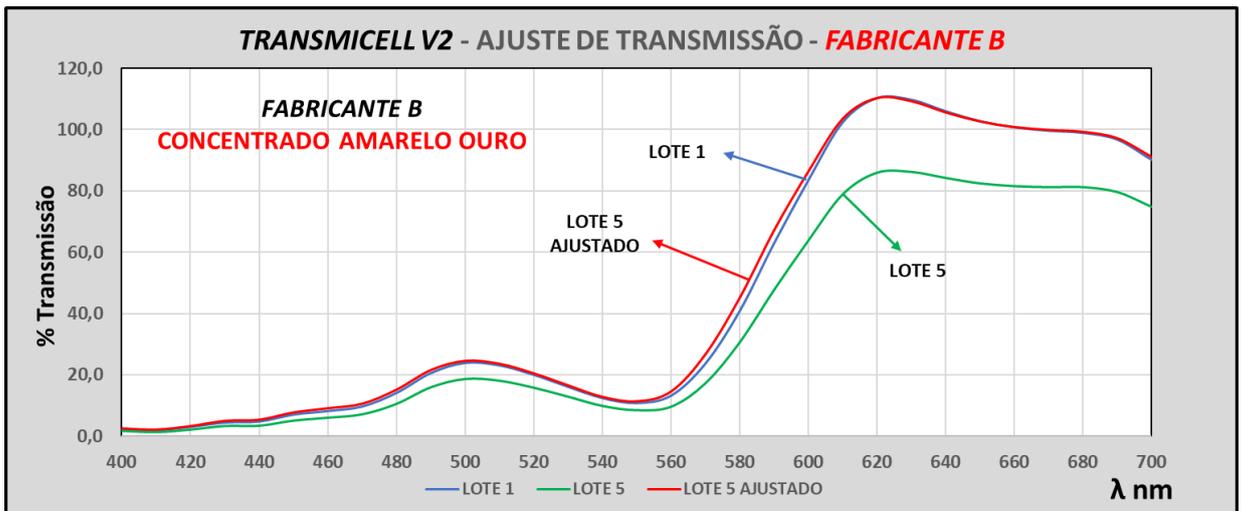
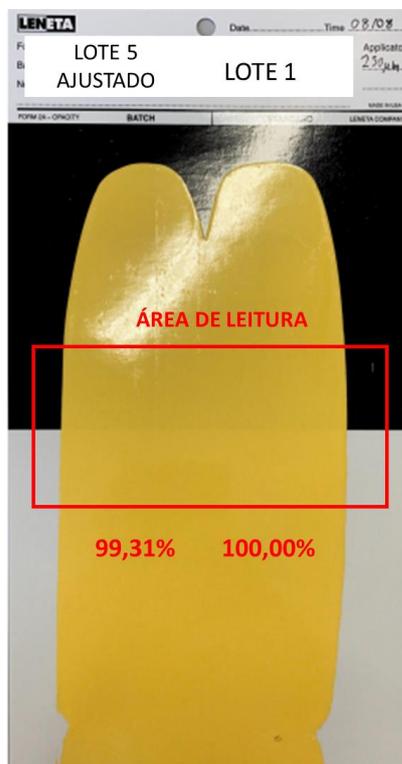


Figura 4.2.9 – Aplicação em cartela para verificação da Força de Tingimento do lote ajustado e do lote no limite inferior da especificação do Fabricante B.



### 4.3 FABRICANTE C

Para o Fabricante C, utilizou-se o Concentrado Branco base solvente onde foram observadas diferenças de até 30,15% de transmitância no pico (590 nm) às quais são bastante significativas entre o lote com maior e menor Força de Tingimento.

Figura 4.3.1 - Espectros de Transmissão para os cinco lotes de concentrado branco do Fabricante C.

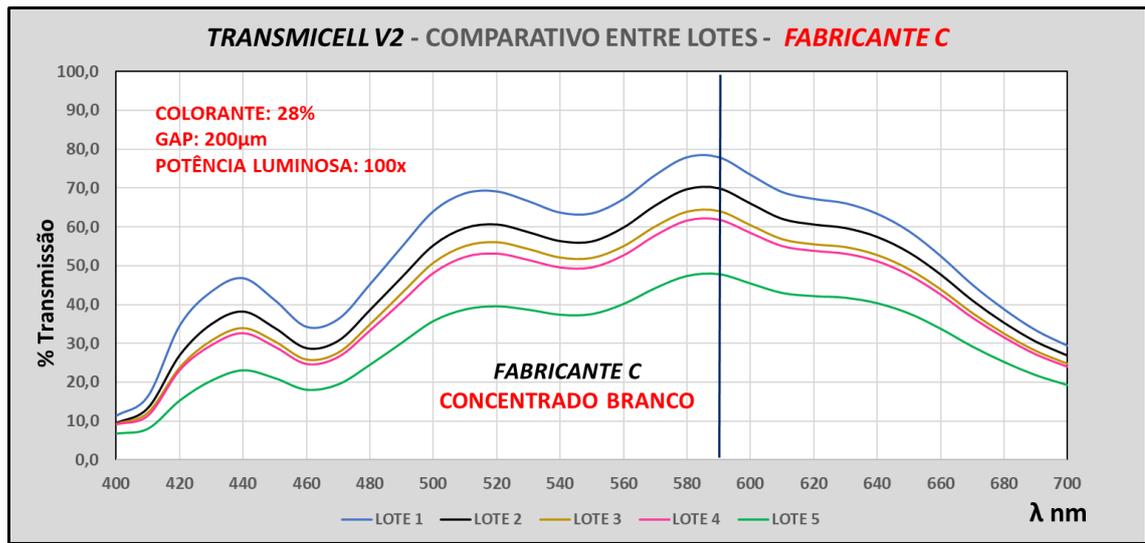


Figura 4.3.2 – Transmissão no pico de 590 nm dos cinco lotes do Fabricante C.

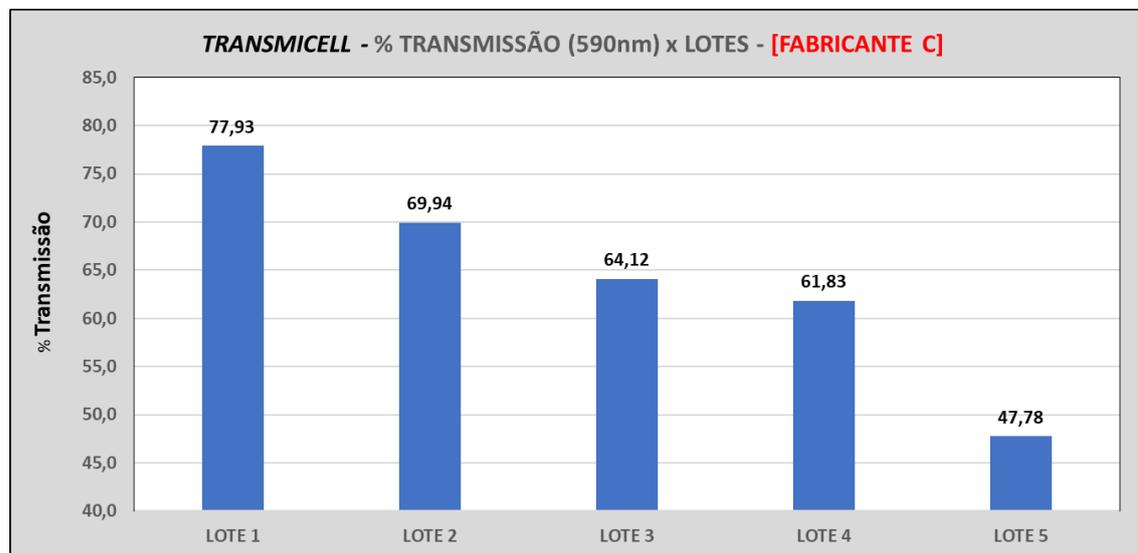


Figura 4.3.3 – Diferença de Transmissão entre os lotes de maior e menor Força de Tingimento do Fabricante C.

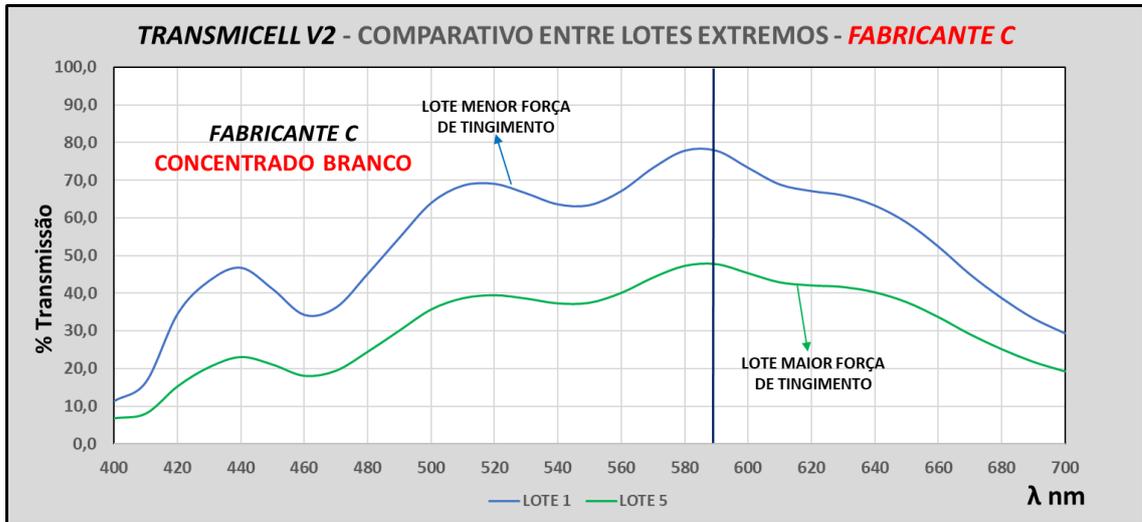


Figura 4.3.4 – Extensão em cartela do corte com preto dos lotes de maior e menor Transmissão para o Fabricante C.



Figura 4.3.5 – Comparativo de sensibilidade da medida de Força de Tingimento em Transmissão versus Reflexão para o Concentrado Branco.

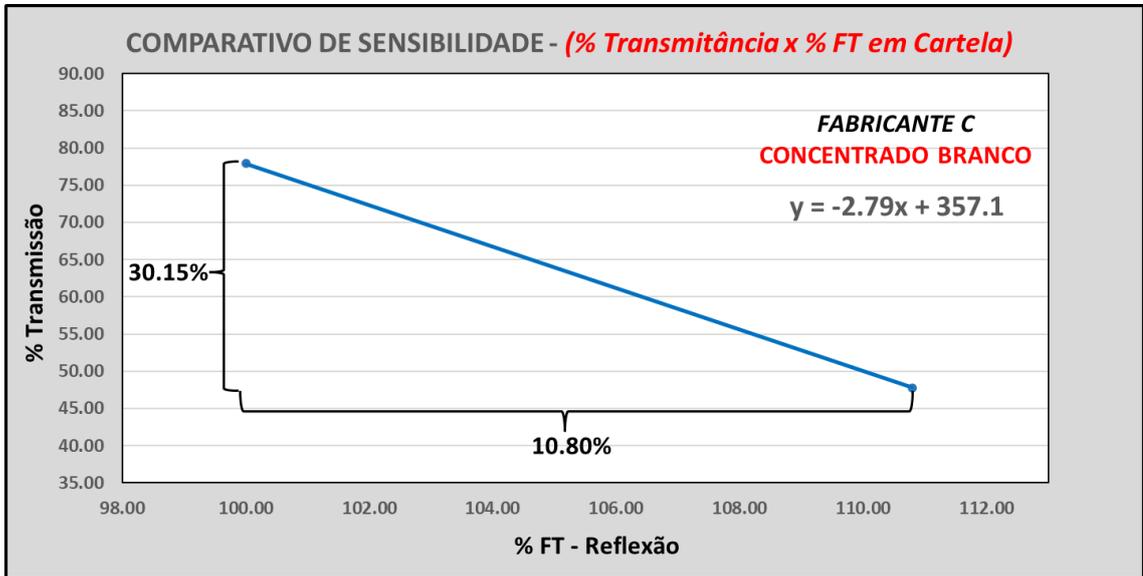


Figura 4.3.6 – Gradiente de incremento mássico de resina para o Fabricante C.

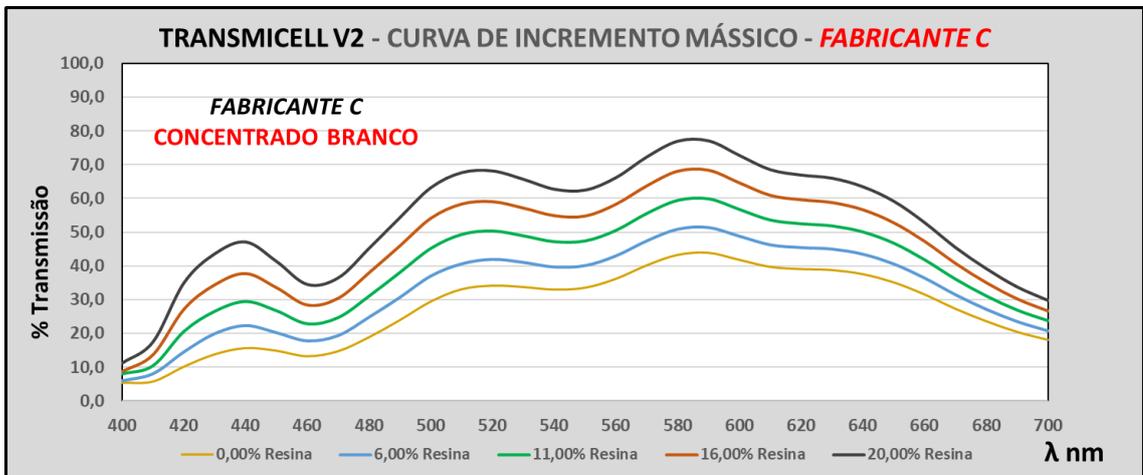


Figura 4.3.7 – Variação da Transmissão no pico de 590 nm com a adição de percentual de resina.

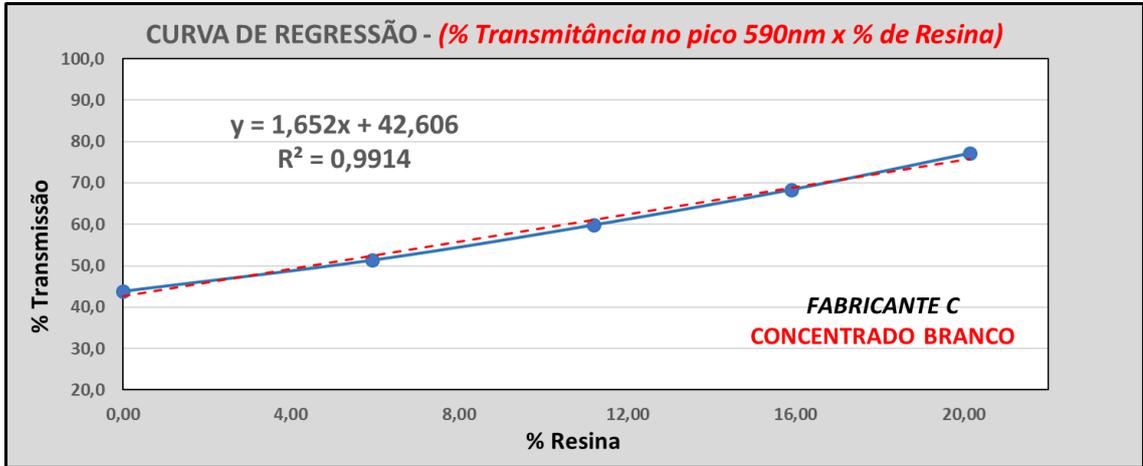


Figura 4.3.8 – Ajuste da Força de Tingimento para o Fabricante C utilizando a *Transmicell*.

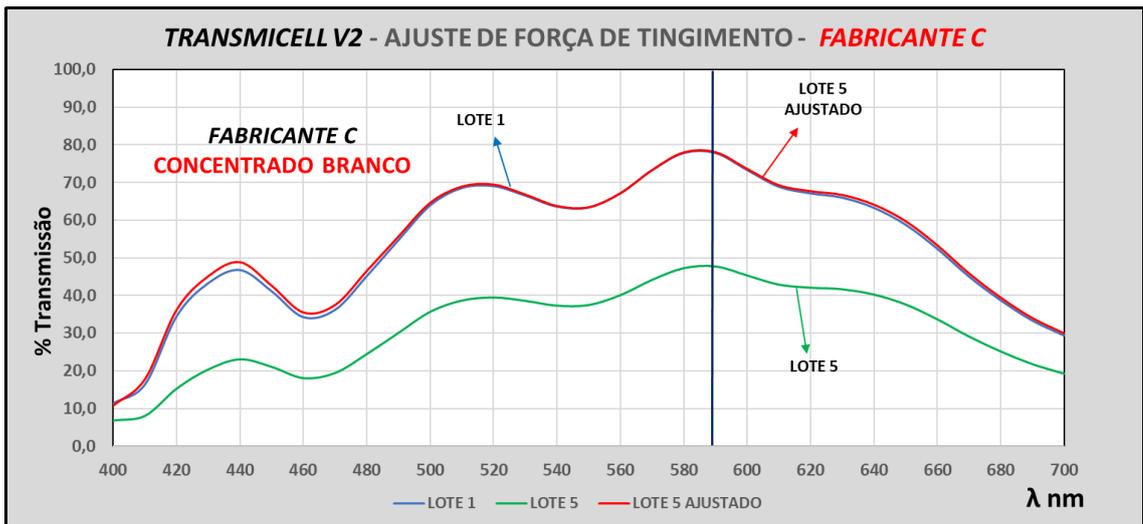


Figura 4.3.9 – Aplicação em cartela para verificação da Força de Tingimento do lote ajustado e do lote no limite inferior da especificação do Fabricante C.



#### 4.4 FABRICANTE D

Para o Fabricante D, utilizou-se o Concentrado Preto base água onde foram observadas diferenças de até 18,41% de transmitância no pico (690 nm).

O pigmento utilizado nas formulações de pretos, no caso o negro de fumo, fornece uma alta opacidade ao meio, tornando mais difícil realizar a leitura da amostra *in natura*. Visando contornar esse problema, realiza-se uma pré-diluição da amostra antes de a inserir no tanque da amostra utilizando a resina do próprio concentrado.

Figura 4.4.1 - Espectros de Transmissão para os cinco lotes de concentrado preto do Fabricante D.

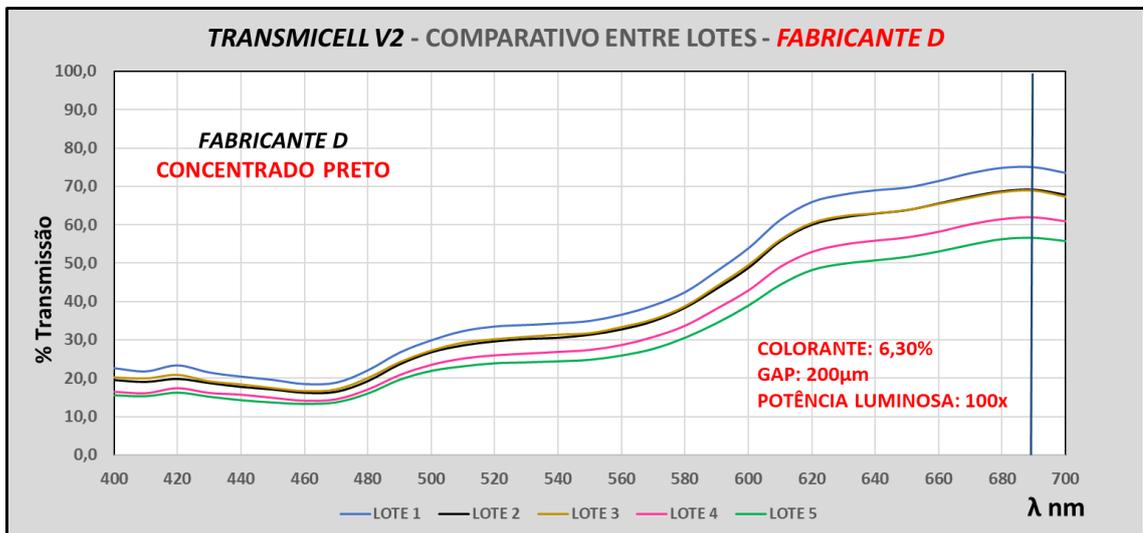


Figura 4.4.2 – Transmissão no pico de 690 nm dos cinco lotes do Fabricante D.

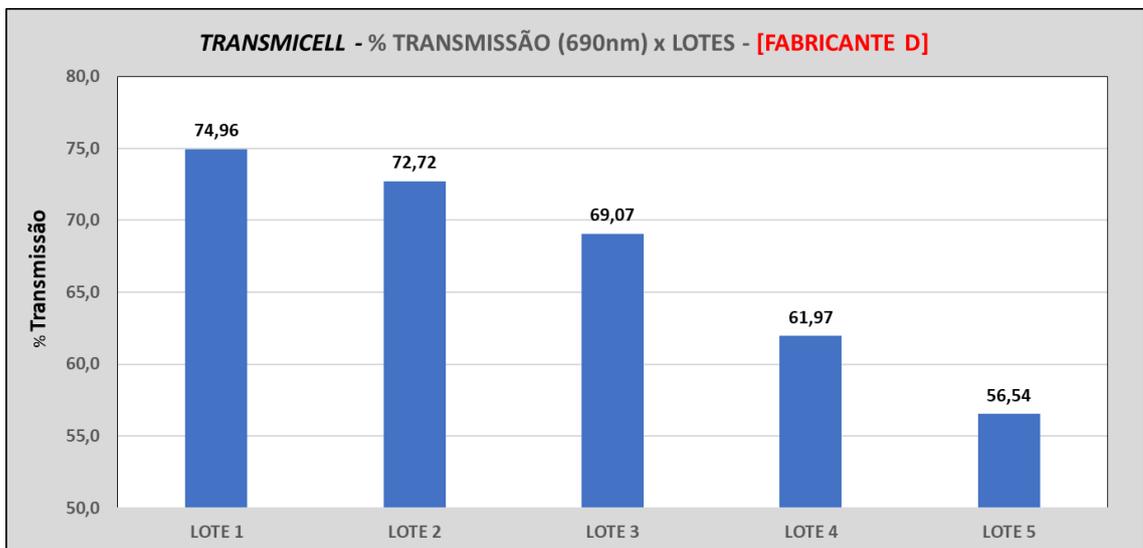


Figura 4.4.3 – Diferença de Transmissão entre os lotes de maior e menor Força de Tingimento do Fabricante D.



Figura 4.4.4 – Extensão em cartela do corte com branco dos lotes de maior e menor Transmissão para o Fabricante D.



Figura 4.4.5 – Comparativo de sensibilidade da medida de Força de Tingimento em Transmissão versus Reflexão para o Concentrado Preto.

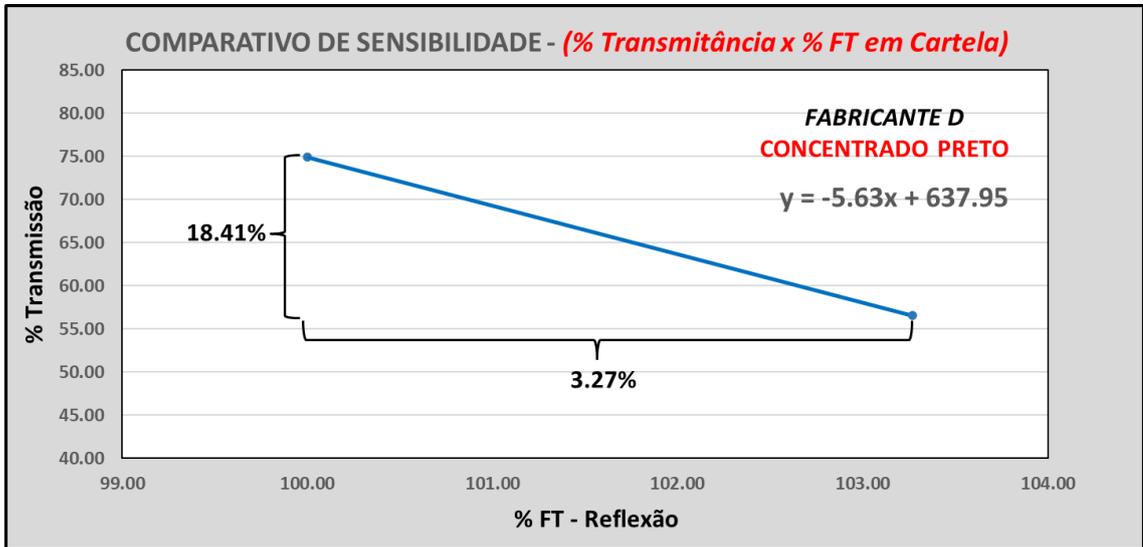


Figura 4.4.6 – Gradiente de incremento mássico de resina para o Fabricante D.

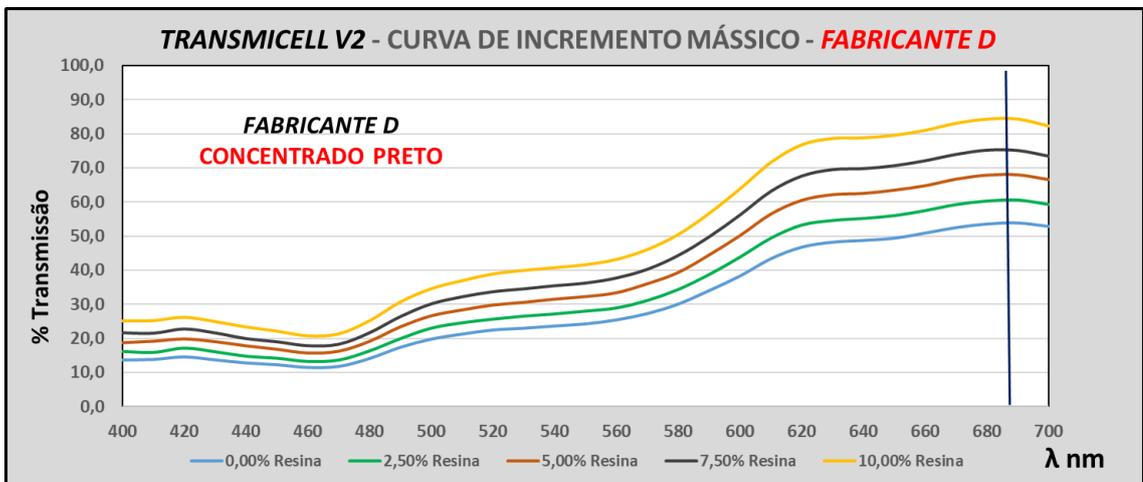


Figura 4.4.7 – Variação da Transmissão no pico de 690 nm com a adição de percentual de resina.

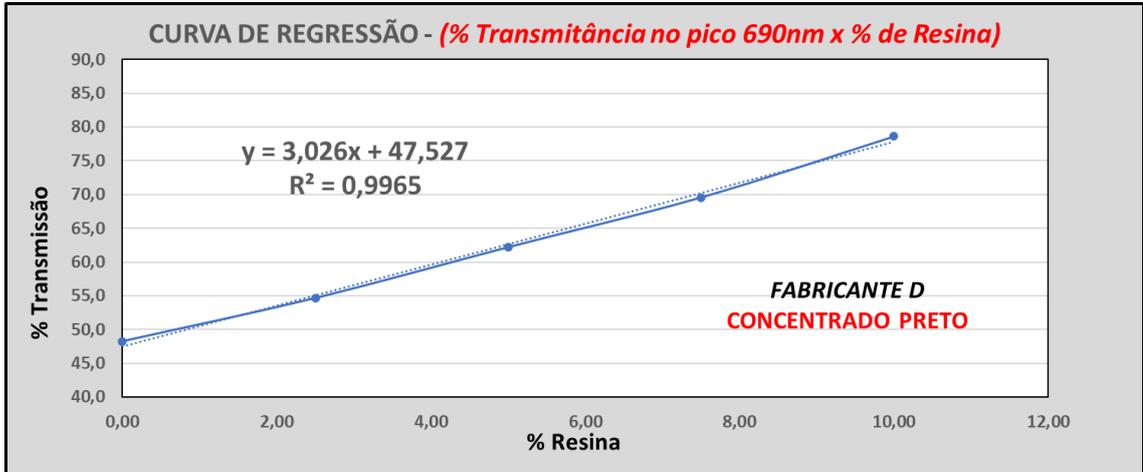


Figura 4.4.8 – Ajuste da Força de Tingimento para o Fabricante D utilizando a Transmicell.

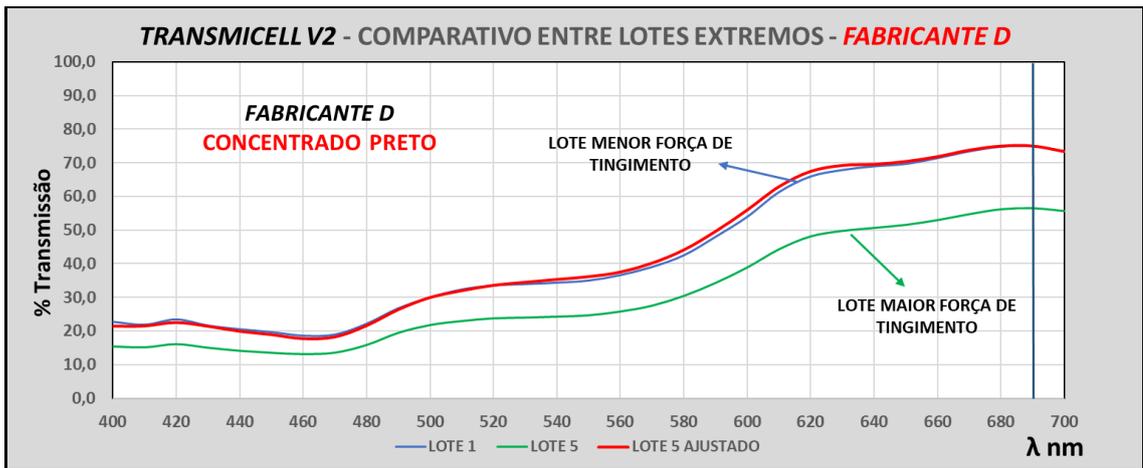


Figura 4.4.9 – Aplicação em cartela para verificação da Força de Tingimento do lote ajustado e do lote no limite inferior da especificação do Fabricante D.



#### 4.5 RESULTADOS GERAIS

Tabela 2 – Consolidado de resultados de Transmissão no pico de cada concentrado para os Fabricantes analisados.

<b>TRANSMISSÃO NO PICO (%)</b>				
	<b>Fabricante A</b>	<b>Fabricante B</b>	<b>Fabricante C</b>	<b>Fabricante D</b>
	<b>Azul</b>	<b>Amarelo</b>	<b>Branco</b>	<b>Preto</b>
<b>LOTE 1</b>	79,64	109,83	77,93	74,95
<b>LOTE 2</b>	76,08	104,66	69,94	72,72
<b>LOTE 3</b>	73,16	98,80	64,12	69,07
<b>LOTE 4</b>	71,70	93,30	61,83	61,97
<b>LOTE 5</b>	70,76	90,99	47,78	56,54
<b>Média (%)</b>	<b>74,27</b>	<b>99,52</b>	<b>64,32</b>	<b>67,05</b>
<b>Amplitude</b>	8,88	18,84	30,15	18,41
<b>Desvio Padrão</b>	3,61	7,82	11,14	7,66

Diante dos resultados apresentados na tabela, o concentrado branco do Fabricante C apresentou a maior amplitude em termos de Transmissão no pico entre os fabricantes analisados.

Tabela 3 – Consolidado de resultados de ajuste mássico.

<b>INCREMENTO MÁSSICO (%)</b>				
	<b>Fabricante A</b>	<b>Fabricante B</b>	<b>Fabricante C</b>	<b>Fabricante D</b>
	<b>Azul</b>	<b>Amarelo</b>	<b>Branco</b>	<b>Preto</b>
<b>LOTE 1</b>	0,00	0,00	0,00	0,00
<b>LOTE 2</b>	1,16	3,45	4,84	1,80
<b>LOTE 3</b>	2,12	5,27	8,36	1,84
<b>LOTE 4</b>	2,71	6,25	9,69	4,29
<b>LOTE 5</b>	2,90	7,99	18,25	6,31
<b>Média (%)</b>	<b>2,22</b>	<b>5,74</b>	<b>10,29</b>	<b>3,56</b>
<b>Amplitude</b>	2,90	7,99	18,25	6,31
<b>Desvio Padrão</b>	0,78	1,90	5,69	2,17

Tabela 4 – Consolidado de resultados de Força de Tingimento para os Fabricantes analisados.

<b>FORÇA DE TINGIMENTO (%)</b>				
	<b>Fabricante A</b>	<b>Fabricante B</b>	<b>Fabricante C</b>	<b>Fabricante D</b>
	<b>Azul</b>	<b>Amarelo</b>	<b>Branco</b>	<b>Preto</b>
<b>LOTE 5</b>	102,36	105,50	110,80	103,27
<b>LOTE 1</b>	100,00	100,00	100,00	100,00
<b>LOTE 5 AJUSTADO</b>	99,92	99,31	99,57	99,55
<b>Amplitude</b>	2,36	5,50	10,80	3,27

## 5 DISCUSSÃO DOS RESULTADOS E CONCLUSÕES

Tendo como base a Tabela 2, é possível afirmar que a maior amplitude encontrada em Transmissão no pico foi para o Concentrado Branco, do Fabricante C, enquanto a menor variação foi observada no Concentrado Azul, do Fabricante A, corroborando com os resultados de Reflexão em cartela obtidos conforme a Tabela 4. Ressalta-se a elevada sensibilidade da técnica de Transmissão, que para os concentrados estudados neste trabalho, foi de em média 4 vezes maior em relação ao método de Reflexão.

A Tabela 3 fornece os valores de incremento mássico possíveis para cada Fabricante analisado. Esse ajuste é possível devido ao ótimo R&R apresentado pelo equipamento utilizado, permitindo que faixas de aprovação dos produtos sejam reduzidas de maneira significativa.

É possível observar na Tabela 4 que os lotes que foram ajustados encontram-se dentro da faixa de especificação dos Fabricantes em termos de Força de Tingimento, comprovando toda a performance e eficácia desta nova metodologia, atingindo o objetivo inicial deste trabalho.

### 5.1 SIGNIFICÂNCIA TÉCNICA

Tendo em vista a alta sensibilidade, reprodutibilidade e repetibilidade da *Transmicell* em comparação aos métodos convencionais, foi possível discriminar a variabilidade da Força de Tingimento entre os lotes dos fabricantes analisados em termos de Transmissão. Essa variação entre lotes pode ser decorrente de vários fatores que influenciam estas mudanças, tais como: variação nos lotes e fornecedores de matérias primas cruciais, como os pigmentos, variações no processo de produção, como tempo de moagem/dispersão, variação de equipamentos, entre outros.

A partir da adoção da técnica de Transmissão da Luz, é possível estreitar a faixa de variação de Força de Tingimento, diminuindo a variabilidade lote a lote entregue pelo Fabricante, de modo a melhorar a capacidade do processo e garantindo constância na qualidade do produto. Dessa forma, há uma redução significativa ou até a exclusão da necessidade de ajustes de cores finais na produção de tintas internamente ou em sistemas tintométricos (*mixing machines*) no mercado.

A técnica de Transmissão permite a redução de cerca de 90% do tempo de medição e ajuste da propriedade de Força de Tingimento, traduzindo-se em ganhos de produtividade e redução de custos variáveis. Além disso, por se tratar de uma análise automatizada, os erros humanos associados às diversas operações relativas ao método convencional são eliminados, como aplicação da película do concentrado na cartela, cura do material em estufa, *flash-off* e pesagens.

Na metodologia proposta, a amostra é lida *in natura* e, desta forma, a *Transmicell* pode ser empregada diretamente na linha de produção, permitindo assim um alto nível de automação do processo, com um alto impacto na redução no *lead time* de processo.

A adoção de um sistema de controle *in-line*, utilizando a técnica de Transmissão da Luz, trata-se de um grande salto tecnológico (*technology break through*) para a Indústria de Tintas em direção ao conceito de “Indústria 4.0” , no que diz respeito ao controle de propriedades óticas de dispersões de pigmentos diretamente na linha de produção.

## 5.2 SIGNIFICÂNCIA ECONÔMICA

Historicamente, o maior gargalo de produção da indústria de tintas consiste no controle e ajuste de produtos, como concentrados, e nas cores finais de produtos acabados (tintas). Ao ajustar a Força de Tingimento de concentrados fazendo uso de uma estreita faixa de especificação, proporcionada pelo uso da Transmissão, o custo do ajuste de produtos finais pode ser reduzido drasticamente, tanto em relação ao custo variável em matéria prima, como em mão de obra.

Utilizando a *Transmicell* é possível otimizar a formulação de concentrados, reduzindo a sobre qualidade através da utilização de uma menor concentração de pigmentos. Através do acompanhamento da Transmissão na dispersão e na moagem, também é possível aperfeiçoar a fórmula do concentrado, analisando a eficiência do processo e gerando uma economia significativa.

Tendo em vista que o método de determinação de Força de Tingimento através da técnica de Transmissão ocorrer em poucos minutos, diferentemente do teste convencional, o custo de mão de obra direta para este fim é reduzido de forma expressiva, resultando também em significativos ganhos em produtividade.

Destaca-se que, para os concentrados à base de água, pode-se utilizar água destilada como veículo de diluição na *Transmicell* em substituição ao veículo formado pela mistura de resina e de solvente, reduzindo assim, o custo da análise de Força de Tingimento.

### 5.3 SIGNIFICÂNCIA AMBIENTAL

O principal impacto da técnica de Transmissão consiste na redução sistêmica do consumo de matérias primas, principalmente na quantidade de pigmentos necessários para a produção de tintas, assim a redução do impacto ambiental tem uma significância altamente expressiva, tendo em vista o grande volume de contaminantes gerados pelas indústrias produtoras desses materiais.

Atrelado a isso, a redução da demanda estende-se a toda a cadeia de produção, no que diz respeito ao consumo de energia, consumo de água, geração de rejeitos tóxicos, poluição atmosférica, entre outros.

Por final, é esperada uma redução expressiva na quantidade de insumos, uma vez que o emprego desta técnica consiste em utilizar um equipamento com baixo consumo de materiais. Os testes convencionais de Força de Tingimento consomem uma grande quantidade de materiais, como papel, cartelas de aplicação, concentrado, solventes, espátulas descartáveis, recipientes plásticos, entre outros, gerando uma grande quantidade de rejeitos.

## 5.4 CONCLUSÕES

De acordo com os estudos desenvolvidos neste trabalho e levando em conta as variações observadas nos lotes de concentrados analisados, pode-se afirmar que existe uma considerável margem de ajuste para todos os Fabricantes em questão, resultando em uma potencial e significativa economia se adotada a *Transmicell* para controle de qualidade da propriedade estudada.

O objetivo principal deste trabalho foi plenamente atingido, ficando comprovada a eficácia do ajuste de Força de Tingimento através da técnica de Transmissão, visto que as amostras que sofreram ajustes permaneceram dentro da faixa de especificação e muito próximas do lote definido como padrão mínimo de Força de Tingimento.

O uso da técnica de Transmissão em equipamento específico permite à indústria de tintas uma maior produtividade e competitividade quando comparado a técnicas de controle convencionais. Aliado a isso, cita-se um salto na evolução tecnológica no controle das propriedades ópticas das dispersões de pigmentos, sendo muito superior à técnica convencional em diversos aspectos, conforme demonstrado.

Ressalta-se que no presente trabalho a única propriedade avaliada consiste na Força de Tingimento. Estudos mais amplos avaliando as coordenadas CIELAB, tanto por meio da Transmissão como da reflexão, serão abordadas em trabalhos e artigos futuros.

Enfatiza-se também que o equipamento apresenta igual sensibilidade para produtos base solvente e base água, sendo que esse último permite o uso de água destilada como veículo, reduzindo ainda mais os efeitos ao meio ambiente.

Além dos pontos já citados nas significâncias técnica, econômica e ambiental, pretende-se futuramente realizar uma nova pesquisa utilizando a *Transmicell* para avaliar a eficiência de diferentes etapas do processo de produção de um concentrado, como moagem e dispersão, que podem vir a trazer ganhos extremamente significativos. Cita-se uma possível redução de energia e tempo empregados no processo como um dos fatores passíveis de ganho.

Esta metodologia permite ainda a aplicação da técnica de Transmissão da Luz no controle de produção de dispersões de pigmentos *in-line*, o que possibilita a adoção da automação do processo de produção via Indústria 4.0. Atualmente, este salto tecnológico

está distante de ser implementado na Indústria de Tintas devido ao fato de grande parte dos testes atuais de controle de qualidade serem feitos de forma manual, *off-line* e possuírem um R&R pobre.

## **6 REFERÊNCIAS**

AUTOMOTIVE INDUSTRY ACTION GROUP (AIAG). **Measurement systems analysis Reference Manual**. 4ed. Chrysler, Ford, General Motors Supplier Quality Requirements Task Force , 2010.

BROCK, T.; GROTEKLAES, M.; MISCHKE, P. **European Coating Handbook**. 2ed. Hannover: Vicentz Network, 2010.

CASTRO, D.C. **Estudo da influência das propriedades de diferentes cargas minerais no poder de cobertura de um filme de tinta**. Porto Alegre, Rio Grande do Sul, 2009.

FAZENDA, J.M.R. **Tintas – Ciência e Tecnologia**. 4ed versão ampliada São Paulo: Editora Blucher, 2009.

GERVÁZIO, S. N. **Resumo da apresentação pigmentos e tinturas. IFUSP óptica física**. São Paulo.

**ISO 18314-2 - International Organization for Standardization - Tinting Strength, Hiding Power, Saunderson Correction**. Genebra, Suíça, 2018.

LOPEZ, A.B, DIEFENBACH, E., PALUDO, E.O., AUAD, R.B. **Ajuste do poder de cobertura seca em tintas imobiliárias através da técnica de transmitância em equipamento específico**. São Leopoldo, 2021.

PEIXOTO, C. A. M. **Ajuste da cor de tintas no estado líquido**. Porto Alegre, 2016.