

ESTUDO DO IMPACTO DA VARIAÇÃO DA RELAÇÃO DE TEOR DE HIDROXILA E DE ISOCIANATO NO DESEMPENHO DE UM VERNIZ A PARTIR DE UMA RESINA ACRÍLICA HIDROXILADA COM ALTO TEOR DE NÃO VOLÁTEIS

Guilherme da Silva Cardoso¹

Josiane da Rocha Silvano das Neves²

Resumo: Testes de novas resinas e tintas são estudadas a todo momento, seja por investimento em novas tecnologias ou a necessidade de redução de custo. A pandemia do Covid-19 impactou fortemente o mercado, tornando-o mais competitivo. Diante disso, o presente artigo estuda o impacto da variação da relação de teor de hidroxila e isocianato em um verniz, o qual foi preparado a partir de uma resina com alto teor de não-voláteis associado a um catalisador isocianato. O presente estudo apontou os impactos que o aumento do teor de isocianato causa no verniz, em ensaios realizados como: aspecto de filme úmido, secagem, *pot life*, dureza, brilho, espessura, resistências química, mecânica e abrasão, além da aderência em corte cruzado. O aumento de catalisador isocianato nas misturas, revela que há um aumento em dureza, espessura, aderência e nas resistências, não demonstrou nenhuma variação expressiva nos ensaios de *pot life*, porém notou-se a diminuição do brilho. Contudo, nos ensaios de aspecto de filme úmido obteve-se um aspecto denominado casca de laranja, provável interação entre superfície (primer) e relação de solventes utilizados na diluição.

Palavras-chave: resina; desempenho; caracterização; bicomponente.

1 INTRODUÇÃO

No mercado, a busca por matérias-primas de baixo custo, de alta qualidade, performance e rendimento, aumenta a cada dia, e isso se agravou exponencialmente após a crise pandêmica do Covid 19, que teve início em 2020.

A pandemia afetou o mundo todo em diversas maneiras, principalmente no aspecto econômico, e por consequência, gera um grande impacto na busca por matérias-primas, pois a produção não é o suficiente, e os preços aumentam de maneira alarmante devido à alta demanda.

Devido à escassez na compra de matérias-primas, a busca por seus contratipos equivalentes se torna cada vez mais essencial, de forma que o produto não perca qualidade e não aumente seu valor de venda.

¹ Graduando em Engenharia Química, ano: 2022. E-mail: guicardoso.eng@hotmail.com

² Professor do Centro Universitário UniSATC E-mail: josiane.neves@satc.edu.br



Na indústria de tintas esse cenário se intensificou por busca de matéria-prima de qualidade e com o menor custo, a fim de manter a empresa competitiva no mercado.

Antes da pandemia, era necessária a melhoria das formulações a cada dia, com obtenção de novas tecnologias, métodos e melhores resultados, porém, no cenário pós pandemia, a pesquisa se torna não somente necessária, como também essencial.

Neste contexto, um desafio encontrado na indústria é ter uma tinta bicomponente que possua alta performance, como por exemplo, rápida secagem e alto poder de cobertura. Portanto, neste trabalho, deseja-se estudar o comportamento da variação da relação entre teor de hidroxila e teor de isocianato a partir da combinação de uma resina acrílica hidroxilada com alto teor de não-voláteis e de um catalisador isocianato.

A partir das relações estudadas, serão realizadas caracterizações, como aspecto de filme úmido, secagem, dureza, *pot life*, aderência, resistências química, mecânica e abrasão, brilho e espessura de filme, a fim de compreender o impacto da variação dos teores de hidroxila e isocianato no desempenho da resina.

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1 TINTA

A tinta, segundo ABRAFATI (2018) “tem por finalidade proteger e embelezar produtos industriais, edifícios, etc. O embelezamento ocorre principalmente por meio da coloração das superfícies correspondentes.”, porém, além do embelezamento, oferece proteção contra agentes externos como a chuva, poeira, oxidação, etc.

O Brasil é apontado como um dos cinco maiores mercados mundiais para tinta, sendo que em 2021 foram produzidos 1,715 bilhão de litros de tinta, tendo um aumento de 5,7% em volume comparado ao ano anterior. O ramo se divide em quatro principais categorias: tinta automotiva (1,8%), tinta de repintura automotiva (4,1%), tinta para indústria no geral (10,6%) e tinta imobiliária (83,5%) (ABRAFATI, 2022).

É um produto muito bem disseminado no cotidiano da população, visto que está presente nas superfícies de carros, prédios, móveis, e de fácil aquisição. Todavia,



existe também uma complexidade significativa envolvida, desde o processo de formulação e composição, até sua aplicação na superfície desejada.

Conforme Fazenda (2009), a tinta em si é na verdade a composição de quatro componentes principais:

- Solvente (líquido volátil, utilizado para dissolver a resina);
- Pigmento (utilizado para conferir cor, opacidade e tingimento);
- Aditivo (adicionado para agregar características especiais como secante, anti-sedimentar, antiespumante etc.);
- Resina (parte não-volátil, componente que determina as principais características da tinta e, devido a sua relevância, determina também o tipo de tinta a ser produzida).

2.2 SOLVENTE

Empregado na dissolução da resina e ajuste da viscosidade na mistura para obtenção da tinta. Como aponta Matos (2017, p. 6), um solvente eficaz apresenta baixo de ponto de ebulição, estabilidade química, alta solubilidade, leve cheiro ou inodoro, baixa toxicidade etc, e além de homogeneizar a resina, auxilia para o nivelamento, permite a formação adequada do filme e age na aparência final da tinta.

Há alguns anos a água vem recebendo destaque como uma alternativa de solvente. As tintas base d'água tem algumas vantagens por serem inodoras, não inflamáveis e não tóxicas.

2.3 PIGMENTO

Substâncias sólidas, de baixa granulometria, não-voláteis e insolúveis na mistura. Sua principal função é proporcionar cor e opacidade à tinta. De acordo com Matos (2017, p. 7-11), são classificados em:

- Orgânicos: possuem maior força de tingimento, durabilidade, geralmente são mais brilhosos e mais caros (exemplos: perileno vermelho, aril amídico amarelo);

- Inorgânicos: provenientes de minerais, são menos brilhosos, mais acessíveis monetariamente (exemplos: dióxido de titânio (TiO_2), óxido férrico (Fe_2O_3);

2.4 ADITIVO

Os aditivos são componentes extras na formulação da tinta, visto que são adicionados para agregar alguma característica nova à tinta. Conforme aponta Matos (2017, p. 11), os aditivos podem ser classificados com a:

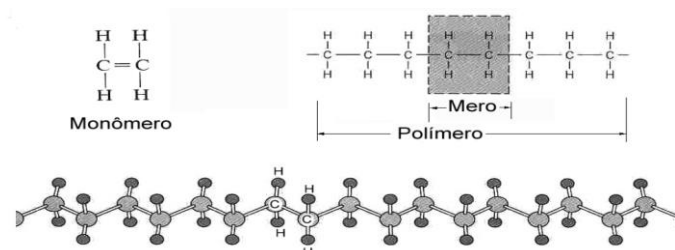
- cinética: empregados para acelerar a secagem;
- reologia: usados para espessar a tinta agregando maior fluidez;
- preservação: preveem o crescimento de microrganismos, como fungos e bactérias;
- processo: facilitam a formulação da tinta, como por exemplo, os surfactantes que promove mais estabilidade e dispersão dos pigmentos.

2.5 RESINA

É possível classificar a resina como principal componente da tinta, pois é nela que estão as principais características, o que definirá o propósito da tinta e sua afinidade com os outros componentes da mistura.

As propriedades intrínsecas da resina são provenientes do tipo de polímero que a forma. “Os polímeros são substâncias químicas de alto peso molecular obtidos pela reação denominada polimerização, através da qual compostos químicos de baixo peso molecular (monômeros) reagem entre si para formar macromoléculas” (FAZENDA, 2009, p. 13).

Figura 1 – Exemplificação de monômero e polímero



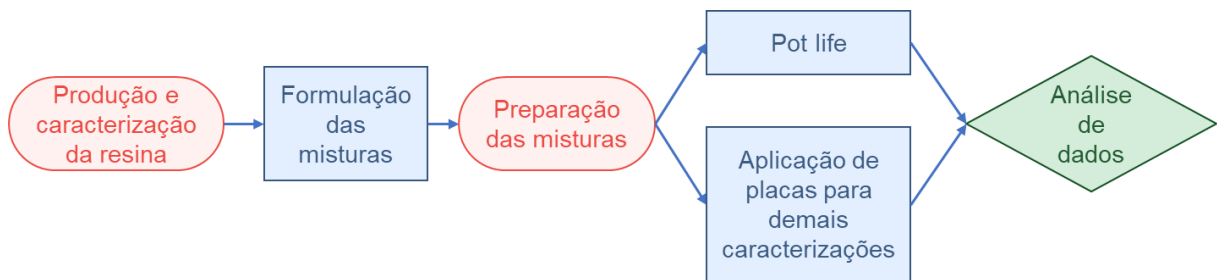
Fonte: DEMARQUETE.

3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

O estudo foi realizado no Laboratório de Desenvolvimento de Resinas da Farben Indústria Química S/A, localizado em Içara/SC.

Para a realização e organização do trabalho foi elaborado um fluxograma para determinar as etapas da metodologia.

Figura 7 – Fluxograma para realização do trabalho



Fonte: Do autor (2022).

Após a produção da resina, essa foi caracterizada para obtenção de dados necessários para a realização das misturas, como Teor de Não-Voláteis, Viscosidade Gardner, Aspecto de filme úmido, Índice de Acidez e Teor de Hidroxila.

3.1 CARACTERIZAÇÕES DA RESINA

Seguem as metodologias realizadas para a avaliação dos parâmetros da resina.

3.1.1 Aspecto

A resina foi alocada em um tubo Gardner e buscou-se observar a transparência ou turbidez, além da existência de impurezas e contaminantes. O resultado se dá pela descrição visual do aspecto, seguindo como orientação desse teste o procedimento interno da empresa.

3.1.2 Teor de não-voláteis

Pesou-se um papel alumínio com dimensões aproximadas de 30x15cm, dobrado ao meio e pesado em uma balança analítica com precisão de 0,0001g. Em seguida uma seringa contendo a resina foi pesada e tarada a balança. A seguir, colocou-se cerca de 1g da resina no papel alumínio, o qual foi fechado e com um auxílio de uma placa de vidro, o papel foi pressionado afim de espalhar uniformemente a resina. O papel foi aberto e encaminhado a uma estufa com temperatura de 100°C (+-5) por aproximadamente 30 minutos. O papel seco foi pesado, e então calculou-se:

$$\%NV = \frac{ps-pv}{pu} \cdot 100 \quad (1)$$

Onde:

%NV: percentual de não-voláteis;

ps: papel alumínio seco em gramas (g);

pv: papel alumínio vazio em gramas;

pu: peso da amostra úmida em gramas.

Esse procedimento interno da empresa tem por objetivo determinar o teor de não-voláteis, que foi utilizado para o cálculo da diluição das misturas posteriores.

3.1.3 Cor e Viscosidade Gardner

Os métodos seguem o padrão da escala Gardner, uma escala muito utilizada no Controle de Qualidade na área de tintas.

A resina foi alocada em tubo Gardner até o menisco indicado, o qual foi colocado no suporte e comparou-se a cor da amostra com a cor do disco que é observada na viseira. A escala da cor é observada sob um padrão de 8 cores amareladas/avermelhadas, sendo classificada de 1 a 18, sendo 1 o mais incolor, e 18 um vermelho escuro. Objetiva-se medir a cor a fim de acompanhar seu estado ao longo do estudo.

Para o viscosímetro, todos os tubos devem estar à temperatura ambiente, geralmente alocados em um banho maria com a temperatura fixada em 25°C. A



amostra também é colocada em um tubo Gardner, e com a temperatura ajustada, pegou-se dois tubos da escala Gardner (que variam de A e Z e de Z1 a Z10), alocou-se o tubo da amostra entre os padrões sob o mesmo nível de menisco, e vira-se os três tubos. A viscosidade é lida baseada na velocidade em que a bolha sobe ao virar os tubos. Com esse parâmetro é possível obter um valor de viscosidade para posteriores diluições.

3.1.4 Índice de acidez

O método determina a acidez livre presente na parte não volátil da amostra. Primeiramente pesou-se cerca de 4g da resina em um Erlenmeyer tarado sob uma balança analítica de precisão 0,01g. Em seguida, adicionou-se 25mL de uma solução de Tolueno:Etanol 2:1 (previamente preparada e neutralizada) e 4 gotas de Fenolftaleína. Realizou-se uma titulação, em um titulador digital, com um titulante KOH de normalidade 0,0953N. Com o valor de volume titulado sob o erlenmeyer, calculou-se o Índice de acidez da resina. O valor é representado pelo número de miligramas de hidróxido de potássio (KOH) necessários para neutralizar grupos reativos com álcali em uma grama de não voláteis da amostra, sendo calculado pela fórmula:

$$A = \frac{VxK}{SxN} \quad (2)$$

Onde:

A: índice de acidez (mg KOH/g de amostra);

V: volume de KOH titulado (mL);

K: peso de resina por mL de solução, obtido pela multiplicação da normalidade da solução pelo peso molecular do hidróxido de potássio (mg);

S: peso da amostra (g);

N: teor de não voláteis, em fração decimal.

3.1.5 Teor de hidroxila

Preparou-se um banho maria com temperatura fixada entre 70 e 80°C. Em uma balança de precisão 0,0001g, pesou-se cerca de 1g da resina e 5,01g de uma



solução de anidrido acético a 23% em piridina em um erlenmeyer de boca esmerilhada, além de uma prova em branco. Após a homogeneização, conectou-se um condensador na boca do erlenmeyer imerso no banho maria, por 1 hora. Retirou-se do banho, e ainda conectado no condensador, adicionou-se 10mL de água destilada, deixando o sistema resfriar por 15 minutos. Por último adicionou-se 25mL de butanol p.a. (pureza mínima de 99,4%), 25mL de uma solução 1:1 de acetona e xileno e 4 gotas de solução de fenolftaleína. Titulou-se com solução alcoólica de KOH 0,5N até a obtenção da coloração rósea.

$$IOH = \frac{(B-V) \times N \times 56,1}{A \times \frac{NV}{100}} + IA \quad (3)$$

Onde:

IOH: teor de hidroxila, expresso em mg KOH/g, sobre sólidos;

B: volume em mL, de KOH consumidos na titulação do branco;

V: volume em mL, de KOH consumidos na titulação da amostra;

NV: teor de sólidos da resina (%);

IA: índice de acidez da amostra (mg KOH/g), expresso sobre sólidos;

A: peso da amostra (g);

N: normalidade da solução de KOH.

O método determina o índice de hidroxila livre contida na resina, valor que é utilizado para a determinação das proporções do estudo.

3.2 FORMULAÇÃO DAS RELAÇÕES DE OH E NCO

Para o desenvolvimento da formulação de relações de OH e NCO, utilizou-se uma resina com teor de sólidos aproximado a 75,6% e teor de hidroxila 6,7%, e o catalisador alifático de sólidos 67,5% e teor de isocianato de 14,85%. Utilizou-se a proporção 1:1 de base para dar seguimento aos cálculos. A formulação do verniz é composta por:

Quadro 1: Formulação do verniz

Componentes
Resina
Solvente
Catalisador
Acelerador
Diluyente*

Fonte: Do autor (2022). ***Combinação de solventes**

Primeiramente determinou-se a quantidade de catalisador a ser utilizado:

$$QC = \frac{42.QR.SR.OH.R}{1700.IS} \quad (4)$$

Onde:

QC: quantidade de catalisador (g);

QR: quantidade de resina (g);

SR: sólidos da resina (%);

OH: teor de hidroxila (%);

R: relação OH:NCO;

IS: teor de isocianato (%);

Em seguida determinou-se o teor sólidos inicial do verniz:

$$Svi = \frac{(QR.SR)+(QC.SC)}{QR+QC} \quad (5)$$

Onde:

Svi: sólidos inicial do verniz (%);

QR: quantidade de resina (g);

SR: sólidos da resina (%);

QC: quantidade de catalisador (g);

SC: sólidos do catalisador (%);

Determinou-se um teor de sólidos final do verniz, a partir de uma mistura base:

Quadro 2 – Mistura primária – em gramas (g)

Resina	Catalisador	Total	Diluyente	Solvente
60	50,3	110,3	11,03	14,2

Fonte: Do autor (2022).

Misturou-se 60g de resina com 50,3 g de catalisador (calculados a partir das Eq. 4 e 5), obtendo-se um total de 110,3 g. Em seguida adicionou-se o equivalente a 10% do total da mistura de diluyente e mediu-se a viscosidade em copo-ford N° 4. Objetivou-se ter uma viscosidade próxima a 18 segundos, logo, adicionou-se solvente, cerca de 14,2 g, para obter a viscosidade desejada.

A partir disso, calculou-se o teor de voláteis da mistura base:

$$Sfv = \frac{(QR.SR)+(QC.SC)}{TMB+SA} . 100 \quad (6)$$

Onde:

Sfv: sólidos final do verniz (%);

QR: quantidade de resina (g);

SR: sólidos da resina (fração decimal);

QC: quantidade de catalisador (g);

SC: sólidos do catalisador (fração decimal);

TMB: total da mistura base de catalisador e resina (g);

SA: solvente adicionado (g).

Logo, obteve-se o teor de sólidos alvo final do verniz de 63,7%. Por último quantificou-se a quantidade de solvente a ser adicionado na proporção:

$$QS = \frac{QR+QC}{\frac{Svl}{Sfv}-1} \quad (7)$$

Onde:

QS: quantidade do solvente (g);

QR: quantidade de resina (g);



QC: quantidade de catalisador (g);

Svi: sólidos inicial do verniz (%);

Sfv: sólidos final do verniz (%);

Após estas etapas, calculou-se as quantidades dos materiais do verniz conforme as proporções indicadas:

Tabela 1 – Proporções do estudo

Mistura	OH	NCO
F1	1	0,8
F2	1	0,9
F3	1	1
F4	1	1,1
F5	1	1,2

Fonte: Do autor (2022).

Após a preparação das misturas, conforme a Tab. 2, iniciou-se as caracterizações dos vernizes: *pot life*, aspecto de filme úmido, secagem, dureza em Pêndulo Köning, teste de aderência, resistências química, mecânica e abrasão, brilho e espessura de filme.

Todas as metodologias foram utilizadas e adaptadas conforme as Normas Técnicas da ABNT NBR, salvo as normas de uso interno da Farben Química S/A.

3.3 CARACTERIZAÇÃO DAS MISTURAS

Segue as metodologias realizadas para a avaliação dos parâmetros das misturas.

3.2.1 Aspecto do filme úmido e secagem

Adaptada a partir da norma técnica utilizada pela Farben Química S/A, inicialmente preparou-se uma placa flandres, com dimensões 15x18cm, aplicou-se uma camada de primer, que após seco foi lixado, e em seguida foi aplicado com pistola



de pintura, com somente uma demão, o verniz previamente preparado e diluído. Observou-se o aspecto do filme logo após a aplicação.

O método visa analisar o comportamento da mistura ao ser aplicada na superfície, buscando identificar possíveis pontos, crateras e turbidez.

Para determinação da secagem, após a aplicação, iniciou-se o cronômetro. Foi analisado a placa em intervalos de 30 minutos, pressionando a superfície do filme com a ponta do dedo, verificando o grau de pega. É considerado seco quando, ao pressionar o dedo na placa, não haver nenhuma pega ou resistência ao retirar o dedo. Busca-se determinar o tempo necessário para que a mistura seque completamente.

3.2.2 Determinação do *pot life*

Ensaio referenciado a NBR 15742 (ABNT,2015). Para esta caracterização, o procedimento teve como base determinações de viscosidade em Copo Ford nº 4. Primeiramente estabilizou-se a temperatura de um Copo Ford a 25°C (± 2). Após seco, o equipamento foi alocado no suporte fixo em superfície plana.

Após preparado a mistura de resina e diluição (a diluição tem por objetivo estabelecer uma viscosidade base de 18" para todos os testes), imediatamente iniciou-se o cronômetro. Em seguida, colocou-se um dedo embaixo do Copo Ford (para que a solução não escorra) e adicionou-se a mistura no próprio equipamento até o topo. Retirou-se o dedo e imediatamente foi iniciado um segundo cronômetro até escorrer totalmente a solução. A viscosidade foi dada em segundos. O *pot life* foi determinado com verificações sucessivas de viscosidade em Copo Ford, até que a próxima análise realizada obtivesse um valor duas vezes maior que a primeira obtida (cerca de 36"), e o resultado é o tempo total desde a última diluição.

O método objetiva definir o tempo necessário que o aplicador da tinta tem para manipulá-la após realizar a combinação da tinta com o catalisador.

3.2.3 Determinação da dureza no Pêndulo Köning

Ensaio referenciado a NBR 14946 (ABNT,2017). Primeiramente foi higienizado com álcool etílico uma placa com dimensões 100mm de largura, 200mm de comprimento e 6mm de espessura. Em seguida, foi realizado uma aplicação de



filme úmido com um extensor em espessura de 90 μm , registrando data e hora de aplicação, a qual foi deixada em repouso até a secagem total (cerca de 24h).

Com o filme seco, foi alocado no durômetro e posicionado o pêndulo na posição de partida (na marcação de 6 graus), além de zerado o contador de oscilações. Após as etapas de preparações, foi liberado o pêndulo. O resultado é obtido quando o pêndulo deixa de passar na frente do laser que detecta o movimento e para de realizar a contagem de oscilações.

O resultado deste método será dado em oscilações ou segundos (neste caso, deve-se multiplicar o total de oscilações por 1.4). A dureza da tinta ou resina, está associada ao potencial de resistência à pressão ou deformação.

3.2.4 Testes de resistência

Para os testes de resistência, aplicou-se o verniz em uma placa metálica com pistola de pintura, com somente uma demão e aguardou-se o tempo de cura total do verniz por pelo menos uma semana.

3.2.4.1 Resistência química

Com o auxílio de uma caneta hidrocor, desenhou-se um círculo na placa em teste. Enxugou-se uma porção de algodão hidrófilo com MEK (metil etil cetona), retirou-se o excesso, colocou-se o algodão na área demarcada, cobrindo-o com um béquer pequeno, e iniciou-se um cronômetro. O filme foi exposto ao solvente em teste com acompanhamento a cada 30 minutos por até 12 h. Após o tempo determinado, o algodão foi retirado e a área seca com papel toalha. Verificou-se o efeito da exposição do solvente sobre o verniz. O método visa determinar a resistência que o sistema possui com contato direto ao solvente, mesmo após curado.

Para descrever o grau de resistividade química do verniz, utilizou-se os seguintes dados:

Quadro 1: Grau de resistividade química

Grau	Descrição
0	O impacto não é visível.
1	As mudanças de brilho e cor são pouco visíveis.
2	Rápidas alterações de brilho e cor, sem alteração na superfície.
3	Marcas consideráveis na superfície, mas estrutura basicamente sem impacto.
4	Marcas consideráveis na superfície, mas estrutura da superfície impactada.
5	Superfície danificada.

Fonte: LIMA (2020).

3.2.4.2 Resistência mecânica

O teste é feito manualmente, riscando com auxílio de uma haste metálica e com a unha, aplicando-se força para riscar a superfície da placa com o verniz curado, a fim de observar a resistência que o sistema possui com atritos externos.

3.2.4.3 Resistência a abrasão

Utilizou-se um material abrasivo, mais especificamente uma lã de aço, gerando atrito na superfície, afim de identificar a resistência do sistema quando em contato com material abrasivo.

3.2.5 Determinação de brilho

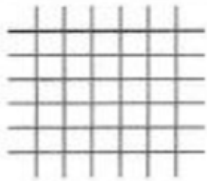
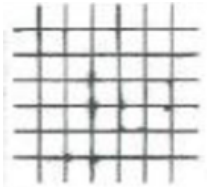
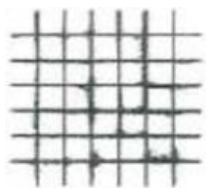
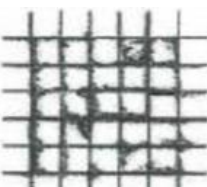

De acordo com a NBR 15299 (ABNT,2015), aplicou-se o filme com pistola de pintura em uma placa metálica com o fundo pintado de preto, e aguardou-se pelo menos 24 horas, afim de garantir a cura do verniz. Para determinação da medição do brilho, utilizou-se o medidor de brilho Glossmeter, da marca Egotec. Primeiramente calibrou-se o equipamento conforme as recomendações do fabricante. As leituras foram realizadas em lugares distintos na placa, expressando o resultado em unidades de brilho (UB).

3.2.6 Aderência – corte cruzado

Ensaio referenciado NBR 14535 (ABNT, 2008). No teste de aderência, deve-se ter uma placa com o verniz já curado. Nesta, realizou-se cortes cruzados em formato de cerquilha, obtendo cerca de 25 quadrados, e aplicou-se um pedaço de fita adesiva sobre os cortes. Após o tempo, puxou-se a fita com força e rapidez. O teste é importante para identificar o quão aderente o verniz é sobre a superfície, visto que a falta de aderência pode levar a possíveis infiltrações de umidade e bolhas de ar.

O resultado da metodologia é dado em uma escala de graus que varia de 0 a 4:

Quadro 3: Escala de graus de aderência

Grau	Estado
G0 – nenhuma área destacada	
G1 – cerca de 5% da área destacada	
G2 – cerca de 15% da área destacada	
G3 – cerca de 35% da área destacada	
G4 – acima de 35% da área destacada	

Fonte: Farben (2015).

3.2.6 Espessura

Baseado na NBR 10443 (ABNT, 2008), objetivou-se determinar a espessura da camada de verniz aplicada com o auxílio de uma pistola de pintura sob uma placa flandres com dimensões 15x18cm. A medição foi realizada com o medidor de espessura Optics Gloss, da marca Egotec, que possui o princípio de medição em superfícies não magnéticas, apontando a espessura medida em μm . A importância da realização deste método é a averiguação da espessura final o filme seco, além de identificar se o filme possui a mesma espessura em toda a superfície aplicada.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nesta secção serão apresentados os resultados obtidos da resina e das formulações.

4.1 RESULTADOS DA RESINA

A fim de validar os dados obtidos, utilizou os parâmetros apresentados na Tab.2 como valores de referência para a resina. Sendo assim espera-se obter os resultados informados a seguir.

Tabela 2: Parâmetros esperados da resina

Aspecto	Viscosidade Gardner	Cor Gardner	Teor de não-voláteis	Índice de acidez	Teor de Hidroxila
Transparente e incolor	Y – Z1	Máx. 2	+80%	Máx. 12	+ 6%

Fonte: Do autor (2022).

Primeiramente realizou-se os testes de aspecto, viscosidade Gardner e cor Gardner, como seguem na tab. 3:

Tabela 3: Resultados da caracterização visual da resina

Aspecto	Viscosidade Gardner	Cor Gardner
Transparente e incolor	Y – Z	1

Fonte: Do autor (2022).

Os resultados obtidos como transparência e cor Gardner 1, são parâmetros desejados, já que são indicativos de que a resina apresenta qualidade, quanto a cor e livre de impurezas que podem influenciar significativamente na tinta final.

A tab. 4 apresenta os resultados de teor de não voláteis e índice de acidez, realizados em duplicata e teor de hidroxila, realizado em triplicata.

Tabela 4 Resultados da caracterização química da resina

Amostra	Teor de não-voláteis (%)	Índice de acidez (mg KOH/g resina)	Teor de hidroxila (%)
1	75,40	10,27	6,64
2	75,75	10,32	6,72
3	-	-	6,60
Média	75,6	10,3	6,7

Fonte: Do autor (2022).

Os parâmetros da tab. 4 mostram que a resina atingiu valores próximo ao esperado, conforme a tab. 2, onde o teor de não voláteis que seria próximo a 80%, obteve-se um valor médio de 75,6%, já o índice de acidez que deveria ser de no máximo 12 mg KOH/g chegamos a uma média de 10,3 mg KOH/g e o teor de hidroxila, o esperado era de mais ou menos 6%, e obteve-se o valor médio de 6,7%.

Como os resultados foram satisfatórios, foram utilizados para os cálculos de diluição e proporção entre grupos OH e NCO.

4.2 RESULTADOS DAS FORMULAÇÕES

4.2.1 *Pot Life*

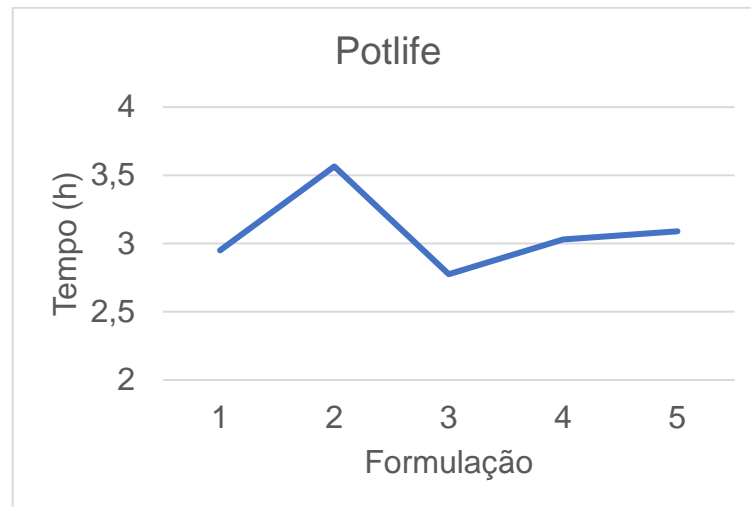
Para os testes de *pot life*, foram realizados testes em duplicatas (representados pela letra D seguido da formulação) e obteve-se os seguintes resultados:

Tabela 5 – Resultados de *pot life* das formulações

Mistura	NV inicial	NV final	Viscosidade inicial (s)	Viscosidade final (s)	Tempo (h)
F1	63,5	53,2	19"12	39"22	2:50
F1 D	63,5	55,3	18"95	36"42	3:06
F2	63,5	55,8	19"02	38"65	3:22
F2 D	63,5	54,6	19"01	38"71	3:46
F3	63,5	57,3	18"87	39"45	2:43
F3 D	63,5	56,4	18"63	36"88	2:50
F4	63,5	55,4	18"65	38"98	2:56
F4 D	63,5	56,0	19"22	38"37	3:08
F5	63,5	56,0	18"31	38"86	3:02
F5 D	63,5	56,7	19"22	39"22	3:09

Fonte: Do autor (2022).

É possível identificar que o menor tempo de *pot life* é referente a mistura F3, com tempo de 2:43 e 2:50, havendo variações nas demais formulações. A partir dos dados da tab. 5, foram feitas as médias dos tempos obtidos para obter o gráfico 1.

Gráfico 1: Média de tempo do *pot life*

Fonte: Do autor (2022).

Os tempos variados nas formulações F1, F2, F4 e F5 podem ser justificadas pelo desbalanceamento entre os grupos OH e NCO, ou seja, um excesso em um dos lados, dessa forma, o grupo em excesso não tem o que consumir para reagir, aumentando o *pot life* da mistura. Indicando que F3 é a que apresenta melhor balanceamento com menor tempo, em torno de 2:43h.

4.2.2 Teste de Dureza

Para o teste de dureza, após 24h da aplicação, as formulações foram acompanhadas ao longo de uma semana, tempo necessário para o verniz obter a cura total.

Tabela 6 – Resultados de Dureza das formulações testes expressos em oscilações

Mistura	Dia 1	Dia 2	Dia 3	Dia 4	Dia 5	Dia 6	Dia 7
F1	39	62	59	55	71	75	63
F2	43	73	70	68	77	79	77
F3	55	56	58	79	97	92	90
F4	48	84	72	72	88	88	103
F5	44	89	81	77	95	91	109

Fonte: Do autor (2022).

É possível identificar que há um aumento significativo na dureza das formulações F4 e F5. A F4 iniciou com 48 oscilações e no segundo dia apresentava uma dureza de 84 oscilações, o mesmo aconteceu com a F5 que estava com 44 oscilações e no segundo dia já estava com 89 oscilações. Apresentando um aumento gradativo até o sétimo dia. Quando avaliamos a F3 a dureza máxima foi obtida somente no quinto dia com estabilização no sexto. Em F1 e F2 obteve-se baixa variação do segundo ao sétimo dia, resultando em 63 e 77 oscilações, respectivamente.

Observa-se que os testes com maior teor de isocianato na composição, F4 e F5, são os que apresentam um maior valor de dureza, enquanto os testes com maior teor de hidroxila, F1 e F2, possuem um filme mais macio.

4.2.3 Secagem

Para os testes de secagem, acompanhou-se o tempo necessário para que ao pressionar o dedo sobre a placa, não houvesse marcas de digital. Foram utilizadas letras que indicassem o estado do filme em determinado tempo: U para úmido, P para pega, LP para leve pega e S para seco.

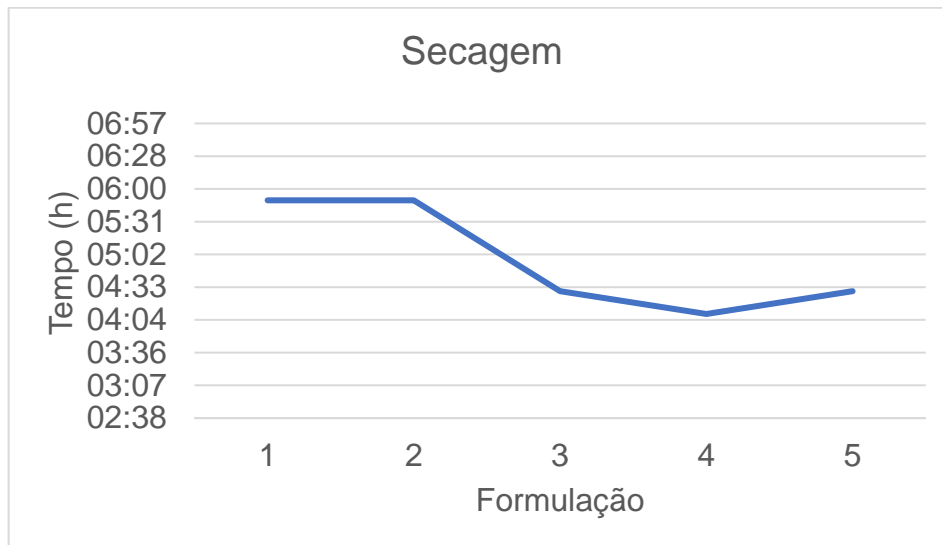
Tabela 7 – Resultados secagem das formulações testes em tempo

Mistura	Início	U	P	LP	S	Total
F1	09:40	10:40	12:40	14:40	15:30	05:50
F2	09:40	10:40	12:40	11:40	15:30	05:50
F3	11:15	12:15	13:00	16:15	16:45	04:30
F4	14:10	16:10	16:45	17:10	18:20	04:10
F5	14:10	16:10	17:10	18:20	18:50	04:40

Fonte: Do autor (2022).

De acordo com a tab. 7, observa-se que as formulações F3, F4 e F5 possuem um tempo de secagem menor, com uma diferença de pelo menos 1h e 10 minutos se comparado as formulações F1 e F2.

Gráfico 2: Tempo de secagem



Fonte: Do autor (2022).

É interessante observar que as misturas F1 e F2 obtiveram um tempo maior de secagem, o que pode ser justificado pelo fato de possuírem menos catalisador em suas formulações, visto que por haver OH livres, o sistema depende da secagem por evaporação de solventes, um processo mais lento.

4.2.4 Aspecto

Os aspectos foram observados em dois tipos de aplicações de pistola: aplicação diretamente sob a placa flandres e aplicação sob o mesmo tipo de placa, porém previamente preparada com primer e tinta poliéster preta; e em dois momentos: logo após a aplicação e após a secagem (cerca de 24 horas).

Imagem 1: Aspecto placa com primer lixado



Fonte: Do autor (2022).

Rapidamente após a aplicação nas placas preparadas com primer e tinta poliéster, observou-se a formação de um aspecto característico chamado “casca de laranja”, que de acordo com o Guia Técnico da Anjo Tintas (2022) “é o aspecto de desnivelamento na película da tinta que se assemelha a uma casca de laranja”.

Porém, diferente das aplicações com tinta preta, as placas sem nenhuma preparação prévia, não desenvolveram esta característica, como observa-se na imagem 2.

Imagem 2: Aspecto placa simples



Fonte: Do autor (2022).

A aplicação simples não desenvolveu o aspecto de casca de laranja, pelo contrário, obteve-se uma superfície extremamente lisa, sem pontos ou formação de crateras.



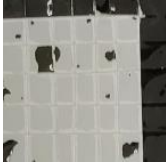


Ambas as aplicações foram realizadas em um ambiente climatizado e de temperatura controlada, mesmas velocidade e distância de aplicação, além de ser aplicado somente em uma “demão”.

É possível destacar que o provável motivo pelo aspecto obtido na imagem 1, deve-se a interação entre substrato e verniz, bem como a velocidade de secagem do sistema, o qual pode ser corrigido com a utilização de um aditivo espessante, que fará com que a viscosidade do sistema aumente, sem alterar as propriedades, reduzindo a formação do aspecto de casca de laranja, ou ainda reajustando a quantidade de solvente e diluente utilizados.

4.2.5 Aderência

Após realizado o corte cruzado, foi realizado a aplicação e remoção da fita adesiva. O estado dos cortes cruzados segue:

Tabela 8 – Resultados secagem e aspecto

Mistura	Estado	Grau
F1		G4
F2		G4
F3		G4
F4		G4
F5		G4

Fonte: Do autor (2022).

Apesar de todas as misturas apresentarem Grau 4 na escala de aderência, é possível realizar algumas observações: as misturas com maior teor de OH, F1 e F2, tiveram suas películas quase 100% removidas com a fita adesiva; as misturas F3 e F4 permaneceram com cerca de 6% e 16%, respectivamente, de película ainda aderida a superfície; enquanto F5, que apresentou o melhor desempenho em aderência, teve cerca de 57% de película removida.

É importante destacar que somente na mistura F5 que apesar de ter os quadrados removidos, estes foram destacados completamente, ou seja, não houve

quadrados com remoção parcial como ocorreu com os demais testes, o que indica que a aderência em composição com maior teor de isocianato, aumenta a aderência do verniz a superfície.

4.2.6 Brilho e espessura

Para os testes de brilho e espessura do filme, obteve-se os seguintes resultados:

Tabela 9 – Leituras de brilho e espessura

Mistura	UB	Espessura (µm)
F1	98,2	45,2 a 56,5
F2	98,2	36,4 a 44,1
F3	98,2	52,6 a 57,8
F4	95,5	59,7 a 76,1
F5	94,3	50,9 a 61,5

Fonte: Do autor (2022).

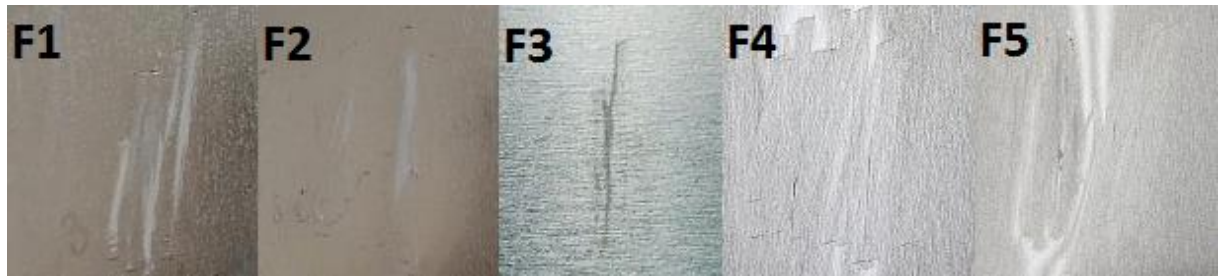
Nota-se que com o aumento de isocianato na formulação, como em F4 e F5, há uma diminuição do brilho, mas em contrapartida há o aumento da espessura do filme.

4.2.7 Resistências

No teste de resistência a abrasão, não houve resistividade. Ao simples contato do material abrasivo com o verniz já mostrava sinais de ranhuras.

Com relação a resistência mecânica, ao arranhar manualmente com muita força, observa-se que todas as misturas são bem resistentes, mas ao utilizar a haste de metal, observou-se que as misturas F4 e F5, apesar de sofrerem certos impactos com o atrito, foram as que mais resistiram:

Imagem 1 – Estado pós atrito com haste de metal



Fonte: Do autor (2022).

Na resistência química, atribui-se um grau de resistividade às misturas:

Tabela 10 – Resistividade ao solvente

Mistura	Tempo (h)	Grau
F1	1:40	5
F2	1:40	5
F3	12	3
F4	12+	1
F5	12+	1

Fonte: Do autor (2022).

Nas misturas F1 e F2 apresentaram grau 5, ou seja, houve maior impacto e ataque do solvente, levando ao descascamento completo da área exposta. Em F3 apresentou grau 3, onde o ataque foi bem menos invasivo e resistiu 12h com pequenos danos, como enrugamento da película e alteração no brilho. Em F4 e F5, que apresentaram grau 1, observou-se que não houve impacto significativo, além de uma leve alteração no brilho.

5 CONCLUSÕES

A partir dos resultados obtidos, pode-se entender o impacto que na variação entre os teores de hidroxila e isocianato na composição de um verniz. O trabalho apresentou resultados satisfatórios, visto que foi possível apontar em que aspectos cada mistura teste se sobressaiu conforme os ensaios realizados.

As misturas testes com excesso em isocianato demonstraram maior dureza, resistências química, mecânica e abrasão, maior aderência a superfície e a



maior espessura de película, porém com um menor valor de brilho. Já no ensaio de *pot life* observou-se que não houve uma variação expressiva com a mudança na formulação, obtendo um tempo médio de 3h em todos os testes.

Os ensaios de secagem e aspecto revelaram que a volatilização dos diluentes e solvente utilizados foram muito agressivas e prejudicaram drasticamente o aspecto do filme, além do tempo de secagem ser relativamente alto em todos os testes. Logo, como complemento do estudo, propõe-se trabalhar melhor no sistema de solventes e diluentes, a possibilidade de agregar aditivos para estabilização na aplicação, realizar ensaio de intemperismo natural afim de averiguar os impactos no verniz, como amarelamento e o levantamento da viabilidade econômica.

REFERÊNCIAS

ABNT. **NBR 10443**: Determinação da espessura da película seca sobre superfícies rugosas. 2 ed. Brasil, 2008.

ABNT. **NBR 14535**: Moveis de madeira - Requisitos e ensaio para superfície pintadas. 3 ed. Brasil, 2008.

ABNT. **NBR 14946**: Determinação da dureza König. 5 ed. Brasil, 2017.

ABNT. **NBR 15299**: Tintas para construção civil – Método para avaliação de desempenho de tintas para edificações não industriais – Determinação de brilho 12 ed. Brasil, 2015.

ABNT. **NBR 15742**: Tintas e vernizes – Avaliação do tempo de vida útil da mistura (*pot life*). 8 ed. Brasil, 2015.

ABRAFATI. **O setor de tintas no Brasil**. Disponível em: <<https://abrafati.com.br/o-setor-de-tintas-no-brasil/>>. Acesso em: 15 maio 2022.

ABRAFATI. **Tintas de qualidade: livro de rótulos da Abrafati: linha imobiliária** [livro eletrônico]. 1 ed. São Paulo: Blucher, 2018.

Anjo tintas. **CASCA DE LARANJA**. Disponível em: <<https://www.anjo.com.br/guia-tecnico/automotiva-1/problemas-mais-comuns-na-repintura-6/casca-de-laranja-14>>. Acesso em: 15 novembro 2022.

CANGEMI, José Marcelo; SANTOS, Antonia Marli dos; CLARO NETO, Salvador. Poliuretano: De Travesseiros a Preservativos, um Polímero Versátil. **Química Nova na Escola**, São Paulo, v. 31, n. 3, p.159-164, 19 fev. 2009. Disponível em: <http://qnesc.sbq.org.br/online/qnesc31_3/02-QS-3608.pdf>. Acesso em: 17 mar. 2019.



DEMARQUETE, Nicole R. **Estrutura e propriedades de polímeros**. Disponível em: <<http://www.pmt.usp.br/pmt5783/Pol%C3%ADmeros.pdf>>. Acesso em: 15 maio 2022.

FAZENDA, Jorge M. R. **Tintas - ciência e tecnologia**. 4. ed. São Paulo: Edgar Blücher, 2009. 1147 p. v. 1.

FERREIRA, Luanne E. M.; et. al. **UMA BREVE REVISÃO SOBRE A CATÁLISE POR ÁTOMOS ISOLADOS: CONCEITOS E APLICAÇÕES**. *Quim. Nova*, v. 45, n. 2, p. 194-206, 2022. Disponível em: <<https://www.scielo.br/j/qn/a/9hrm7t4TfFrBfgXb9wqw7VL/?format=pdf&lang=pt>>. Acesso em: 03 nov. 2022.

ISMAIL, T.N.M.T.; PALAM, K.D.P.; BAKAR, Z.B.A.; SOI, HS.; KIAN, Y.S.; HASSAN, H.A.; SC HIFFMAN, C.; SENDIJAREVIC, A.; SENDIJAREVIC, V.; SENDIJAREVIC, I. **Urethane – forming reaction kinetics and catalysis of model palm olein polyols: Quantified impact of primary and secondary hydroxyls**. *J. Appliedm Polymer Science* 133 (2), 42955. 2016.

LIMA, Suelen de Jesus. **DESENVOLVIMENTO DE VERNIZ PU BICOMPONENTE DE ALTA TECNOLOGIA PARA SUBSTRATO EM MADEIRA**. *Revista de Engenharia e Tecnologia*. Criciúma, v. 12, n. 3, p. 152-163, Outubro, 2020. Disponível em: <<https://revistas.uepg.br/index.php/ret/article/view/15205/209209213711>>.

MATOS, Mariana. **Uma visão química das Tintas Imobiliárias e sua questão ambiental**. Orientador: Patrícia Benedini Martelli. 2017. Revisão Bibliográfica (Bacharel em Química) - Universidade Federal de São João del-Rei, São João del-Rei, 2017. p. 24. Disponível em: <https://ufsj.edu.br/portal-repositorio/File/coqui/TCC/Monografia-TCC-MarianaMatos.pdf>. Acesso em: 15 maio 2022.

PALMA, José Wilson Carneiro. **Caracterização físico química e otimização de formulações de poliuretano para a indústria elétrica**. Orientador: Profa. Dra. Maria Elena Leyva González. 2017. Dissertação (Mestrado em Ciências em Materiais para Engenharia) - Programa de Pós-Graduação em Materiais para Engenharia, Universidade Federal de Itajubá, [S. l.], 2017. Disponível em: https://repositorio.unifei.edu.br/xmlui/bitstream/handle/123456789/1061/dissertacao_palma_2017.pdf?sequence=1&isAllowed=y. Acesso em: 15 maio 2022.

ABSTRACT

Tests of new resins and paints are studied all the time, whether due to investment in new technologies or the need to reduce costs. The Covid-19 pandemic strongly affected the market, making it more competitive. Therefore, this article studies the impact of varying the ratio of hydroxyl and isocyanate content in a varnish, which was prepared from a resin with a high non-volatile content associated with an isocyanate catalyst. The present study reveals the impacts that increasing the isocyanate content



causes in the varnish, in tests performed such as: wet film aspect, drying, pot life, hardness, brightness, thickness, chemical, mechanical and abrasion resistance, in addition to cross cut adherence. The increase of isocyanate catalyst in the mixtures reveals that there is an increase in hardness, thickness, adhesion and resistance, there was no expressive variation in the pot life tests, but a decrease in brightness was noted. However, in the wet film aspect tests, an aspect called orange peel, interaction between surface (primer) and the ratio of solvents used in the dilution were obtained.

Key-words: resin; efficiency; tests; bicomponent.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a minha família pelo suporte emocional e a orientadora Josiane pelo suporte e dedicação no desenvolvimento do trabalho. Aos colegas da Farben Química S/A, Sr. Valter Martins, Supervisor do Laboratório de Resina, por oferecer total suporte no desenvolvimento do projeto, a Suelen de Jesus Lima e Samuel de Bona Sartor da Silva, Auxiliares Técnicos do Laboratório de Desenvolvimento de Tintas, Vitor Laureano Pereira e Amanda Gislon Silvano, Auxiliares Técnicos do Laboratório de Desenvolvimento de Resina, pelo auxílio nas aplicações e testes das placas.