

RELATÓRIO TÉCNICO INTERNO



TÍTULO		Análise LOMON x CHEMOURS
ESCOPO		Qualimetria de Amostras
CLIENTE		REALFIX
DATA		12/12/2023
Nº DE RELATÓRIO		003/2023
TIPO:	☒	EAQ (Ensaio e análises)
	☐	P&D (Projetos)
	☐	OUTROS (Especificar):

RELATOR RESPONSÁVEL

William R Alves
Laboratório

1. OBJETIVO

O objetivo deste relatório é avaliar e comparar características e desempenho do dióxido de titânio dos processos cloro e sulfato, dos fornecedores Lomon e Chemours. As SDPs de amostra correspondentes aos produtos são SDP 691, 692, 696/23.

2. MATERIAIS E METODOLOGIAS

2.1 Preparação das amostras

O produto 150BR700 foi utilizado como padrão para avaliações e comparativo de formulação. Os produtos finais foram aplicados em vidro através de extensor de barra (100 µm) e comparados. Além disso, a estabilidade dos sistemas foi testada por 7 e 14 dias e realizadas novas extensões. Foram verificados sedimentação, aumento de viscosidade e/ou tixotropia e alvura.

2.2 Qualimetria

As análises de qualimetria realizadas nas amostras foram: fineza (ASTM D1210), viscosidade (ASTM D1200), peso específico (ASTM-1475), sólidos em massa (ASTM D3960-05) e estabilidade.

2.3 Produtos Lomon analisados

- Dióxido de Titânio (TiO₂) - BLR 895, base cloreto
- Dióxido de Titânio (TiO₂) - BLR 896, base cloreto
- Dióxido de Titânio (TiO₂) - BLR 952, base sulfato

2.4 Produto Chemours analisado

- Dióxido de Titânio (TiO₂) – R 902, base cloreto

3. PARTICIPANTES

William R. Alves – Químico

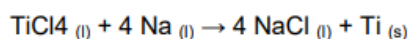
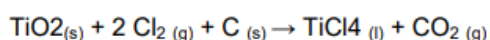
Érick Rafael – Assistente de Laboratório

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

O titânio é um metal de transição leve que apresenta alta resistência e forte afinidade com o oxigênio. Possui coloração branca metálica e se encontra no estado sólido à temperatura ambiente. É extraído de minerais, sendo as principais fontes o óxido de titânio (TiO_2) e a ilmenita (FeTiO_3). Seu número atômico é 22 e possui uma massa atômica de 47,86 u.m.a. O óxido de titânio é um mineral composto de dióxido de titânio (TiO_2) que junto com anatase e a brookita formam os três polimorfos do dióxido de titânio. O que diferencia esses poliformes são seus arranjos cristalinos. O óxido de titânio apresenta um hábito prismático e geralmente com cristais maclados; a anatase apresenta um hábito octaédrico, por esse motivo é algumas vezes chamada de octaedrita. O último polimorfo, a brookita, possui uma estrutura ortorrômbica. Os minerais anatase e brookita normalmente são raros na natureza e comumente o TiO_2 está presente no mineral na forma de óxido de titânio.

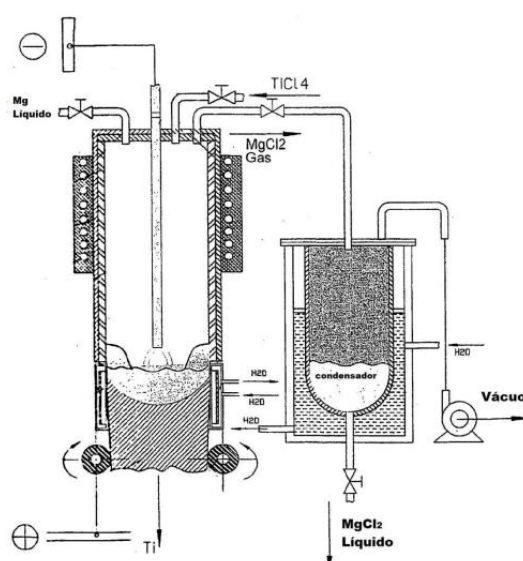
Atualmente existem seis tipos de processos disponíveis para a fabricação do titânio metálico: Kroll, Hunter, redução eletrolítica, redução gasosa, redução com plasma e redução metalotérmica. O *processo Hunter* foi criado em 1910 por Matthew A. Hunter. Tal processo foi usado para produção em larga escala do Ti metálico até a 2ª guerra mundial. No processo (Figura 1), mistura-se minério de titânio (óxido de titânio), cloro gasoso (Cl_2) e coque. A mistura é submetida a uma fonte de calor. O carvão reage com o óxido de titânio retirando o oxigênio e formando CO_2 . O cloro então reage com o titânio formando o TiCl_4 na forma de lama. A partir do aquecimento, o titânio é reduzido por sódio na mistura TiCl_4 , ambos líquidos.

Figura 1. Processo Hunter para a produção de TiO_2



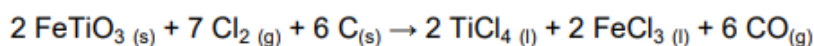
O *processo Kroll* foi criado em 1940 por William Justin Kroll, que substituiu o processo Hunter em escala industrial. Consiste basicamente na redução do tetracloreto de titânio (TiCl_4) com magnésio metálico. O processo como um todo consiste de uma etapa de cloração, uma de purificação e uma de redução. A figura 2 mostra que, no processo, o minério mais puro, ou o mais impuro (óxido de titânio ou a ilmenita), é combinado com coque e cloro num reator de leito fluidizado a 100°C (KROLL, 1940).

Figura 2. Processo Kroll para a produção de TiO_2



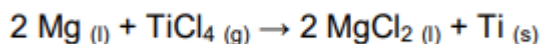
A reação, semelhante à primeira etapa do processo Hunter, tem como produto um material de aspecto esponjoso, impuro, contendo tetracloreto de titânio (TiCl_4) (Figura 3), também conhecido como “*tickle*”, e outras impurezas no processo, como o cloreto de ferro.

Figura 3. Etapas de reação no processo Kroll para a produção de TiO_2



O TiCl_4 obtido é separado do ferro por meio de diversas destilações fracionadas. Nesse estágio de purificação, pode haver formação dos cloretos TiCl_2 e TiCl_3 , devido a estabilidades de outros graus de oxidação do Ti. TiCl_4 gasoso é encaminhado para outro reator onde é reduzido por magnésio líquido a uma temperatura de 800°C a 850°C .

Figura 4. Etapa de redução no processo Kroll



Os processos mais usados para obter pigmentos de titânio são sulfatação e cloretação. O **processo sulfato** consiste na reação da ilmenita com ácido sulfúrico (H_2SO_4) quente, resultando na formação de sulfatos de titânio, ferroso e férrico. O sulfato ferroso é removido, após o resfriamento, por centrifugação. Em seguida, a solução ácida de sulfatos de titânio é hidrolisada com soda cáustica, formando hidróxido de titânio, que é precipitado por hidrólise, filtrado e calcinado. O **processo cloro** é realizado por meio da reação do rutilo com gás de cloro a quente, produzindo o tetracloreto de titânio (TiCl_4) volátil, que é oxidado, com ar ou oxigênio a 1.000°C , para formar dióxido de titânio (TiO_2). Em seguida, o produto é calcinado e moído para o controle da distribuição granulométrica do pigmento (0,2 a $0,4\ \mu\text{m}$) e tratamento superficial.

4.1 RESULTADOS DOS ENSAIOS

Abaixo são apresentadas as identificações das amostras de titânio e a qualimetria de cada uma delas (Tabela 1).

Tabela 1 – Comparativo entre as amostras de TiO_2

Parâmetro	LOMON BLR 895	LOMON BLR 896	LOMON BLR 952	CHEMOURS R 902
Peso Específico - PE (g/cm^3)	4,10	4,00	4,00	4,00
Alumina	Sim	Sim	Sim	Sim
Sílica amorfa	Sim	Sim	Sim	Sim
Absorção a óleo ($\text{g}/100\ \text{g}$)	< 18,0	18,0	16,0	16,2
pH	6,0 - 9,0	6,5 - 8,5	6,5 - 8,5	7,90
% TiO_2	94	91,5	89 - 90	93
Tam. médio de partícula (μm)	0,30 – 0,32	0,33 – 0,36	0,23	0,40

O processo a baixa pressão é realizado em uma impregnadora (Figura 5). O papel base utilizado é fornecido em bobinas com gramatura média de 70 a $80\ \text{g}/\text{m}^2$. Este papel é inserido no início da máquina e puxado por toda sua extensão. No primeiro banho, o papel é impregnado em uma solução de uréia-formol e aditivos. Após esse estágio, o papel é parcialmente seco nos

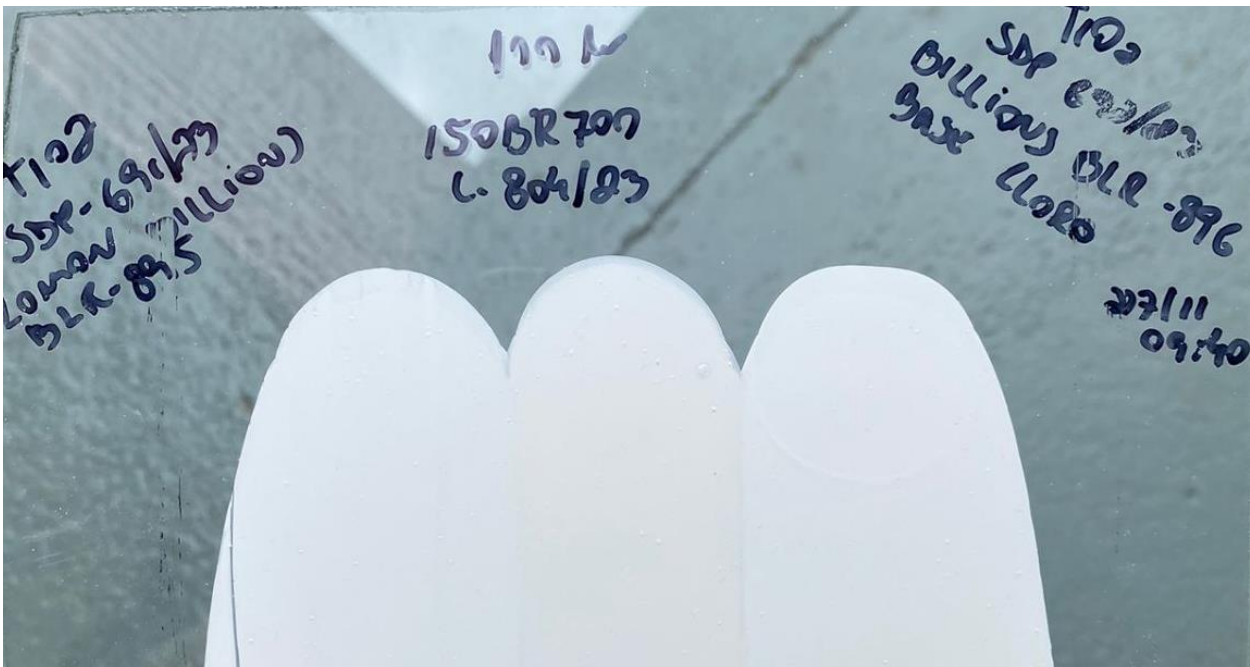
fornos de secagem. Ao chegar ao segundo banho o papel recebe duas camadas de resina melamínicas e aditivos, sendo uma na sua superfície e a outra na parte inferior. Novamente o papel será seco até seu estágio final. Os fornos são essenciais para auxiliar na cura da solução impregnante e na secagem do produto. Ar quente é insuflado formando um colchão de ar, essencial para a sustentação do papel.

Figura 5. Imagem ilustrativa de uma impregnadora de papel (Qiangtong)



2.1 Análise das dispersões produzidas

Figura 6 – Comparativo visual a partir da extensão em vidro (100 µm)



RELATÓRIO TÉCNICO INTERNO

Figura 7 – Formulação proposta utilizada nos testes em comparativo com a formulação-padrão

NOME	ITEM	% massa
AGUA INDUSTRIAL	X-02	25,8990
HDK N-20 / HL-200	F-227	1,000
DISPEX ULTRA PA4524	G-26	1,000
BYK-024	G-166	0,100
SACA B	F-13	42,000
DIOX.DE TITANIO	F-252	28,000
BUTIL GLICOL	S-02	2,000
AMARELO SINTERDYE AS3G	BA-20	0,001

Abaixo são apresentados os resultados de estabilidade dos produtos (Tabela 2). O pH das formulações variou entre 7,02 – 7,92. O tamanho de partículas de TiO_2 , bem como dos restantes pigmentos, são um fator que influenciam a opacidade. O uso de um dado tamanho de partícula em detrimento de outro pode resultar na difração preferencial do comprimento de onda correspondente. Assim para que ocorra difração de todos os comprimentos de onda da luz visível é necessário que haja uma estreita e boa distribuição de tamanhos de partículas. Nesse estudo, manteve-se fixa a quantidade de Saca B empregada nas formulações (42%).

Tabela 2 – Resultados das análises dos produtos em comparação com o 150BR700

Parâmetro	Padrão 150BR700	LOMON BLR 895	LOMON BLR 896	LOMON BLR 952	CHEMOURS R 902
Peso Específico - PE (g/cm^3)	1,901	1,928	1,930	1,908	1,910
Viscosidade (CF4)	19	18	23	25	20
Fineza (H)	7,0	7,5	7,0	7,0	7,5
Sólidos em Massa - SM (%)	69,09	71,32	71,45	71,58	71,35
pH (7,5 – 8,5)	8,3	7,92	7,40	7,02	7,58
Sedimentação	Ausente	Ausente	Ausente	Ausente	Ausente
Tixotropia	Ausente	Ausente	Ausente	Ausente	Ausente
Análises pós-estabilidade 14 dias					
Peso Específico - PE (g/cm^3)	1,940	1,946	1,949	1,954	1,938
Viscosidade (KU)	64,0	69,0	80,1	> 140,0	111,1
Fineza (H)	7,0	7,5	7,0	7,0	7,5
Sólidos em Massa - SM (%)	71,4	72,04	72,12	72,28	72,78
pH	7,55	8,02	7,43	6,96	7,60
Sedimentação	Presente	Ausente	Ausente	Presente	Ausente
Tixotropia	Ausente	Ausente	Ausente	Ausente	Ausente

5. CONCLUSÕES

Um dos pigmentos brancos mais utilizados na indústria é o dióxido de titânio, no entanto, este apresenta algumas limitações como o preço, visto que este está em constante crescimento, dada a grande procura e reduzida produção. Assim, o objetivo desse estudo foi estudar a substituição parcial do dióxido de titânio da formulação de pasta branca utilizada no processo de impregnação de papel. Para esta substituição foram testados 4 produtos diferentes: Lomon BLR 895, BLR 896, BLR 952 e Chemours R 902. A eficiência da difração da luz é fundamentalmente resultante da elevada capacidade para difratar a luz dos pigmentos brancos influenciada pela a diferença do índice de refração entre o pigmento (resina e carga) e o veículo utilizado na formulação. O tamanho de partícula das cargas adicionadas é também importante, uma vez que diminui o efeito de aglomeração do TiO_2 . Dados da literatura apontam que o espaçamento ótimo e consequentemente a máxima eficiência são conseguidos com a utilização de tamanho de partículas abaixo de $5\text{ }\mu\text{m}$. Nos testes realizados, a melhor amostra de dispersão de titânio foi a **BLR-895**, e isso pode ser explicado pelo diâmetro de suas partículas e maior alvura. Manteve intacta sua viscosidade após 14 dias em estufa a $60\text{ }^\circ\text{C}$. A fórmula atual com 31,5% de TiO_2 apresentou menor alvura, mais instabilidade e sedimentação frente a essa alternativa. Sugere-se novos estudos de otimização de dosagem e em paralelo estudos de aplicação em campo para estudar o comportamento do sistema em grandes volumes, tais como os banhos de impregnação, bem como a compatibilidade com os sistemas de resinas.

6. REFERÊNCIAS

- [1] Greenwood N.; Earnshaw A. **Chemistry of the Elements**. 2. Ed. Butterworth 1997.
- [3] Gray T. **Os elementos, uma exploração visual dos átomos conhecidos no universo**. 1.ed. 2011.
- [4] **Titânio**. Periodic Table. Disponível em <https://www.rsc.org/periodic-table/element/22/titanium>.
- [5] Weller M.; Overton T.; Rourke J.; Armstrong F. **Química Inorgânica**. 6. Ed. Bookman, 2017.
- [6] **National Minerals Information Center**. U.S. Geological Survey.
- [7] **Titanium mineral concentrates**. U.S. Geological Survey.
- [8] **Contexto Histórico e Potencialidades do Titânio no Brasil**. [In the Mine](#).