



UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA

Selección de un agente dispersante compatible con recubrimientos base agua y base solvente para su uso en concentrados pigmentarios universales

Juan Sebastián Fernández Ramírez

Universidad Nacional de Colombia
Facultad de ingeniería,
Departamento de Ingeniería Química y Ambiental
Bogotá, Colombia
2023

Selección de un agente dispersante compatible con recubrimientos base agua y base solvente para su uso en concentrados pigmentarios universales

Juan Sebastián Fernández Ramírez

Trabajo de investigación presentado como requisito parcial para optar al título de:
Magíster en Ingeniería – Ingeniería Química

Director:

MSc. Luis Alejandro Boyacá Mendivelso

Línea de Profundización:

Ingeniería Química

Universidad Nacional de Colombia
Facultad de ingeniería,
Departamento de Ingeniería Química y Ambiental
Bogotá, Colombia
2023

Para la mujer que me dio la vida y para la mujer que me hizo vivirla. Este logro es de los tres.

Cada uno de nosotros es una preciosidad en una perspectiva cósmica. Si alguien no está de acuerdo contigo, déjalo vivir. No encontrarás a nadie parecido en cien mil millones de galaxias.

Carl Sagan

Declaración de obra original

Yo declaro lo siguiente:

He leído el Acuerdo 035 de 2003 del Consejo Académico de la Universidad Nacional. «Reglamento sobre propiedad intelectual» y la Normatividad Nacional relacionada al respeto de los derechos de autor. Esta disertación representa mi trabajo original, excepto donde he reconocido las ideas, las palabras, o materiales de otros autores.

Cuando se han presentado ideas o palabras de otros autores en esta disertación, he realizado su respectivo reconocimiento aplicando correctamente los esquemas de citas y referencias bibliográficas en el estilo requerido.

He obtenido el permiso del autor o editor para incluir cualquier material con derechos de autor (por ejemplo, tablas, figuras, instrumentos de encuesta o grandes porciones de texto).

Por último, he sometido esta disertación a la herramienta de integridad académica, definida por la universidad.

Nombre: Juan Sebastián Fernández Ramírez

Fecha 16/07/2023

Agradecimientos

Quiero agradecer principalmente a PQUIM S.A.S. por permitirme comenzar con los estudios de posgrado; en su política humanista que durante 30 años la ha caracterizado. Agradezco también a los ingenieros Felipe Vallejo y Diego Pinzón por todo el apoyo, el tiempo y los recursos que me han dado para el desarrollo de este proyecto. Gracias también por recibir e interiorizar las nuevas ideas que de mí salían para el beneficio de la compañía.

Quiero agradecer también a mi novia y futura esposa por todo el apoyo que me dio, y me sigue dando, cuando empecé con esta maestría. Gracias a ella quiero seguir creciendo personal y profesionalmente para ser día a día un mejor hombre. Le has dado un horizonte a mi vida, amor.

También agradezco a mi familia porque cuando entré al programa de maestría se alegraron y me desearon lo mejor; hoy, con este trabajo, se cumple lo que desearon. Infinitas gracias a mi madre que siempre estuvo pendiente de mí, de si podía o no pagar el semestre, de si comía o no cuando llegaba a casa en las noches. Muchas gracias, madrecita.

Resumen

Selección de un agente dispersante compatible con recubrimientos base agua y base solvente para su uso en concentrados pigmentarios universales

Este trabajo se enfoca en ofrecer recursos técnicos para la correcta selección de un agente dispersante dirigido a formular concentrados pigmentarios universales que sean compatibles en sistemas de recubrimientos base agua y base solvente – alquídicos. El desarrollo de este trabajo contempla una clasificación de los agentes dispersantes disponibles en el mercado colombiano, y una caracterización por espectroscopía infrarroja para hacer una primera selección de los agentes dispersantes que ofrecen características de universalidad. En este primer paso se selecciona un dispersante oligomérico de poliéster modificado y un dispersante acrílico de bloques AB. Una vez caracterizados los grupos funcionales se realiza un diseño de experimentos factorial 3^2 para la determinación de la relación óptima de concentración de pigmento y dispersante. Finalmente, con los concentrados pigmentarios formulados con la relación óptima, se realizan ensayos de estabilidad y compatibilidad para evaluar el desempeño ofrecido por el dispersante. Los datos experimentales obtenidos presentan que el dispersante oligomérico posee una mayor compatibilidad en medios acuosos y solventes que el dispersante acrílico por bloques.

Palabras clave: Concentrado pigmentario universal, agente dispersante, procesos de dispersión, estabilización de la dispersión, diseño de experimentos.

Abstract

Selection of a dispersing agent compatible in water-based and solvent-based coatings for use in universal pigment concentrates

This work focuses on providing technical resources for the proper selection of a dispersing agent aimed at universal pigment concentrates that are compatible in water-based and solvent-based coatings. The development of this work includes a classification of dispersing agents available in the Colombian market, and a characterization by infrared spectroscopy to make a first selection of dispersing agents that offer universal characteristics. In this first step, a modified polyester oligomeric dispersant and an AB block acrylic dispersant are selected. Once the functional groups are characterized, a 3^2 factorial design of experiments is carried out to determine the optimal pigment concentration and dispersant ratio. Finally, with the pigment concentrates formulated with the optimal ratio, stability and compatibility tests are carried out to determine the performance offered by the dispersing agent. The experimental data obtained shows that the oligomeric dispersant has greater compatibility in aqueous and solvent media than the acrylic dispersant.

Keywords: Concentrate universal pigment, dispersing agent, dispersion process, dispersion stabilization, experimental design.

Contenido

	Pág.
Resumen	IX
Lista de figuras	XV
Lista de tablas	XVII
Introducción	1
1. Concentrados pigmentarios universales: conceptos técnicos sobre dispersión	5
1.1 Concentrados pigmentarios	5
1.1.1 Proceso de dispersión	7
1.1.2 Humectación	7
1.1.3 Ruptura o molienda	9
1.1.4 Estabilización	10
1.1.5 Estabilización electrostática	10
1.1.6 Estabilización estérica	11
1.1.7 Estabilización electrostérica	12
1.2 Agentes dispersantes	13
1.2.1 Agentes dispersantes típicos	13
1.2.2 Agentes dispersantes polianiónicos para estabilización electrostática	14
1.2.3 Agentes dispersantes poliméricos para estabilización estérica	15
1.2.4 Agentes dispersantes modificados para estabilización electrostérica	15
1.2.5 Dispersión en mezcla de distintos pigmentos	16
1.3 Pigmentos	18
1.3.1 Pigmentos inorgánicos	18
1.3.2 Pigmentos orgánicos	19

XII **Selección de un agente dispersante compatible con sistemas base agua y base solvente usado para concentrados pigmentarios universales**

1.3.3	Pigmento negro de humo	20
1.3.4	Pigmento azul ftalocianina 15-3	22
1.3.5	Pigmento verde ftalocianina 7	23
2.	Materiales y métodos	25
2.1	Técnica de caracterización por espectroscopia infrarroja	25
2.2	Equipo de dispersión y molienda	25
2.3	Medición de viscosidad	27
2.4	Medición Colorimétrica	28
2.5	Ensayo de estabilidad acelerada	28
2.6	Ensayo de rub-out	29
2.7	Diseño de experimentos	30
3.	Caracterización de agentes dispersantes	33
3.1	Clasificación de las familias de dispersantes	33
3.1.1	Dispersantes de bajo peso molecular	33
3.1.2	Dispersantes de mediano peso molecular	33
3.1.3	Dispersantes de alto peso molecular	34
3.2	Caracterización por FTIR	38
4.	Relación óptima de concentración de pigmento y dispersante	43
4.1	Molienda de negro de humo con dispersante FA1	43
4.2	Análisis de varianza para el concentrado pigmentario negro de humo	44
4.3	Relación óptima de dispersante y pigmento negro de humo	49
4.4	Molienda de azul ftalo 15:3 con dispersante FA1	50
4.5	Análisis de varianza para el concentrado pigmentario azul ftalo 15:3	51
4.6	Relación óptima de dispersante y pigmento azul ftalo 15:3	56
4.7	Molienda de verde ftalo 7 con dispersante FA1	56
4.8	Análisis de varianza para el concentrado pigmentario verde ftalo 7	57
4.9	Relación óptima de dispersante y pigmento verde ftalo 7	62
4.10	Molienda de los pigmentos con el dispersante PX2	63
4.11	Análisis de varianza para los concentrados pigmentarios	63
4.12	Relación óptima de dispersante PX2 y pigmentos	63
5.	Compatibilidad y desempeño del agente dispersante	65

5.1	Estabilidad acelerada.....	65
5.1.1	Variación de la viscosidad en el concentrado negro de humo con el uso del dispersante FA1	65
5.1.2	Variación del esfuerzo de color en el concentrado negro de humo con el uso del dispersante FA1.....	66
5.1.3	Variación de la viscosidad en el concentrado azul ftalo 15:3 con el uso del dispersante FA1	67
5.1.4	Variación del esfuerzo de color en el concentrado azul ftalo 15:3 con el uso del dispersante FA1.....	68
5.1.5	Variación de la viscosidad en el concentrado verde ftalo 7 con el uso del dispersante FA1	69
5.1.6	Variación del esfuerzo de color en el concentrado verde ftalo 7 con el uso del dispersante FA1	70
5.1.7	Variación de la viscosidad en el concentrado negro de humo con el uso del dispersante PX2	71
5.1.8	Variación del esfuerzo de color en el concentrado negro de humo con el uso del dispersante PX2	72
5.1.9	Variación de la viscosidad en el concentrado azul ftalo 15:3 con el uso del dispersante PX2	73
5.1.10	Variación del esfuerzo de color en el concentrado azul ftalo 15:3 con el uso del dispersante PX2	74
5.1.11	Variación de la viscosidad en el concentrado verde ftalo 7 con el uso del dispersante PX2	75
5.1.12	Variación del esfuerzo de color en el concentrado verde ftalo 7 con el uso del dispersante PX2	76
5.2	Ensayo de rub-out.....	77
5.2.1	Rub-out con el uso del dispersante FA1	77
5.2.2	Rub-out con el uso del dispersante PX2.....	78
6.	Conclusiones y recomendaciones	81
6.1	Conclusiones.....	81
6.2	Recomendaciones	82
	Anexo A: Datos experimentales, análisis de varianza del pigmento y dispersante PX2 sobre las variables respuesta	83

**XIV Selección de un agente dispersante compatible con sistemas base agua y
base solvente usado para concentrados pigmentarios universales**

Bibliografía 95

Lista de figuras

Figura 1-1. Pasos en el proceso de dispersión	7
Figura 1-2. Proceso de humectación.....	8
Figura 1-3. Estabilización electrostática.....	11
Figura 1-4. Estabilización estérica.....	12
Figura 1-5. Estabilización electrostérica.....	13
Figura 1-6. Policarboxilatos como agentes dispersantes.	14
Figura 1-7. Copolímero en bloque AB como agente dispersante.....	15
Figura 1-8. Copolímeros en bloque AB de policarboxilatos como agentes dispersantes.....	16
Figura 1-9. Células de Bernard producidas por flotación.....	16
Figura 1-10. Floculación en la superficie de la película.	17
Figura 1-11. Floculación controlada. Diagrama simplificado.	17
Figura 1-12. Estructura química de la partícula de negro de humo.....	21
Figura 1-13. Estructura química de la ftalocianina de cobre.....	23
Figura 1-14. Estructura química del ftalocianina de cobre clorada.....	24
Figura 2-1. Equipo de dispersión y molienda.....	26
Figura 2-2. Grindómetro y copa gravimétrica.....	26
Figura 2-3. Viscosímetro rotacional.....	27
Figura 2-4. Colorímetro y carta de contraste.....	28
Figura 3-1. Esquema molecular de dispersantes poliacrílicos.	35
Figura 3-2. Esquema básico de dispersante por bloques poliméricos.	36
Figura 3-3. Esquema de diferentes diseños moleculares de dispersantes por bloques poliméricos.....	36
Figura 3-4. Familias de agentes dispersantes clasificados por peso molecular.	37
Figura 3-5. Espectro FTIR para el dispersante FA1.	39
Figura 3-6. Espectro FTIR para dispersante FA2.	40
Figura 3-7. Espectro FTIR para dispersante PX1.....	41
Figura 3-8. Espectro FTIR para dispersante PX2.....	42
Figura 4-1. Gráficas de residuo para viscosidad del concentrado negro	46
Figura 4-2. Gráficas de residuo para esfuerzo de color del concentrado negro.	48
Figura 4-3. Gráficas de efectos principales para el concentrado pigmentario negro.....	49
Figura 4-4. Gráficas de interacción para el concentrado pigmentario negro.	49
Figura 4-5. Gráficas de residuo para viscosidad del concentrado azul 15:3.....	53
Figura 4-6. Gráficas de residuo para esfuerzo de color del concentrado azul 15:3.....	54
Figura 4-7. Gráficas de efectos principales para el concentrado pigmentario azul 15:3 .	55
Figura 4-8. Gráficas de interacción para el concentrado pigmentario azul 15:3.....	55
Figura 4-9. Gráficas de residuo para viscosidad del concentrado verde	59

Figura 4-10. Gráficas de residuo para esfuerzo de color del concentrado verde.	60
Figura 4-11. Gráficas de efectos principales para el concentrado pigmentario verde 7 ..	61
Figura 4-12. Gráficas de interacción para el concentrado pigmentario verde 7.....	62
Figura 5-1. Variación de la viscosidad en el concentrado negro con dispersante FA1. ..	66
Figura 5-2. Variación del esfuerzo de color en el concentrado negro con dispersante FA1.....	67
Figura 5-3. Variación de la viscosidad en el concentrado azul con dispersante FA1.....	68
Figura 5-4. Variación del esfuerzo de color en el concentrado azul con dispersante FA1.	69
Figura 5-5. Variación de la viscosidad del concentrado verde con dispersante FA1.....	70
Figura 5-6. Variación del esfuerzo de color en el concentrado verde con dispersante FA1.	71
Figura 5-7. Variación de la viscosidad del concentrado negro con dispersante PX2.	72
Figura 5-8. Variación de esfuerzo de color del concentrado negro con dispersante PX2.	73
Figura 5-9. Variación de la viscosidad del concentrado azul con dispersante PX2.	74
Figura 5-10. Variación del esfuerzo de color del concentrado azul con dispersante PX2.	75
Figura 5-11. Variación de la viscosidad del concentrado verde con dispersante PX2. ...	76
Figura 5-12. Variación del esfuerzo de color del concentrado verde con dispersante PX2.	77
Figura 5-13. Evidencia de incompatibilidad en los concentrados negro y verde por ensayo rub-out.	79

Lista de tablas

Tabla 1-1. Aditivos y sus funcionalidades.....	6
Tabla 1-2. Clasificación de pigmentos según su efecto	18
Tabla 2-1. Representación diseño factorial 3^2	30
Tabla 4-1. Datos experimentales del concentrado pigmentario negro.	44
Tabla 4-2. Información del factor para negro de humo.	44
Tabla 4-3. Regresión factorial general: Viscosidad para el concentrado pigmentario negro.	45
Tabla 4-4. Regresión factorial general: Esfuerzo de color para el concentrado pigmentario negro.	47
Tabla 4-5. Relación óptima de concentración de pigmento y dispersante para el concentrado negro de humo.....	50
Tabla 4-6. Datos experimentales del concentrado pigmentario azul ftalo 15:3.....	51
Tabla 4-7. Información del factor para el azul ftalo 15:3.	51
Tabla 4-8. Regresión factorial general: Viscosidad para el concentrado pigmentario azul ftalo 15:3	52
Tabla 4-9. Regresión factorial general: Esfuerzo de color para el concentrado pigmentario azul ftalo 15:3.....	53
Tabla 4-10. Relación óptima de concentración de pigmento y dispersante para el concentrado azul ftalo 15:3.	56
Tabla 4-11. Datos experimentales del concentrado verde ftalo 7.....	57
Tabla 4-12. Información del factor para el verde ftalo 7.....	57
Tabla 4-13. Regresión factorial general: Viscosidad para el concentrado pigmentario verde	58
Tabla 4-14. Regresión factorial general: Esfuerzo de color para el concentrado pigmentario verde	60
Tabla 4-15. Relación óptima de concentración de pigmento y dispersante para el concentrado verde ftalo 7.	62
Tabla 4-16. Relación óptima de concentración de pigmentos y dispersante PX2 para los concentrados pigmentarios.	64
Tabla 5-1. Resultados del rub-out con dispersante FA1 en sistemas base agua	78
Tabla 5-2. Resultados del rub-out con dispersante FA1 en sistemas base solvente - alquídico.....	78
Tabla 5-3. Resultados de rub-out con dispersante PX2 en sistemas base agua.....	79
Tabla 5-4. Resultados de rub-out con dispersante PX2 en sistemas base solvente - alquídico.....	80

Introducción

Durante 30 años PQUIM S.A.S. ha sido líder en proveer soluciones de color al sector de recubrimientos industriales y pinturas arquitectónicas. Además de esto, en los últimos 2 años la empresa le ha apostado a mejorar su área de investigación y desarrollo, con el fin de ampliar la calidad de las materias primas que ofrece y ampliar el soporte técnico a los clientes estratégicos de la empresa. Esto ha permitido conocer mejor las necesidades de los clientes y las tendencias futuras del mercado de los recubrimientos y pinturas. En el mercado colombiano las tendencias se enfocan en el desarrollo de aditivos que generen beneficios en el proceso de fabricación y mejoren el rendimiento en la aplicación de la pintura. Adicionalmente, hay una tendencia que se renueva anualmente por parte de Pintuco y es la tendencia del color. Muchos pintureros basan sus formulaciones de pinturas en las tendencias de color que lanza Pintuco al mercado. Es en este punto que PQUIM S.A.S., fuera de ofrecer aditivos especializados para la industria de pintura y construcción, realiza la fabricación de concentrados o pastas pigmentarias. Estas pastas son productos que tienen como función dar color al acabado final de las pinturas. La elaboración de estos concentrados depende del sistema de recubrimiento a tinturar o colorear.

En el estudio realizado por Echavarría y Gamez (2020), mencionan que en el mercado nacional de pinturas se pueden encontrar un 18.54% de recubrimientos en sistemas base solvente con resinas alquídicas y un 34.66% de recubrimientos en sistema base agua con resinas vinil-acrílicas y acrílicas. El 46.8% restante son recubrimientos industriales de alto desempeño, tintas y anticorrosivos. Esta información permite intuir que el mercado nacional produce principalmente recubrimientos alquídicos y vinílicos para uso arquitectónico. Y es en este sector arquitectónico es donde la empresa intenta satisfacer las necesidades de color respecto a las tendencias de color anual. Esto obliga a PQUIM a tener que usar sus recursos para fabricar dos líneas de pastas pigmentarias dirigidas a

sistemas alquídicos y vinílicos, además de tener un inventario alto para el almacenamiento de materia prima y productos terminados. La eficiencia en estos procesos de fabricación se ve limitada a la disponibilidad de máquinas para trabajar dos tipos de pastas.

Este proyecto plantea la realización de nuevos concentrados pigmentarios que sean de uso universal, es decir, que puedan usarse para tinturar recubrimientos en sistemas base solvente de resina alquídica y a su vez que pueda tinturar recubrimientos base agua de resinas vinil-acríticas y acrílicas puras. Para lograr el desarrollo de este nuevo producto será necesario seleccionar un agente dispersante que sea compatible con resinas alquídicas, vinílicas y acrílicas en los sistemas mencionados. Se considerará para la selección aquellos agentes dispersantes que estén disponibles en el mercado nacional. Una vez identificados los agentes dispersantes que cumplan con las características mencionadas, se realizará un diseño de experimentos de tres niveles y dos factores con el fin de hallar la relación óptima de la concentración de dispersante y pigmento. Durante este paso se hallarán parámetros como la viscosidad, densidad, mediciones de color que serán de utilidad para el correspondiente análisis estadístico del diseño de experimentos. Finalmente, se evaluará la estabilidad ofrecida por el agente dispersante con los métodos descritos en la Norma Técnica Colombiana NTC – 6108, la cual indica la estabilidad al almacenamiento acelerado de una muestra que se somete a 60°C por siete días para identificar la estabilidad del dispersante ofrecida en la dispersión. Se evaluará, también, la compatibilidad por medio del método rub-out o frotado, el cual permite medir, cuantitativamente, la interacción entre el dispersante y pigmento en los sistemas de pintura base agua y solvente – alquídico. Estos métodos mencionados se realizarán sobre los concentrados pigmentarios importantes para la empresa, como lo son el verde ftalo 7, azul ftalo 15:3 y negro de humo, pues presentan un 63,88% en volumen de las ventas del total de los concentrados ofrecidos. De esta manera se seleccionará el agente dispersante de uso universal compatible en sistemas base agua y base solvente.

Los resultados de este proyecto generarían a la industria colombiana un mapa general del correcto uso de los agentes dispersantes en los diferentes sistemas de recubrimientos fabricados nacionalmente, pues al obtener una respuesta de un plano general de la química de cada dispersante y sobre qué pigmentos y resinas serían compatibles, mejoraría la eficiencia en procesos de dispersión en las fábricas de pinturas. Adicionalmente, los beneficios que tendría PQUIM al poder fabricar estos concentrados pigmentarios universales sería principalmente en un ahorro de la mano de obra, en

inventario y costos relacionados a producción, además de mejorar las condiciones de seguridad y salud en el trabajo, pues cuando se fabrican los concentrados base solvente, se manejan productos de alto contenido de compuestos orgánicos volátiles (VOC) e inflamables. Asimismo, el poder realizar este producto, PQUIM se distinguiría del mercado nacional y competiría en innovación con Clariant, que es una multinacional Suiza con sucursal en Colombia que ofrece su línea Hostatint AU, que son concentrados pigmentarios universales

1. Concentrados pigmentarios universales: conceptos técnicos sobre dispersión

En este capítulo se contemplarán los conceptos básicos del proceso de dispersión para la obtención de concentrados pigmentarios estables. Se discutirá acerca de agentes dispersantes, su química y teorías de estabilización. Adicionalmente se hablará sobre los tipos de pigmentos disponibles en el mercado y se profundizará sobre los pigmentos objetivo para el proyecto.

1.1 Concentrados pigmentarios

Los concentrados o pastas pigmentarias son productos que contienen un alto contenido de pigmento disperso en un vehículo o resina de molienda. La formulación de un concentrado pigmentario debe ser cuidadosa, y se debe tener en cuenta dos requisitos: el primero es que la pasta debe tener una buena estabilidad, pues no se debe presentar floculación ni sinéresis durante el almacenamiento. El segundo requerimiento es que, dentro de su fabricación y manipulación, la pasta debe fluir de manera fácil con el fin de disminuir tiempos y energía en el proceso dispersión y mejorar la tinturación del recubrimiento (BYK, s.f.).

Los componentes básicos de un concentrado pigmentario son el pigmento, la resina de molienda, el vehículo, el agente dispersante y auxiliares de proceso. El pigmento es el componente clave y el contenido debe ser lo más alto posible. La resina de molienda garantiza que la pasta pigmentaria pueda incluirse fácilmente a la pintura o recubrimiento. Sin embargo, algunas pastas pueden hacerse sin resina de molienda como el caso de los concentrados pigmentarios universales. El vehículo hace que la pasta sea más fluida a la hora de manipular. Finalmente, el agente dispersante funciona como estabilizante y compatibilizante de la dispersión. Este actúa sobre el pigmento permitiendo un mejor desarrollo del color al repeler con éxito las partículas individuales (Agbo *et al.*, 2017).

6 Selección de un agente dispersante compatible con sistemas base agua y base solvente usado para concentrados pigmentarios universales

Dentro de las aplicaciones de los concentrados pigmentarios encontramos su uso en pinturas decorativas, las cuales tienen unas características distintas a los recubrimientos industriales. Existen concentrados pigmentarios que requieren de resinas de molienda especiales y un dispersante de alta eficiencia que permita una mejor compatibilidad en el sistema al que se aplica y un buen desempeño en color, por ejemplo, los recubrimientos automotrices (Orom Colorants, s.f.).

Se han encontrado estudios en los que se evidencian las interfases existentes en los concentrados pigmentarios, estas interfases encontradas se deben a la presencia de aditivos que modifican el equilibrio y generan compatibilidad en el medio o sistema usado (Agbo *et al.*, 2017). En la Tabla 1-1 se identifican las funcionalidades del agente dispersante y humectante. Las condiciones de equilibrio alcanzadas en estas interfases generadas por los aditivos son consecuencia de formar una estabilización del pigmento con el vehículo o resina, esta propiedad permite que se ajuste la pasta o el concentrado a pinturas y recubrimientos de distintas clases (Orom Colorants, s.f.).

En las secciones posteriores se mostrará en profundidad el mecanismo y funcionalidad de los agentes dispersantes y humectantes que hacen de un concentrado pigmentario, un producto con un buen desempeño y calidad.

Tabla 1-1. Aditivos y sus funcionalidades.

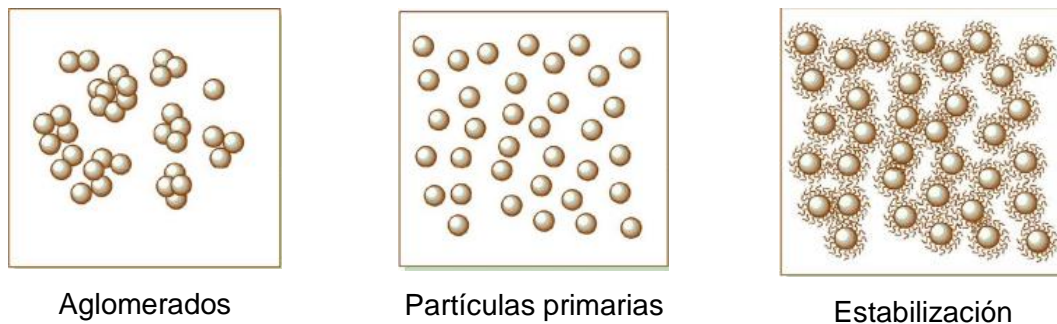
Aditivos	Funcionalidad	Interfase	Referencia
Agentes humectantes	Reduce la tensión superficial	Aire-líquido	(Sis y Birinci, 2014) (Sun et al, 2016)
Agentes Dispersantes	Previene la floculación de partículas sólidas y provee una buena estabilización, asimismo previene la sedimentación del pigmento	Sólido - líquido	(Saindane y Jagtap, 2015)

1.1.1 Proceso de dispersión

El estado físico del pigmento es sólido y viene en forma de partículas aglomeradas, en un estado donde el gasto de energía es cero. Cuando empieza el proceso de dispersión, este tipo de partículas se desagregan en medio líquido y por medio de agitación o esfuerzo mecánico se distribuyen uniformemente a través del sistema. Estas partículas dispersas tienen el nombre de partículas primarias. Se define que el objetivo del proceso de dispersión es pasar de un estado de partículas aglomeradas a partículas primarias. Este último tipo de partículas tienen una alta inestabilidad, pues buscan la manera de reorganizarse a su estado natural, por lo que, es importante buscar la manera de evitar este fenómeno y de estabilizar la partícula primaria del pigmento (Lin, 2003).

La figura 1-1 muestra el proceso de dispersión en los pigmentos que tiene como objetivo producir una dispersión estable y uniforme. Por lo tanto, para llegar a tener una estabilidad en la dispersión del pigmento, se consideran los siguientes pasos: humectación, ruptura y estabilización.

Figura 1-1. Pasos en el proceso de dispersión

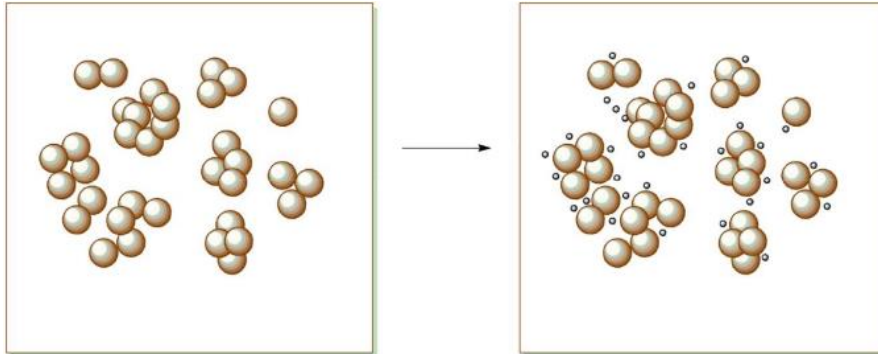


Fuente: (Agbo et al, 2017).

1.1.2 Humectación

Durante el proceso de dispersión la partícula de pigmento necesita humectarse en su superficie, debido a que normalmente las partículas del pigmento están cubiertas de aire. Sobre la superficie del pigmento existe una interfaz sólido-aire y es de total necesidad reemplazar esta interfase con el líquido del medio (Schmitz et al. 1999). En la figura 1-2 se ilustra el proceso de humectación en donde los componentes del medio líquido se extienden sobre la superficie del pigmento para reemplazar el aire contenido del pigmento.

Figura 1-2. Proceso de humectación



Fuente: (Agbo et al, 2017)

La humectación tiene lugar cuando se adiciona un compuesto que modifique la tensión superficial del medio. Los líquidos con una baja tensión superficial penetran más fácil la superficie del sólido, ya que permiten romper con el equilibrio de la interfase sólido-aire. En general los sistemas base solvente humedecen más rápido el pigmento debido a la menor tensión superficial que tiene el vehículo usado. Caso contrario a cuando se usa agua como vehículo, pues la alta tensión superficial del agua impide que el medio líquido penetre cada intersticio del pigmento (Sis y Brinci, 2014). Es por esta razón que los agentes humectantes son comúnmente utilizados en sistemas acuosos.

La humectación de las partículas de pigmento está influenciada por los siguientes factores:

1. Geometría de las partículas
2. Viscosidad del vehículo o medio
3. Tensión superficial del vehículo o medio
4. Carácter químico de los disolventes

La ecuación propuesta por Washburn (Susana *et al.*, 2012) describe el proceso de humectación como:

$$\frac{V}{T} = \frac{3R\pi\gamma\cos(\delta)}{2l\eta} \quad (1.1)$$

Donde V es el volumen de vehículo o medio transportado, T es el tiempo, R es el radio de la capilaridad del pigmento, γ es la tensión superficial del vehículo, η es la viscosidad del vehículo o medio y l es la longitud de la capilaridad (Agbo *et al.*, 2017).

Se han presentado varios estudios en dónde añaden nuevos factores que influyen en el proceso de humectación, tal es el caso de Alexandrova *et al.* (2016), que demuestra el efecto del pH en la humectación y concluyó que los tensoactivos o agentes humectantes humedecen muy bien en medio ácido fuerte y medios muy alcalinos. Similarmente, Jarnstrom *et al.* (2010), estudiaron el efecto del látex en la superficie, estructura y humectación de los pigmentos, y los resultados que obtuvieron fueron el desarrollo de aglutinantes en diferentes sistemas de pigmentos usados como revestimientos en papel y pinturas, con este estudio consiguieron una humectación completa del pigmento, llevándolo a conseguir una gran variedad de aplicaciones.

1.1.3 Ruptura o molienda

El proceso de ruptura del pigmento se lleva a cabo bajo esfuerzos mecánicos y de cizallamiento ofrecidos por diversos equipos, en este proceso las partículas de pigmento se van desvinculando de los aglomerados a partículas primarias o individuales, como se ve en la figura 1-1. Las partículas de pigmento primarias van humectándose a medida que se van separando de los aglomerados (Atsushi *et al.* 1994). Los aditivos humectantes y dispersantes aceleran el proceso de ruptura, disminuyendo tiempos de proceso. Durante la molienda las moléculas de los aditivos se adsorben en las interfaces creadas por los aditivos, como se vio en la tabla 1-1, y minimizan la interacción entre las partículas primarias de los pigmentos (Heilen, 2009). El trabajo necesario para la ruptura de los aglomerados del pigmento puede calcularse a partir de la ecuación (1.2).

$$W = \gamma \Delta A \quad (1.2)$$

La ecuación (1.2) muestra que la energía requerida para incrementar el área superficial (ΔA) del pigmento durante la fase de molienda, W , es proporcional a la tensión superficial, γ . Cuanto menor sea la tensión superficial mayor será el cambio del área superficial para una cantidad dada de dispersante. Con esto se observa que los agentes humectantes y dispersantes acortan el tiempo de molienda al reducir el ángulo de contacto del líquido

sobre la superficie del pigmento, evitando la reaglomeración de las partículas (Müller, 2010).

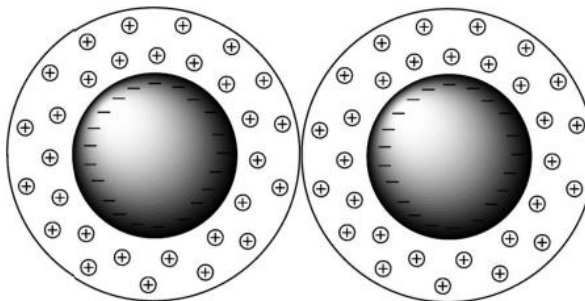
1.1.4 Estabilización

El objetivo de la estabilización es prolongar la condición de dispersión alcanzada durante la ruptura del pigmento. Esto es únicamente posible si las partículas de pigmento se separan lo suficiente como para que la fuerza repulsiva exceda la fuerza atractiva. Una deficiente estabilidad en la dispersión lleva a que el pigmento flocule y se sedimente (Rai, 2015). Como se ve en la figura 1-1. En la actualidad se conocen tres tipos de estabilización: electrostática, estérica y electrostérica.

1.1.5 Estabilización electrostática

La estabilización electrostática ocurre si las partículas tienen la misma carga superficial eléctrica, tal como se observa en la figura 1-3, cuando este efecto se da entre dos partículas, el efecto de las cargas va a ser repulsivo (Agbo et al. 2017). Si las fuerzas atractivas son más fuertes que las fuerzas repulsivas, la dispersión será inestable. Como este mecanismo de estabilización depende de la separación de las cargas iónicas, es principalmente relevante en sistemas de alta polaridad, como en las pinturas base agua (BASF, s.f.).

Estas interacciones pueden describirse mediante la teoría DLVO (Derjagin, Landau, Verwey y Overbeek). El aditivo humectante y dispersante, adsorbido en la superficie del pigmento, se disocia en un segmento aniónico y en uno catiónico. Estos iones no se adsorben y forman una nube difusa móvil en el borde exterior de la cubierta polimérica adsorbida. Esto genera una doble capa electrostática provocando una repulsión y las partículas se estabilizan contra la floculación. La adición de cationes multivalentes desestabiliza la doble capa electrostática, rompiendo el equilibrio entre el polímero aniónico y la nube catiónica, lo cual hace que la estabilización se elimine (Heilen, 2009).

Figura 1-3. Estabilización electrostática.

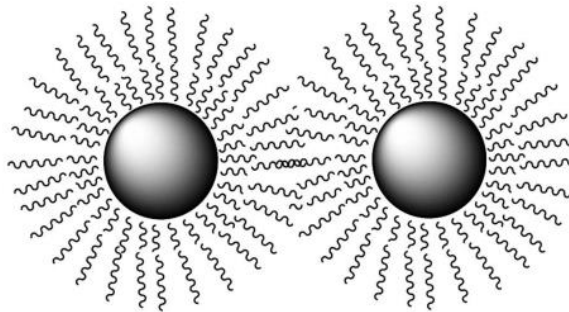
Fuente: (Agbo et al, 2017)

1.1.6 Estabilización estérica

La estabilización estérica se caracteriza por polímeros adsorbidos en la superficie del pigmento. Un requisito básico de este tipo de estabilización es que las cadenas de polímero que se adsorben deben estar completamente solvatadas o humectadas por el medio (Ettelaie et al. 2016). En la figura 1-4 se puede observar que hay interacción entre las cadenas poliméricas, generando una repulsión estérica y generando una estabilización. En términos termodinámicos el grado de libertad del movimiento de las cadenas poliméricas se reduce cuando estas chocan o se solapan, lo que provoca una reducción de la entropía. Para compensar esta reducción y restablecer la movilidad, debe aumentar la separación de las partículas del pigmento (Heilen, 2009).

Los factores importantes que influyen en la eficacia de la estabilización son el grado de adsorción de los polímeros en la superficie, la integridad de la capa polimérica y su espesor. El espesor de la cubierta polimérica y el grado de estabilización aumentan si las cadenas del aditivo interactúan con las moléculas de la resina o aglutinante. Por otro lado, se han realizado varias investigaciones sobre la estabilización estérica y su mecanismo, un ejemplo de esto es la investigación hecha por Mendoza et al. 2016 en la cual mejoró la estabilización de nitruros de titanio (TiN) en suspensiones acuosas. La estabilización estérica de estos compuestos se logró mediante la adición de polietilenimina (PEI) de mediano peso molecular. Similarmente, Stojanovic *et al.*, 2015, también estudio el efecto de la repulsión estérica en el potencial de torsión del n-butano y concluyeron que el modelo tradicional de repulsión estérica necesita algunas mejoras y resultó que la energía de formación de barrera era la energía electrostática.

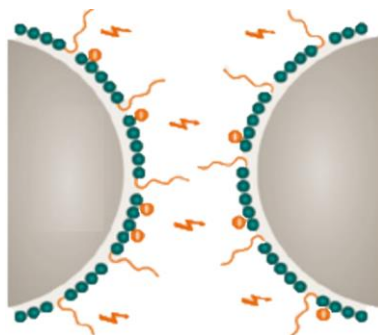
Figura 1-4. Estabilización estérica.



Fuente: (Agbo et al, 2017)

1.1.7 Estabilización electrostérica

En el estudio presentado por Milanovic y Casey (2018) mencionan que la estabilización electrostática y estéricas en muchas ocasiones no es suficiente, debido a que las dispersiones pigmentarias tienen demandas complejas en su estabilidad y compatibilidad. Por esta razón es necesario combinar la repulsión electrostática y el impedimento estérico para crear dispersantes que ofrezcan estabilización electrostérica. Ver figura 1-5. Los agentes dispersantes modernos se basan en este principio de repulsión, pues estos aditivos pueden satisfacer las elevadas exigencias de estabilización de pigmentos, compatibilidad de la dispersión en distintos sistemas de recubrimientos y estabilidad de almacenamiento a largo plazo (Heilen, 2009).

Figura 1-5. Estabilización electrostérica.

Fuente: (Milanovic y Casey, 2018)

1.2 Agentes dispersantes

Se ha venido hablando de los métodos de estabilización que se pueden obtener en la formulación de pinturas, recubrimientos y concentrados pigmentarios. La importancia de la estabilización, como se ha mencionado, es ofrecer una uniformidad del pigmento en el medio suspendido, evitando floculación y obteniendo propiedades en la aplicación buenas como son el desarrollo de color, el poder tintóreo y opacidad (BASF, s.f.). Para conseguir esto es necesario el uso de un aditivo dispersante que genere una buena estabilidad en el medio. Esta estabilidad en la suspensión se da a través de grupos de anclaje con una alta afinidad por la superficie del pigmento, estableciendo así una fuerza repulsiva entre las partículas de pigmento (Sun *et al.*, 2013). En un estudio realizado por Hakeem, Diab y Adams (2015), se concluyó que la facilidad de dispersión del pigmento depende del tipo de agente dispersante, para llegar a esta conclusión, ellos llevaron a cabo una dispersión de pigmento usando un dispersante comercial (SDS), el cual condujo a tamaños de partículas más pequeños que las dispersiones hechas con bromuro de hexadeciltrimetilamonio (CTAB). Esta diferencia en la estabilidad se dio principalmente por las diferencias químicas entre en los dispersantes estudiados, en el caso del SDS son dispersantes no-iónicos que tenía una mejor afinidad en los grupos de anclaje con la superficie del pigmento que el CTAB.

1.2.1 Agentes dispersantes típicos

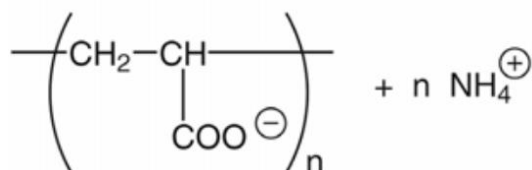
Muchos de los fabricantes de este tipo de aditivos no facilitan la información sobre la composición química de los dispersantes, lo que dificulta su uso con la variedad de

pigmentos disponibles en el mercado. Generalmente los dispersantes se clasifican por su un intervalo del peso molecular, pues químicamente son compuestos oligoméricos y poliméricos. En el capítulo 3 se mostrará una clasificación de los dispersantes disponibles en el mercado colombiano, teniendo en cuenta su peso molecular. A continuación, se mostrará una clasificación según su método de estabilización.

1.2.2 Agentes dispersantes polianiónicos para estabilización electrostática

Estos dispersantes se adsorben principalmente en la superficie de los pigmentos y cargas inorgánicas. La finalidad de estos agentes dispersantes es aumentar el nivel de repulsión y mejorar la estabilización por medio electrostático. Los agentes dispersantes típicos de esta naturaleza son los policarboxilatos, comúnmente sales de ácidos poliacrílicos (Müller, 2010). En la figura 1-6 se observa la unidad repetitiva del agente dispersante. Su masa molecular está alrededor de los 6,000 g/mol

Figura 1-6. Policarboxilatos como agentes dispersantes.



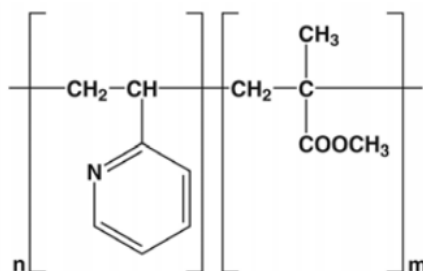
Fuente: (Müller, 2010)

El uso de estos dispersantes tiene como ventajas la resistencia hidrolítica que le confiere a la estabilización del pigmento, y tiene una buena compatibilidad en dispersiones poliméricas para pinturas base agua y resinas para pinturas base solvente. Como principales desventajas es que es sensible a cationes multivalentes, es decir, es sensible a la dureza del agua en el proceso y a las cargas usadas como carbonato por sus iones calcio y magnesio, si se tratara de pinturas base agua. Esto haría perder la estabilidad o no se tendría una buena dispersión del pigmento.

1.2.3 Agentes dispersantes poliméricos para estabilización estérica

En la industria es común encontrar dispersantes en bloques poliméricos, también llamados copolímeros de bloque AB. Esto hace referencia a la polaridad que existe entre polímeros de distinta especie. Los copolímeros en bloque pueden tener propiedades anfífilas. En la figura 1-7 se observa una estructura de este tipo de agentes dispersantes. La masa molar de estos dispersantes está alrededor de los 15,000 g/mol. Generalmente, estos dispersantes tienen grupos de anclaje que se adsorben al pigmento, bloque A. Los grupos de anclaje en la figura 1-7 es aquel que posee moléculas nitrogenadas. Es importante resaltar que el uso inadecuado de solventes puede generar el enrollamiento del bloque B, impidiendo realizar su función estabilizante, por lo que genera floculación (Müller, 2010). Esta información por lo general la comparte el fabricante.

Figura 1-7. Copolímero en bloque AB como agente dispersante.



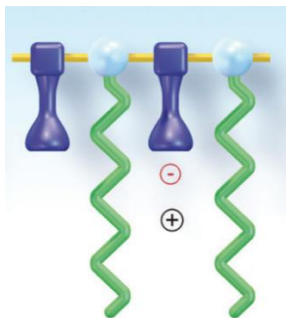
Fuente: (Müller, 2010)

1.2.4 Agentes dispersantes modificados para estabilización electrostérica

Estos dispersantes son modificaciones que se hacen de los copolímeros en bloque AB. Las modificaciones son de tipo estructural, pues se han encontrado arquitecturas poliméricas en formas de estrella o en tribloque polimérico (Pirrung et al., 2002). Estos dispersantes tienen como característica tener una cadena que funciona como impedimento estérico unido a un dorso principal que contiene los grupos de anclaje y en donde hay polianiones para la repulsión electrostática. El peso molecular de estos dispersantes va entre los 15,000 a 20,000 g/mol. Un ejemplo común de este dispersante son los

copolímeros de ácidos policarboxílicos. En la figura 1-8 se presenta un esquema básico de este tipo de dispersantes.

Figura 1-8. Copolímeros en bloque AB de policarboxilatos como agentes dispersantes.



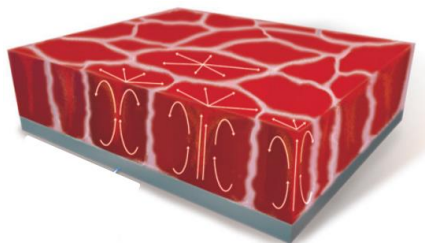
Fuente: (BASF, s.f.)

1.2.5 Dispersión en mezcla de distintos pigmentos

Las pinturas y recubrimientos suelen contener más de un pigmento en su formulación de color. Los distintos pigmentos de la mezcla pueden separarse debido a sus diferentes tamaños de partículas y densidades. Existen dos tipos diferentes de separación en una dispersión pigmentaria:

- **Separación vertical de pigmentos (flotación o floating):** Se da lugar cuando existe diferencias locales de concentración en la superficie de la pintura (Müller, 2010). Muestra la pobre uniformidad del color. Esto da lugar a las conocidas células de Bénard o rayas de Bénard. Ver figura 1-9.

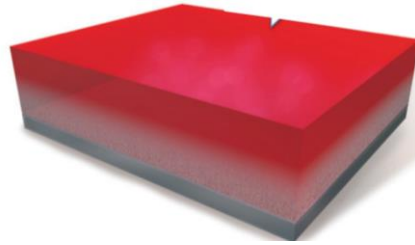
Figura 1-9. Células de Bénard producidas por flotación.



Fuente: (BASF, s.f.)

- **Separación horizontal de pigmentos (floculación o flooding):** Las diferencias de concentración no se producen en la superficie de las pinturas sino perpendicularmente a ella. En este caso, el recubrimiento tiene un color uniforme en la superficie de la película (Müller, 2010). Este defecto solo se evidencia cuando se realiza la prueba del rub-out. Ver figura 1-9.

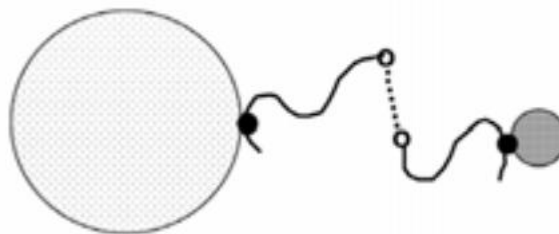
Figura 1-10. Floculación en la superficie de la película.



Fuente: (BASF, s.f.)

Ambos tipos de separación pueden evitarse o reducirse mediante la floculación controlada. El término de floculación controlada se denomina cuando el uso de ciertos agentes dispersantes efectúa una floculación en puente deliberada pero reversible, es decir, se forma enlaces covalentes secundarios entre las cadenas poliméricas de efecto estérico entre los pigmentos mezclados (Müller, 2010). En la figura 1-10 se puede ver una representación de este efecto. Se muestra una partícula del dióxido de titanio y una partícula del pigmento azul ftalocianina. Se evidencia que el agente dispersante se adsorbe en cada una de las partículas y forma un enlace covalente secundario. Esto ofrece una estabilidad a la floculación, por lo que se elimina o reduce los tipos de separación mencionadas.

Figura 1-11. Floculación controlada. Diagrama simplificado.



Fuente: (Müller, 2010)

1.3 Pigmentos

Se ha hablado acerca de las principales características y conceptos básicos sobre la teoría de la dispersión en un concentrado pigmentario. Pero es también importante hablar sobre los pigmentos y los tipos de pigmentos que se encuentran en el mercado, pues como se mencionó, el pigmento es uno de los componentes clave de las pastas pigmentarias. Inicialmente se hace una clasificación química del tipo de pigmentos. Primero se habla de pigmentos inorgánicos que son aquellos constituidos químicamente por un metal de transición que ofrece color al medio en el cual está disperso. Y se habla de pigmentos orgánicos como aquellos constituidos por moléculas orgánicas que según su estructura molecular imparten color al medio disperso (Buxbaum y Pfaaf, 2005).

1.3.1 Pigmentos inorgánicos

Son aquellos pigmentos que normalmente son constituidos por un único componente en su estructura, pueden ser óxidos de hierro, titanios, sulfitos, silicatos, sulfatos o carbonatos. Estos tipos de pigmentos se pueden clasificar de acuerdo con su efecto óptico como se ve en la tabla 1-2.

Algunas de las características de este tipo de pigmentos es que tienen un alto poder cubriente, una menor área superficial y una menor absorción de aceite, comparados con los pigmentos orgánicos. Poseen buenas propiedades de resistencia química, a la luz y a solventes. Sin embargo, su poder tintóreo es menor que la de los orgánicos (Buxbaum y Pfaaf, 2005).

Tabla 1-2. Clasificación de pigmentos según su efecto

Pigmento	Efecto óptico
Blanco	Es causado por la dispersión no selectiva de la luz
Coloreado	Es causado por la absorción selectiva de la luz y la dispersión selectiva de la misma
Negros	Es causado por la absorción no selectiva de la luz
De efecto	Es causado por la interferencia de la luz
De luminiscencia	Es causado por la capacidad de absorber radiación y emitirla como una luz de mayor longitud de onda

1.3.2 Pigmentos orgánicos

Son moléculas orgánicas, es decir, dentro de su estructura contienen carbono, hidrógeno, oxígeno y nitrógeno que con un determinado arreglo molecular, o grupos funcionales, actúan como pigmento. Generalmente, dentro de la estructura del pigmento orgánico se encuentran dos grupos que modifican el color del pigmento:

- **Cromóforos:** Grupos funcionales de la molécula responsables de su color. Estos grupos absorben ciertas longitudes de onda del espectro visible de la luz generando color (Herbst y Hunger, 2004).
- **Auxocromos:** Son grupo de átomos unidos a un cromóforo que modifican la capacidad de absorber la luz, modificando la longitud de onda o la intensidad de la absorción. Estos grupos no generan color, pero cuando están unidos al cromóforo intensifica el color (Herbst y Hunger, 2004).

Las principales características de este tipo de pigmentos son que tienen una mayor absorción de aceite, mayor área superficial, mayor poder tintóreo, menor poder cubriente, bajas propiedades de resistencia química, a la luz, a solventes y a temperaturas altas. Además de poseer un menor grado de dispersabilidad, es decir son pigmentos duros cuando se trata de buscar la ruptura (Herbst y Hunger, 2004).

Anteriormente se había mencionado los estados naturales de las partículas de pigmento, se mencionaba que naturalmente se encontraban en un estado de aglomerados, que, comenzada la dispersión, las partículas se iban fraccionando en partículas primarias. Generalmente, se busca que todo el pigmento adicionado quede en su estado primario, pero esto no ocurre, pues hay energía de atracción de Van Der Waals muy fuertes que por más cantidad de cizallamiento o esfuerzo mecánico se someta el pigmento, no logran romperse, a este estado de partículas se le conoce como agregados (Atsushi *et al.*, 1994). En la figura 1-11 se observan los tres estados de la partícula del pigmento. De acuerdo con esto, en la dispersión se busca la manera más eficiente de que el pigmento quede, en su mayoría, disperso en su partícula primaria.

Figura 1-11 Estados de las partículas de pigmento.



Fuente: (BASF, s.f.)

Existe una relación directa entre los parámetros de esfuerzo de color y opacidad con el estado de partícula del pigmento. Se tendrá un excelente desempeño a medida que el estado del pigmento se encuentre estabilizado en las partículas primarias (Agbo et al. 2017).

Como se ha mencionado, este trabajo consiste en realizar dispersiones pigmentarias de los pigmentos negro de humo, azul ftalocianina 15-3 y verde ftalocianina 7, por lo tanto, en los apartados siguientes se profundizará un poco más sobre la química y generalidades de estos pigmentos mencionados.

1.3.3 Pigmento negro de humo

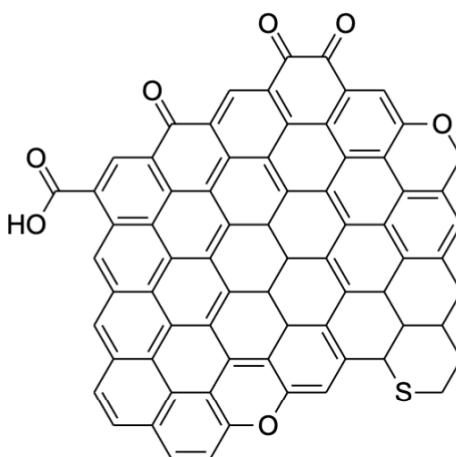
El negro de humo es una forma comercial de carbono sólido que se fabrica en procesos controlados para producir agregados que varían en tamaño de partícula, porosidad y química superficial. El negro de humo contiene aproximadamente un 95% de carbono puro con cantidades mínimas de oxígeno, hidrogeno, nitrógeno y azufre. En el proceso de fabricación se forman partículas entre 10 a 500nm aproximadamente y se aglutinan en agregados en forma de cadena definiendo así la estructura del pigmento (Orion, s.f.).

El negro de humo es usado en diversas aplicaciones. Es usado como aditivo para mejorar las propiedades físicas, ópticas y eléctricas de diversos grupos de materiales cerámicos y poliméricos. Su mayor uso es como aditivo de refuerzo en productos de caucho. Otra de sus aplicaciones es en la industria de pinturas y recubrimientos, en los sectores arquitectónicos y automotriz. Es usado también para aportar color a la industria de plásticos. Adicionalmente, el negro de humo es usado como aditivo para el mejoramiento

de propiedades aislantes del polímero que recubre alambres y cables eléctricos (Orion, s.f.).

La principal materia prima para la producción de negro de humo es la fracción de petróleo pesado con un alto contenido de hidrocarburos aromáticos. Estos hidrocarburos son llevados a hornos donde se lleva a cabo un proceso de combustión incompleta. El tamaño de partícula obtenido varía según el método de fabricación realizado. En la figura 1-12 se observa una estructura química básica del pigmento. Se observa que sobre la superficie del pigmento hay grupos carboxilos, quinonas, cetonas y éteres. El azufre presente ofrece una leve acidez al pigmento y dependerá su inclusión de la materia prima utilizada. Es común encontrar trazas de metales pesados como el cadmio, cromo, cobalto, plomo y mercurio en el negro de humo, pero a concentraciones menores a 5ppm (Hagiwara *et al.*, 1977)

Figura 1-12. Estructura química de la partícula de negro de humo



Fuente: Orion s.f.

Dentro de las propiedades físicas más importantes del negro de humo se destaca la densidad, comúnmente está dentro de un rango de 1,7 a 1,9 g/mL, esto depende del método de fabricación usado. Otra de las propiedades características e importantes es la conductividad eléctrica. En la industria de los recubrimientos es importante tenga un excelente nivel de negrura o *Jetness* y poder tintóreo. Hay métodos estandarizados para medir estas propiedades como la ASTM D3265 (Orion s.f.). Una de las principales características de este pigmento es su baja polaridad. Para las dispersiones pigmentarias es importante conocer el tipo de superficie, método de fabricación usado y nivel de

polaridad para seleccionar un agente dispersante adecuado para la realización de los concentrados pigmentarios. La elevada dureza, y la elevada área superficial de este tipo de pigmentos dificulta la dispersión en el proceso, por lo que se debe adicionar más energía y un dispersante que ayude a romper los agregados en partículas primarias (Hagiwara *et al.*, 1977).

1.3.4 Pigmento azul ftalocianina 15-3

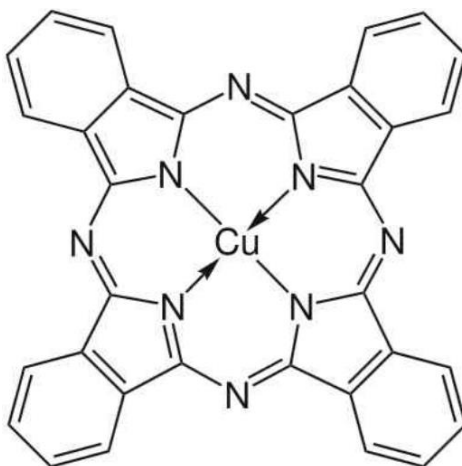
El azul ftalo es un pigmento compuesto de ftalocianina de cobre (CuPc). Su principal proceso de fabricación es el proceso de ftalonitrilo que se hace reaccionar con una sal de cobre a temperaturas entre 200 a 240°C. En este proceso se usa un solvente que ayuda a precipitar el CuPc. Dependiendo del solvente se pueden conseguir distintas fases del cristal CuPc (Herbst y Hunger, 2004).

En el mercado es común encontrar modificaciones α - y β -, que son pigmentos comercialmente llamados azul ftalo 15:1 y azul ftalo 15:3, respectivamente. Para conseguir una modificación α -, el CuPc se debe disolver en ácido sulfúrico y posteriormente ocurre una precipitación del cristal. Para la obtención de la fase β -, el CuPc se disuelve en hidrocarburos aromáticos, ésteres o cetonas. Dependiendo de cada modificación que se obtenga, las propiedades colorimétricas del pigmento cambiarán. Cuando se habla de un pigmento azul ftalo 15-3 o de modificación β -, el subtono del color va a ser verdoso. Por el contrario, cuando se obtiene un azul ftalo 15-1 o de modificación α -, se obtiene un pigmento de subtono rojizo. Esto influye mucho en la formulación de colores en pinturas y recubrimientos, por lo que es necesario saber qué tipo de color y subtono se quiere desarrollar para el mercado (Herbst y Hunger, 2004). En la figura 1-13 se observa la estructura química de la ftalocianina de cobre.

El pigmento azul ftalo 15:3 ofrece un tono limpio turquesa. Este tipo de pigmento es usado principalmente en impresiones gráficas, pinturas, plásticos, caucho, serigrafía, etc. La importancia comercial del pigmento 15:3 se refleja en la gran variedad de calidades disponibles, que cubren una gama de propiedades colorísticas y de aplicación. Este tipo de pigmento es uno de los que poseen un alto poder tintóreo. En los concentrados pigmentarios presenta dificultades en su dispersión, debido a su baja polaridad, lo que hace que se dificulte la dispersión en el proceso (Wu, *et al.*, 1971). Su alta absorción de

aceite impide conseguir concentrados pigmentarios de alto contenido de pigmento, por lo general las pastas con este pigmento se alcanzan un 25% de contenido de pigmento, solo cuando se usa una resina de molienda. Por lo tanto, es importante la selección de un agente dispersante que permita humectar y dispersar los aglomerados pigmentarios.

Figura 1-13. Estructura química de la ftalocianina de cobre



Fuente: (UK Seung, s.f.)

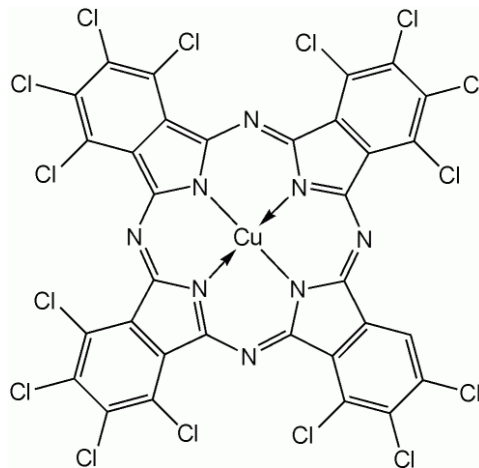
1.3.5 Pigmento verde ftalocianina 7

La síntesis a gran escala de este tipo de pigmentos se realiza a partir de la cloración directa de la ftalocianina de cobre (CuPc). La cloración se efectúa entre 180 a 200°C en una fusión de cloruro sódico y cloruro de aluminio en presencia de un catalizador como el cloruro de hierro (III). En la figura 1-14 se observa la estructura química del verde ftalocianina 7. Se observa que la estructura está clorada en 15 posiciones, este tipo de molécula es la que comercialmente está disponible en el mercado. Hay otros tipos de verde ftalocianina como el verde 36, este pigmento da un subtono amarilloso y se consigue realizando una sustitución de bromo en algunos lugares de los anillos aromáticos (Herbst y Hunger, 2004).

El pigmento verde ftalo 7 tiene una única modificación y es la β -, por lo que solo tiene una orientación. Este pigmento demuestra una excelente resistencia a la luz, al calor, a la intemperie y a los solventes. La principal aplicación de este pigmento es en pinturas. La inclusión de cloro en algunos sitios de la molécula hace que la dispersión sea más fácil que la de un azul ftalo. Si embargo, este tipo de pigmentos tiene una tendencia a la

floculación (Herbst y Hunger, 2004). Por lo tanto, la selección del agente dispersante debe ser la adecuada para estabilizar la partícula del pigmento dispersa

Figura 1-14. Estructura química del ftalocianina de cobre clorada.



Fuente: (UK Seung, s.f.)

2. Materiales y métodos

En este capítulo se describirá la metodología ejecutada para el desarrollo del proyecto. Se realizará una descripción de los equipos utilizados y sus consideraciones y métodos de análisis del desempeño y compatibilidad de los agentes dispersantes.

2.1 Técnica de caracterización por espectroscopia infrarroja

Para la caracterización de los agentes dispersantes suministrados por PQUIM S.A.S. y BASF se utilizó el equipo del laboratorio de polímeros de la Universidad Nacional IRPrestige – 21 espectrofotómetro infrarrojo por transformada de Fourier.

Las muestras fueron previamente secadas en un horno por convección presente en PQUIM S.A.S., a una temperatura de 100°C durante 7 días, esto con el fin de eliminar los solventes presentes en el dispersante y dejar la muestra en polvo para posteriormente usar la celda KBr. Los resultados del espectro fueron tratados y analizados por el software Origin 2023.

2.2 Equipo de dispersión y molienda

La preparación del concentrado pigmentario se llevó a cabo en un molino vertical de 4 caballos de fuerza de motor Siemens, con inclusión de disco de baquelita, como se ve en la figura 2-1. Este equipo es suministrado por PQUIM S.A.S. Las perlas para la molienda usadas fueron de zirconio de 2mm de diámetro y 3.7 g/mL de densidad. El tanque en el cual se realizó la molienda fue de acero inoxidable con una capacidad de 800mL. Este tanque tiene una chaqueta de enfriamiento por la cual pasa agua refrigerante para mantener la temperatura de molienda inferior a los 30°C, como se ve en la figura 2-1. Luego del tiempo de molienda se procedió a la filtración del concentrado pigmentario mediante con una malla de 1.5mm.

El tiempo de molienda fue de 45 minutos para cada uno de los pigmentos. Esto es porque a este tiempo se consigue una finura de molienda de 7 Hegman. El equipo para medir la finura de molienda se llama grindómetro. Adicionalmente, en cada muestra realizada se toma la densidad del concentrado, por lo que se hace uso de la copa gravimétrica, tal y como se ve en la figura 2-2.

Figura 2-1. Equipo de dispersión y molienda.



Figura 2-2. Grindómetro y copa gravimétrica



Según Paajanen (2018) una de las mejores formas para conseguir una efectiva dispersión del pigmento, cuando se realizan pastas pigmentarias, es inicialmente realizar una premezcla o caldo en el cual se mezcla el vehículo, el agente dispersante, el agente humectante y el pigmento. A este caldo se realiza una agitación constante con el fin de humectar y preparar la superficie de los pigmentos cuando entre al proceso de molienda. Una vez se haga esto, se cargan las perlas y comienza la molienda. Este procedimiento se siguió para obtener un buen resultado en la dispersión del concentrado pigmentario.

2.3 Medición de viscosidad

Una vez completada la molienda, se alista una muestra de 250mL en un envase de vidrio cilíndrico para llevarla al viscosímetro rotacional NDJ-5S, como se ve en la figura 2-3. El procedimiento consiste en ajustar la temperatura de la muestra a 20°C, se alista la aguja número 3 del viscosímetro rotacional y se programa las revoluciones a 12rpm. Una vez la muestra consiga los 20°C, se ubica el envase debajo de la aguja, se introduce la aguja a la muestra del concentrado y se enciende el rotor para que empiece a medir la lectura. La medida de viscosidad se toma pasados 45 segundos. Este es el valor que se registra.

Figura 2-3. Viscosímetro rotacional.



2.4 Medición Colorimétrica

Para la revisión del buen desarrollo de color de los concentrados previamente molidos, se busca medir el color que aporta el pigmento en el poder tintóreo. El poder tintóreo o esfuerzo de color (%TS) se mide reduciendo el color en 10 partes con una base de esmalte blanco. Por lo tanto, el poder tintóreo es la capacidad del pigmento para colorear un recubrimiento blanco.

Las mezclas realizadas fueron de 1 gramo del concentrado pigmentario y 10 gramos de un barniz blanco. Como se va a evaluar el esfuerzo de color en sistemas base agua y base solvente, se toma un esmalte blanco base agua y un esmalte blanco base solvente. Esta mezcla se aplica sobre una carta de contraste con un aplicador tipo Bird de 3 mils. Las medidas de color fueron realizadas con el colorímetro WR10QC, como se ve en la figura 2-4.

Figura 2-4. Colorímetro y carta de contraste.



2.5 Ensayo de estabilidad acelerada

Para el ensayo de la estabilidad acelerada se sigue el procedimiento indicado en la NTC 6108. Pinturas Estabilidad al Almacenamiento de la sección 6 método B: Estabilidad al Almacenamiento a Condiciones Aceleradas. Principalmente el ensayo consiste en tomar una muestra del concentrado pigmentario, envasarlo en un recipiente de vidrio con

capacidad aproximada de 500mL y someterlo a una temperatura de 60°C durante 7 días en un horno por convección forzada. Pasado este tiempo se revisa si ha ocurrido sinéresis y se califica el nivel de sedimentación obtenida. Se agita la muestra y se mide la viscosidad. Se calcula el nivel de variación de la viscosidad del producto. Por norma interna no debe variar más del 25% de la viscosidad en este ensayo.

Las muestras que se retiran del horno son nuevamente mezcladas con el procedimiento expuesto en el apartado 2.4, esto con el fin de volver a revisar el esfuerzo de color. Se realiza la aplicación en una carta de contraste y opacidad y se toma la medida de color. Por norma interna no debe haber una variación superior al 10%.

2.6 Ensayo de rub-out

El “rub-out” o frotado es un método usado para evaluar la compatibilidad del dispersante con los pigmentos. Mide la tendencia de las partículas de los pigmentos a la floculación o como técnicamente se dice flooding. Este efecto ya se había explicado en la sección 1.2.5 del capítulo anterior. El ensayo de rub-out es extremadamente práctico y simple para comprobar visualmente la floculación del pigmento y, además, que es posible cuantificar el grado de floculación del pigmento.

El procedimiento consiste en aplicar el concentrado pigmentario en un esmalte blanco, en la misma proporción que se mencionó en el apartado 2.4. Se aplica en una carta de contraste con el aplicador tipo Bird de 3 mils, y cuando esté parcialmente seca la película, se frota la superficie de la película con un pincel. En la sección que se frotó se mide el color y se compara con la superficie no frotada, la diferencia de color debe ser menor a la unidad, si es mayor, se evidencia el efecto de floculación o flooding, Para cuantificar la diferencia de color de la superficie frotada y la que no se frotó, se hace uso de la siguiente ecuación:

$$RN = \left(\frac{F_r}{F_{nr}} - 1 \right) * 100 \quad (2.1)$$

Donde RN es el número de rub-out, F_r , es el poder tintóreo del área que se frotó y el F_{nr} , es el poder tintóreo del área que no se frotó. El número de rub-out puede ser positivo o negativo. Un número positivo representa que el poder tintóreo del área frotada es más alto que el poder tintóreo del área no frotada. Si es negativo, el poder tintóreo del área frotada es menor que la del área no frotada. Cuando no se

presenta efecto de floculación el número del rub-out es cero o cercano a cero (Bieleman, 2000).

2.7 Diseño de experimentos

Se planteó un diseño de experimentos factorial de tres niveles y dos factores. Los factores seleccionados fueron la concentración del pigmento y la concentración del agente dispersante, y los niveles fueron: baja concentración del pigmento y dispersante, media concentración del pigmento y dispersante y alta concentración del pigmento y dispersante, representados como 1, 2 y 3. En la tabla 2-1 se observa la representación del diseño factorial.

Tabla 2-1. Representación diseño factorial 3²

Niveles	1	2	3
Pigmento (A), %	45	48	51
Niveles	1	2	3
Dispersante (B), %	10	15	20

El diseño factorial se construye con la interacción de los factores A y B en los distintos niveles planteados, por ejemplo: interacción del nivel 1 del factor A con el nivel 1 del factor B, interacción del nivel 1 del factor A con el nivel 2 del factor B, interacción del nivel 1 del factor A con el nivel 3 del factor B, etc., hasta llegar a la interacción del nivel 3 del factor A con el nivel 3 del factor B. Construyendo así un diseño con 9 ensayos para cada uno de los pigmentos. Para este diseño se realizaron 2 réplicas, es decir 18 ensayos para minimizar los errores de varianza (Melo *et al.*, 2020).

Las variables respuesta seleccionadas fueron esfuerzo de color y viscosidad, pues son parámetros clave para determinar la interacción del pigmento y el dispersante. A mayor esfuerzo de color, hay un elevado desarrollo del pigmento y a una menor viscosidad hay un mejor desempeño en el dispersante. Por lo tanto, se establece como objetivo de optimización maximizar el esfuerzo de color y minimizar la viscosidad del concentrado pigmentario. Los datos obtenidos de la experimentación se corren por el software Minitab.

En este mismo software se realiza la optimización y se obtienen los gráficos de varianza y gráficos de interacción de cada uno de los factores presentados.

3. Caracterización de agentes dispersantes

En este capítulo se mostrarán los resultados de la clasificación de los agentes dispersantes presentes en el mercado colombiano. Adicionalmente, se presentarán los resultados de la caracterización de los dispersantes con posible uso para los concentrados pigmentarios universales.

3.1 Clasificación de las familias de dispersantes

Anteriormente se había realizado una descripción de los agentes dispersantes típicos que se clasifican según su tipo de estabilización. A continuación, se presenta una clasificación por tipo de peso molecular de los agentes dispersantes que industrialmente tienen más relevancia.

3.1.1 Dispersantes de bajo peso molecular

Dentro de esta clasificación los agentes dispersantes se comportan como agentes surfactantes o humectantes, ya que por su bajo peso molecular y su estructura química su principal función es humectar el pigmento y bajar la tensión superficial del medio (Müller, 2010). Algunos fabricantes en sus documentos técnicos consideran a algunos surfactantes como agentes dispersantes de bajo peso molecular (Pirrung, 2002), esto es válido aceptarlo únicamente para la dispersión de cierto tipo de pigmentos inorgánicos, un ejemplo de ellos es el dióxido de titanio, ya que sobre la superficie del titanio hay una distribución de cargas que permiten la adsorción de surfactantes aniónicos y anfotéricos. (AFCONA, 2005).

3.1.2 Dispersantes de mediano peso molecular

En este grupo podemos encontrar los dispersantes oligoméricos, su estructura química son principalmente ácidos grasos modificados, poseen grupos polares que permite

adsorberse a la superficie del pigmento. Su mecanismo de repulsión y estabilización es de tipo estérico. Típicamente, estas moléculas son oligo-funcionales, lo que quiere decir que más de un grupo polar o de anclaje están presentes, permitiendo tener una buena afinidad sobre la superficie del pigmento. Su peso molecular está en un rango de 1,000 a 5,000 g/mol (BASF, s.f.).

3.1.3 Dispersantes de alto peso molecular

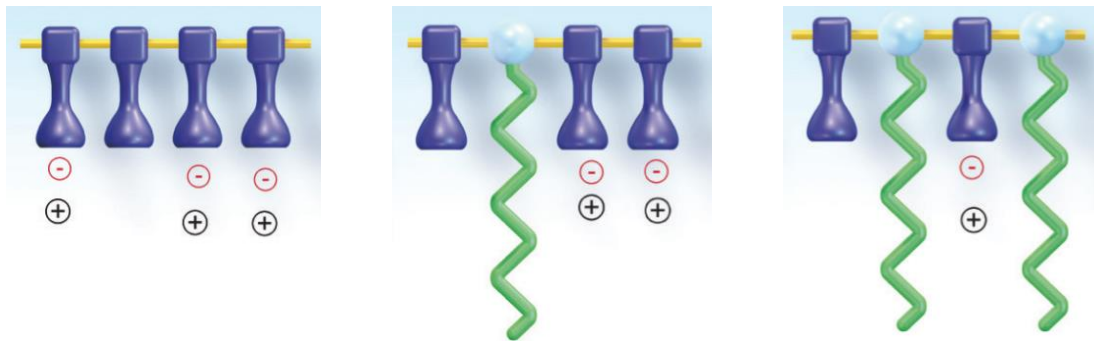
Este grupo de agentes dispersantes ha venido tomando una alta importancia en el mercado, ya que la creciente demanda de buscar dispersiones estables con pigmentos orgánicos se ha visto limitada por la polaridad y la alta área específica del pigmento. Por esta razón, los desarrollos de nuevos dispersantes se han enfocado en adicionar a la cadena del polimérica más cantidad de grupos de anclaje que permitan dar estabilidad al pigmento en la dispersión, por lo que en el mercado se encuentran cadenas poliméricas de peso molecular entre 5,000 a 25,000 g/mol (Pirrung, 2002).

En la industria de recubrimientos y pinturas podemos encontrar formas de agrupar este tipo de agentes dispersantes, entre los más comercializados:

- **Ácidos poliacrílicos y dispersantes copoliméricos:**

Son dispersantes aniónicos basados en polímeros policarboxílicos. Son de uso común en la industria y ofrecen una buena eficiencia en la dispersión de pigmentos inorgánicos y cargas (BASF, s.f.). En la figura 3-1 se muestran esquemas moleculares de este tipo de dispersantes. De izquierda a derecha se puede ver un ácido poliacrílico con sus grupos de anclaje, se observa un poliacrílico copolimerizado, por lo general este copolímero son polímeros modificados de estireno-maleico anhídrido (Pirrung, 2002). A medida que va creciendo su carácter hidrofóbico va mejorando la estabilidad de la dispersión del pigmento.

Figura 3-1. Esquema molecular de dispersantes poliacrílicos.



→ Aumento de carácter hidrofóbico →

Fuente: BASF, s.f.

- **Dispersantes poliuretánicos:**

Son dispersantes no iónicos de estructura ramificada en la cual van incluidos varios grupos de anclaje que ofrecen afinidad con pigmentos inorgánicos y orgánicos. Hay algunos dispersantes que son modificados con ácidos grasos, y esto permite dar una mejor estabilidad a la dispersión. Se ha encontrado diseños de dispersantes poliuretánicos que vienen copolimerizados con poliéster, permitiendo mejor desempeño en las dispersiones (Pirrung, 2002).

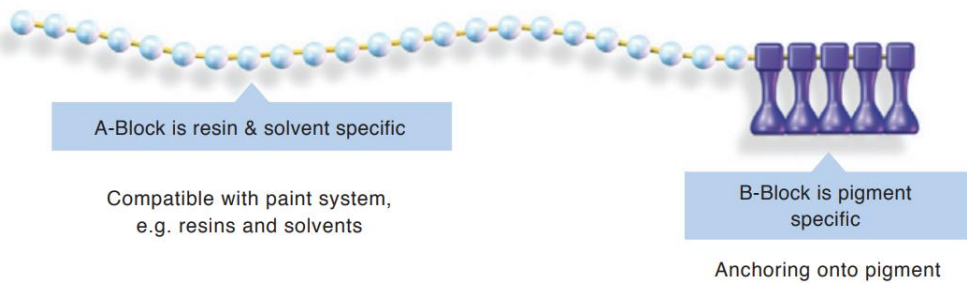
- **Dispersantes en bloques poliméricos basados en polimerización controlada por radicales libres (CFRP):**

La técnica CFRP permite obtener una arquitectura molecular muy definida para los agentes dispersantes, la inclusión de grupos de anclaje y la longitud de la cadena hidrofóbica son características que se pueden modificar durante la polimerización, esto permite que se mejoren propiedades como la estabilidad y la afinidad de pigmentos inorgánicos y orgánicos en la dispersión (Pirrung, 2002).

En este procedimiento se busca producir por medio de una polimerización secuencial monómeros de determinada especie química, típicamente, un bloque o cadena larga es producida y estabilizada primero, este bloque tiene que ser afín con el medio en el cual se van a dispersar los pigmentos, seguido de esto, los grupos de anclaje o segundo bloque, que molecularmente son grupos funcionales específicos, se hacen polimerizar con el primer bloque, obteniendo así una molécula de dispersante estable (BASF, s.f.). En la figura 3-2 se observa un esquema básico de la estructura de los dispersantes en bloques.

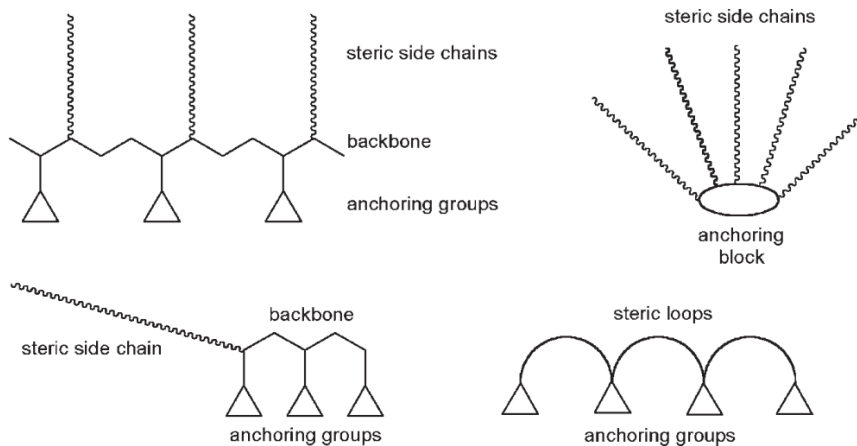
Como se mencionó anteriormente, al ser una técnica de polimerización controlada, permite obtener diferentes diseños moleculares que mejoran la eficiencia de la dispersión y mejoran la estabilidad de esta. En la figura 3-3 se puede encontrar distintos diseños moleculares que se han presentado en la industria.

Figura 3-2. Esquema básico de dispersante por bloques poliméricos.



Fuente: BASF s.f.

Figura 3-3. Esquema de diferentes diseños moleculares de dispersantes por bloques poliméricos.

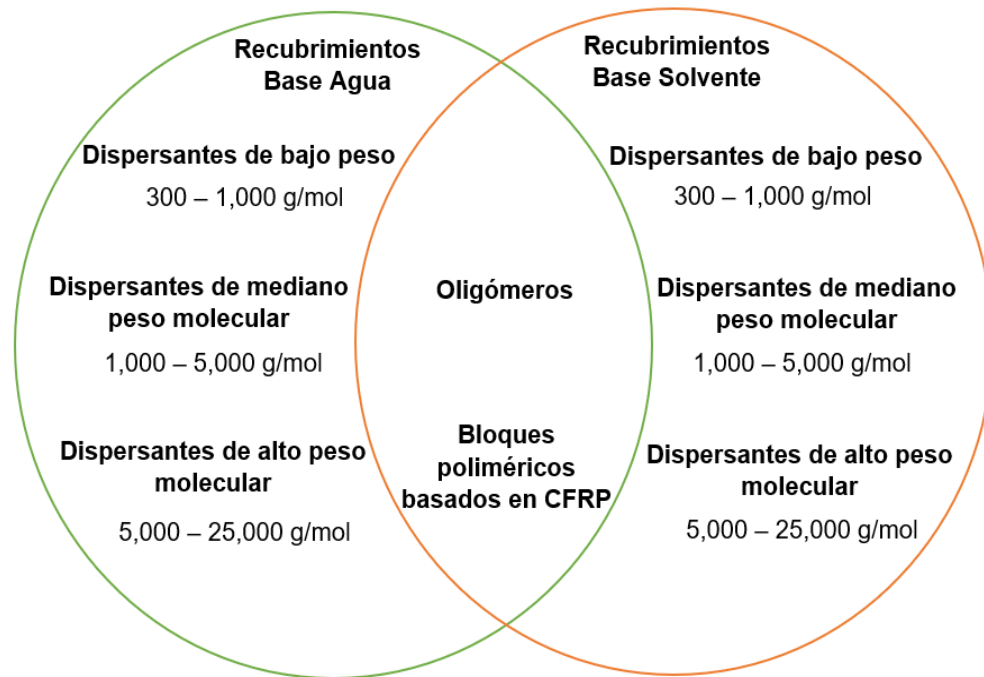


Fuente: (Pirung, 2002)

En la figura 3-4 se pueden observar las familias de agentes dispersantes utilizados para cada uno de los sistemas de recubrimientos. Se encuentra que tanto para sistemas base agua como para sistemas base solvente, hay similitudes en los dispersantes usados. Una de las características principales de este tipo de dispersantes es que a medida que aumenta el peso molecular, en el rango de 5,000 a 25,000 g/mol, su desempeño va

aumentando, obteniendo una excelente estabilidad en la dispersión del pigmento. (Heilen, 2009).

Figura 3-4. Familias de agentes dispersantes clasificados por peso molecular.



Fuente: Propia

En la intersección de los dos círculos se ubicaron dos tipos de agentes dispersantes que tienen potencial para ser usados en sistemas base agua y sistemas base solvente (BASF, s.f.). Los oligómeros son dispersantes que han sido fabricados por policondensación y son estructuralmente modificados para obtener desempeños similares en ambos sistemas (Heilen, 2009). Se clasifican en la familia de dispersantes de mediano peso molecular. Por otro lado, se observa los dispersantes basados en polimerización por radicales libres controlada (CFRP), los cuales permiten obtener macromoléculas altamente ramificadas y modificadas por bloques de copolímeros, obteniendo más efectividad en la dispersión del pigmento y un buen desempeño en ambos sistemas (Gunawant y Jagtap, 2016).

PQUIM S.A.S. suministró muestras de cuatro dispersantes que están en la intersección de la figura 3-4. Dos de las muestras son dispersantes oligoméricos, a los cuales se les llamará Dispersante FA1 y Dispersante FA2. Los otros dos dispersantes son basados en

CFRP y serán llamados Dispersante PX1 y Dispersante PX2. A estos agentes dispersantes se les realizó una caracterización por FTIR para identificar los grupos funcionales y construir la hipótesis sobre la funcionalidad como factor de desempeño universal para este grupo de concentrados pigmentarios.

3.2 Caracterización por FTIR

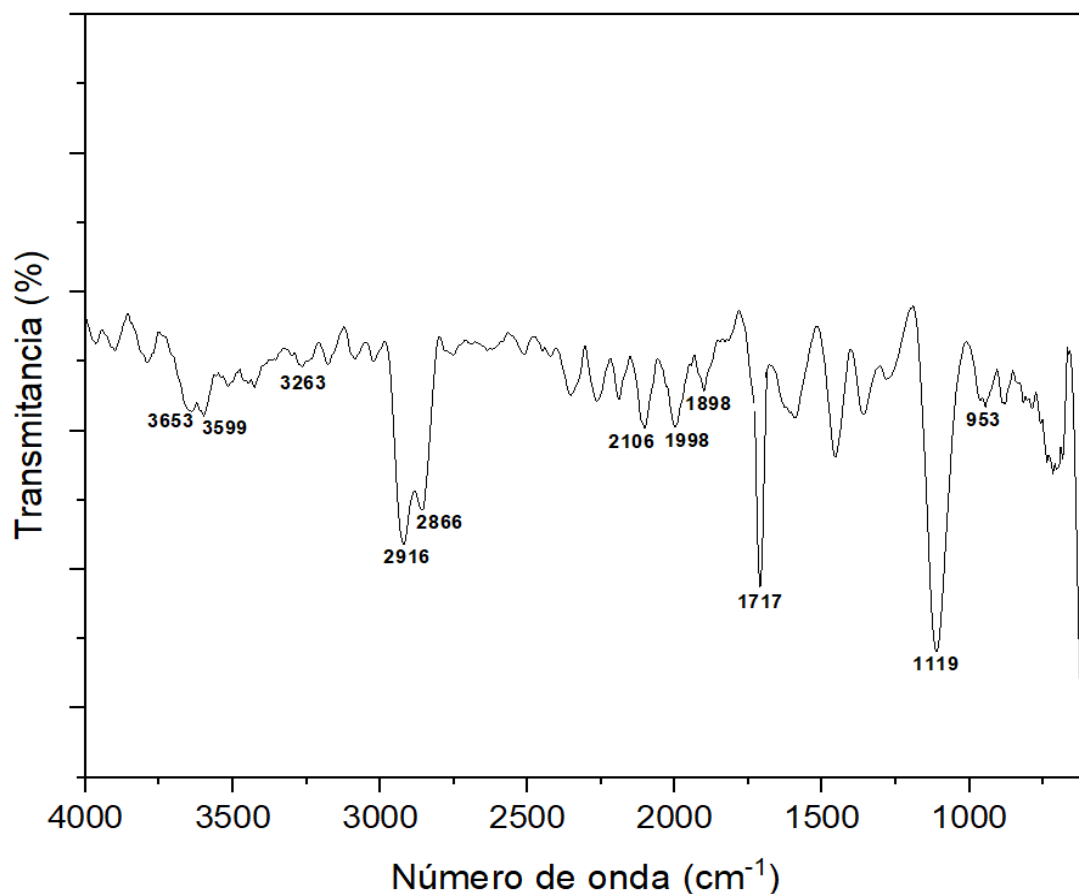
Como menciona Pirrung (2002) para pigmentos no polares es importante que el dispersante contenga ciertos grupos funcionales que permitan anclarse mejor en la superficie del pigmento. Además, Gunawant (2016) afirma que a medida que el agente dispersante tenga un mayor peso molecular y tenga modificaciones en sus estructuras con grupos fosfato o amino, representará una mayor estabilidad en la dispersión del pigmento. Adicionalmente, es importante considerar la compatibilidad del dispersante con las resinas de los sistemas base solvente alquídico y base acuosa (Mckeen, 2013). Por lo tanto, el dispersante también debe tener grupos afines a resinas alquídicas, vinílicas y acrílicas para que cumpla con sus propiedades de universalidad (AFCONA, 2005).

Los espectros FTIR mostrados en la figura 3-5 y 3-6 muestran los picos de transmitancia característicos de los grupos funcionales presentes en los dispersantes FA1 y FA2, respectivamente. En el espectro de la figura 3-5 se puede observar los picos característicos de cadenas saturadas de enlaces $-CH_2-CH_2-$ en $2866 - 2916\text{ cm}^{-1}$. Se puede observar también el estiramiento del enlace N-H de las aminas primarias en $3599 - 3653\text{ cm}^{-1}$. Ocurre también un estiramiento del grupo amino secundario en 3263 cm^{-1} que se confirma con la flexión del enlace N-H en 952 cm^{-1} . Se observa el pico típico del estiramiento del grupo carbonilo C=O proveniente de los grupos ésteres en 1717 cm^{-1} . Se confirman los grupos ésteres por el estiramiento simétrico y asimétrico de los alquil ésteres del dispersante que se observa en 1119 cm^{-1} . Es posible encontrar en $2106 - 1898\text{ cm}^{-1}$ sustituciones aromáticas en las cadenas saturadas de los oligómeros.

En el espectro de la figura 3-6 se puede observar que hay un estiramiento del grupo O-H de los ácidos carboxílicos en $2854 - 2924\text{ cm}^{-1}$, esto se confirma con la torsión característica fuera del plano del grupo carboxilo en $902 - 998\text{ cm}^{-1}$ y en el estiramiento del carbonilo C=O en 1728 cm^{-1} .

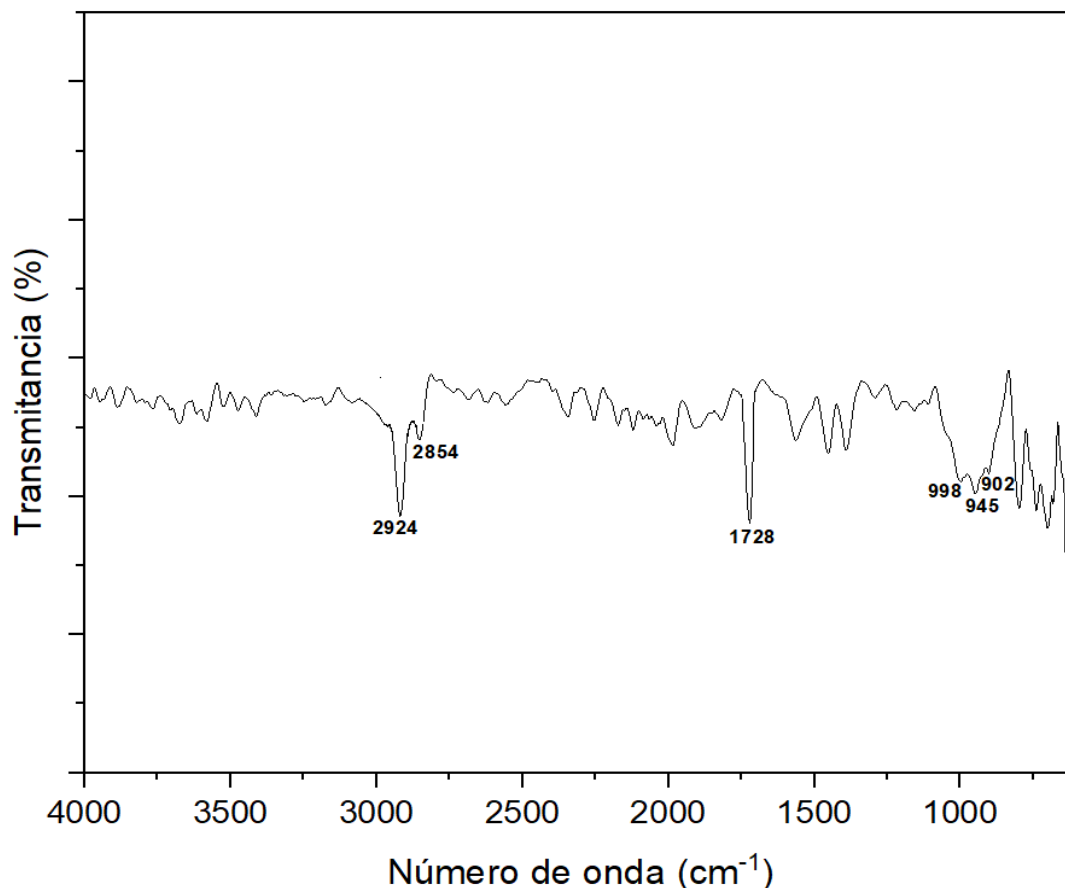
El Dispersante FA1 contiene grupos amino que funcionan como grupos de anclaje en la superficie del pigmento. Contiene grupos ésteres, por lo tanto, habría compatibilidad con la resina alquídica del sistema base solvente. Las inclusiones de los anillos aromáticos pueden atribuirse a mejorar la interacción con los pigmentos no polares, en especial el negro de humo que en su estructura se observan arreglos de anillos aromáticos (AFCONA, 2005). Estas modificaciones en la estructura de los oligómeros permiten una mejor interacción entre el pigmento y el medio en el cual se disperse. Para el Dispersante FA2 no se observan grupos amino ni ésteres, por lo que se puede decir que no sería un buen dispersante universal. Los grupos funcionales que sobresalen son grupos carboxilo, por lo tanto, se puede decir que es un dispersante basado en ácidos policarboxílicos.

Figura 3-5. Espectro FTIR para el dispersante FA1.



Fuente: Propia

Figura 3-6. Espectro FTIR para dispersante FA2.

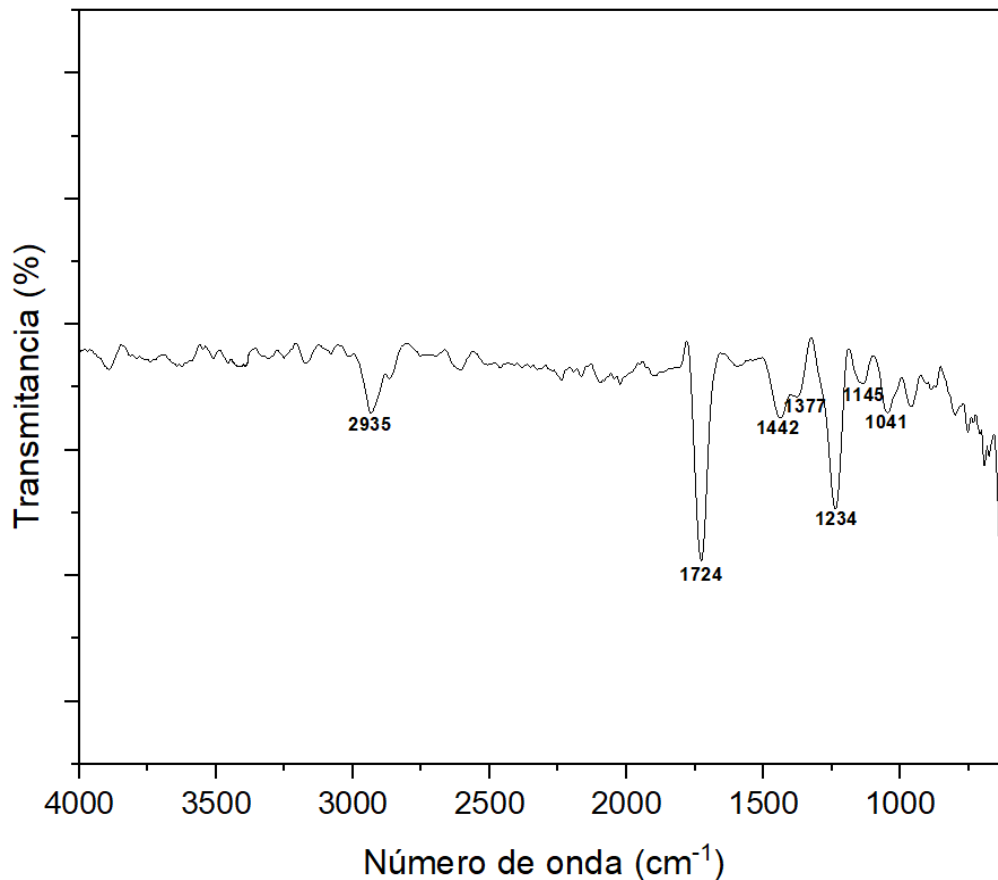


Fuente: Propia

Los espectros FTIR mostrados en la figura 3-7 y 3-8 representa los picos de transmitancia característicos de los grupos funcionales de los dispersantes PX1 y PX2. En el espectro de la figura 3-7 se puede observar el estiramiento del grupo carbonilo C=O en 1724 cm^{-1} , y se observa en 1377 y 1442 cm^{-1} una torsión y estiramiento del enlace carbono R-C=O y C-O característico del grupo uretano. Se confirma que está presente este grupo con el estiramiento del enlace N-H y C-N en 1234 cm^{-1} y vibraciones del enlace C-O-C en 1145 y 1041 cm^{-1} . Este espectro muestra que el dispersante oligomérico analizado se basa en la química del poliuretano. No se observan grupos ésteres ni aminos, por lo tanto, no podría ser usado como dispersante universal para los sistemas base agua y base solvente.

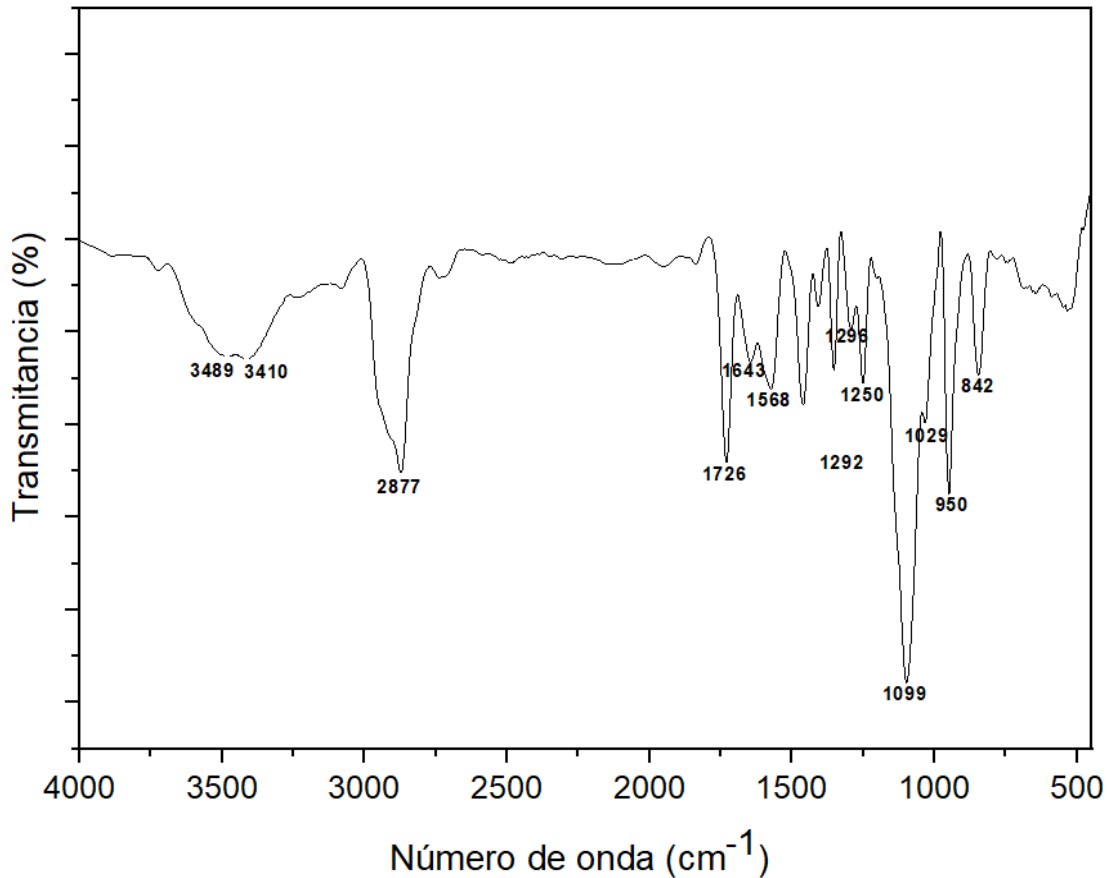
En el espectro de la figura 3-8 se puede observar un estiramiento simétrico y asimétrico de la amina primaria N-H en 3489 y 3410 cm^{-1} . Esto se confirma con la flexión en 1643 cm^{-1} . Se observa un pico característico de la vibración del enlace C-O-C en 1099 cm^{-1} , y picos característicos a DMAEA en las bandas 1029 cm^{-1} , 950 cm^{-1} y 842 cm^{-1} . En la banda 1726 cm^{-1} muestra la presencia del grupo carboxilo del acrilato. Este espectro muestra que el dispersante basado en CFRP tiene en su estructura DMAEA modificada con grupos aminos. Este tipo de dispersantes son conocidos como dispersantes por bloques de alto peso molecular (Auschra *et al.*, 2002) Se observa la inclusión de grupos amino, pero carece de grupos ésteres. Los dispersantes en bloque permiten ser usados en concentrados pigmentarios libres de resina (Auschra *et al.*, 2002), (Pirrung, 2002). Por lo tanto, es una propiedad que se busca en los concentrados universales en los que se basa este estudio, y se presenta como una atractiva alternativa para el uso que se requiere.

Figura 3-7. Espectro FTIR para dispersante PX1.



Fuente: Propia

Figura 3-8. Espectro FTIR para dispersante PX2.



Fuente: Propia

Los dispersantes que cumplen con lo planteado por Pirrung (2012), Gunawant y Jagtap (2016) son el Dispersante FA1, un dispersante oligomérico con grupos funcionales amino que sirven como grupos de anclaje en la superficie del pigmento, y con grupos esterés para la compatibilidad en resinas alquídicas. Y el Dispersante PX2, un dispersante de bloques poliméricos producido por CFRP que contiene grupos amino y por su tecnología podría adecuarse al uso buscado en este trabajo. Por lo tanto, para estos dispersantes se realizará el diseño de experimentos planteado.

4. Relación óptima de concentración de pigmento y dispersante

En este capítulo se mostrarán los resultados de la dispersión y molienda de los pigmentos negro de humo, azul ftalo 15-3 y verde ftalo 7 con los dispersantes seleccionados en el capítulo anterior. Se presentarán los resultados del análisis de varianza del diseño experimental propuesto, las gráficas de interacción y la optimización del diseño experimental, para obtener así la relación óptima de la concentración del dispersante y el pigmento analizado. Inicialmente, se presentará un análisis detallado de los criterios y consideraciones a tener en cuenta en la obtención de la relación óptima de pigmento y dispersante FA1. Consecuentemente, se presentarán los resultados de la relación óptima de pigmento y dispersante PX2 sin el nivel de detalle anteriormente mencionado.

4.1 Molienda de negro de humo con dispersante FA1

Como se mencionó en el capítulo 2, se realizaron dos réplicas con nueve ensayos cada uno para obtener los datos significativos para el diseño de experimentos. Las variables respuesta son la viscosidad, expresada en mPa.s, y el esfuerzo de color, expresada en porcentaje. Siguiendo la metodología descrita en el capítulo dos, se muestra en la tabla 4-1 los resultados de los concentrados pigmentarios del negro de humo.

Se observa en la tabla 4-1 que los valores de esfuerzo de color superan el 100%, esto es normal en el sistema colorimétrico, cuando supera este valor, se dice que el pigmento posee un esfuerzo de color o poder tintóreo superior al de la referencia. La referencia en este caso se supone como 100%, pues físicamente no hay cómo comparar este valor en un nuevo desarrollo. Las muestras se codificaron como PBk y el número del ensayo que van de 1 a 9. Como se realiza dos réplicas, estos valores se repiten al comienzo de la segunda réplica. Los datos presentados son llevados al software Minitab y se realiza su correspondiente análisis de varianza al diseño factorial 3²

Tabla 4-1. Datos experimentales del concentrado pigmentario negro.

Muestras	Viscosidad (mPa.s)	Esfuerzo Color (%)
PBk-3	2,947	90.63
PBk-2	2,652	85.25
PBk-1	4,037	90.62
PBk-6	6,208	91.44
PBk-5	7,485	93.59
PBk-4	9,580	93.97
PBk-9	7,886	95.25
PBk-8	8,251	98.85
PBk-7	11,002	99.96
PBk-3	2,970	90.51
PBk-2	2,652	85.24
PBk-1	4,117	90.82
PBk-6	6,210	91.5
PBk-5	7,501	93.5
PBk-4	9,510	94.27
PBk-9	7,890	95.35
PBk-8	8,240	98.64
PBk-7	11,000	100.13

4.2 Análisis de varianza para el concentrado pigmentario negro de humo

En la tabla 4-2 se observa la información acerca de los factores y niveles que se explicaron en el capítulo 2. En la tabla 4-3 se observa la regresión factorial realizada para la interacción de los factores A*B teniendo como respuesta la viscosidad. En este caso, para el diseño de experimentos se seleccionó un nivel de confianza del 95%.

Tabla 4-2. Información del factor para negro de humo.

Factor	Niveles	Valores
A	3	1; 2; 3
B	3	1; 2; 3

Se observa en la tabla 4-3 que el valor A es significativo, pues impacta directamente en la variable respuesta. Lo mismo ocurre con el valor B. Esto se evidencia en el Valor – p, pues se observa que el valor es menor al 5% de la significancia. Adicionalmente, con los

resultados obtenidos se puede decir que sí hay interacción entre los dos factores sobre la variable respuesta.

Se presenta también la ecuación de regresión del diseño experimental (4.1). Sobre la superficie representada en la ecuación que se realizó la optimización de los valores de interacción, con los criterios mencionados de maximizar el esfuerzo de color y minimizar la viscosidad. Esta ecuación presenta los efectos principales de los factores A1, A2, A3, B1, B2 y B3 y, adicionalmente, muestra los términos de interacción entre los factores A y B en sus diferentes niveles. La notación presente en la ecuación (4.1) permite expresar los modelos de diseño de experimentos. Esta notación es conveniente para representar los efectos principales y las interacciones de manera compacta y fácil de interpretar, es por esto que se indican los términos de interacción y los efectos principales de los factores (Montgomery, 2017)

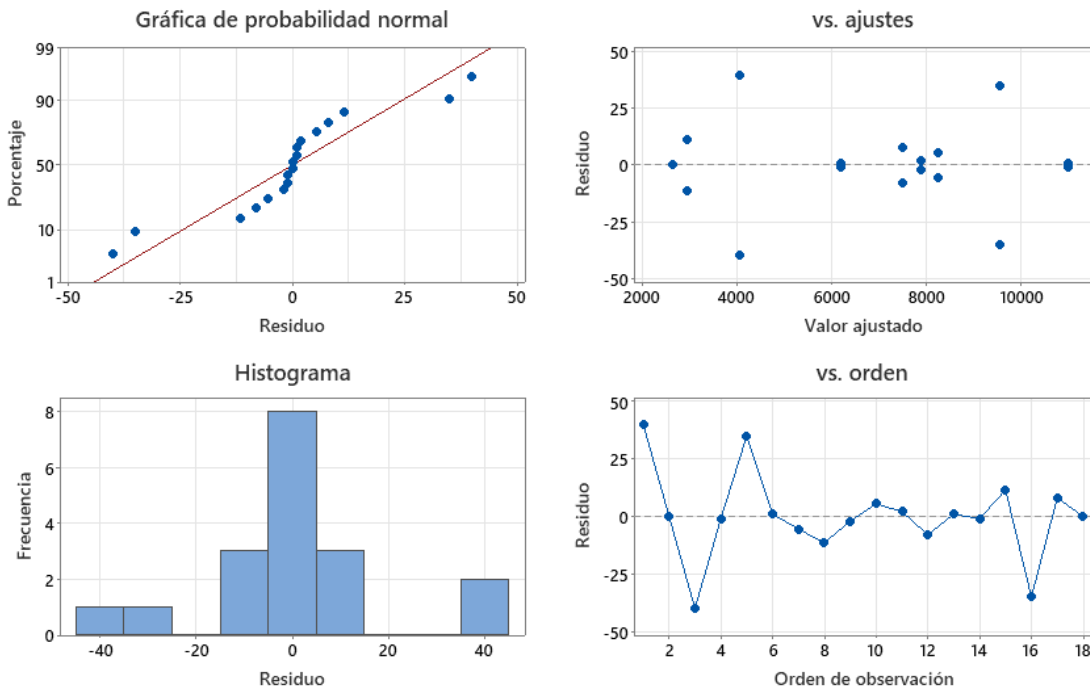
Adicionalmente, en la figura 4-1 se muestran las gráficas de residuo para la viscosidad. En la gráfica de probabilidad normal y el histograma refleja que se ajustan a la línea de regresión, por lo que se juzga que hay normalidad en los resultados. En la gráfica de los residuos versus valores ajustados se observa que no hay ningún patrón en los residuos, lo que quiere decir que se cumple con el supuesto de independencia. Por último, se observa el gráfico de residuales versus observaciones ordenadas de donde se refleja que no hay autocorrelación en los residuales. Por lo tanto, no hay problemas con el modelo planteado.

Tabla 4-3. Regresión factorial general: Viscosidad para el concentrado pigmentario negro.

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	8	137043593	17130449	25212,44	0,000
Lineal	4	133614187	33403547	49163,03	0,000
A	2	111860112	55930056	82317,34	0,000
B	2	21754075	10877038	16008,72	0,000
Interacciones de 2 términos	4	3429406	857351	1261,84	0,024
A*B	4	3429406	857351	1261,84	0,024
Error	9	6115	679		
Total	17	137049708			

$$\begin{aligned}
 \text{Viscosidad} = & 6674.33 - 3445.17 A_1 + 1074.67A_2 + 2370.50 A_3 \\
 & - 989.17 B_1 - 544.17B_2 + 1533.33B_3 + 718.5AB_{11} \\
 & + 33AB_{12} - 685.5AB_{13} - 550.8AB_{21} + 288.2AB_{22} \\
 & + 262.7AB_{23} - 167.7AB_{31} - 255.2AB_{32} + 422.8AB_{33}
 \end{aligned} \tag{4.1}$$

Figura 4-1. Gráficas de residuo para viscosidad del concentrado negro



A continuación, en la tabla 4-4 se observa la regresión factorial para el esfuerzo de color. Se observa que el valor A es significativo, pues impacta directamente en la variable respuesta. Lo mismo ocurre con el valor B. Nuevamente el Valor – P refleja que sí hay interacción entre los factores analizados sobre la variable respuesta.

Adicionalmente se presenta la ecuación de regresión del diseño experimental (4.2). Será sobre la superficie representada en la ecuación que se realizará la optimización de los valores de interacción. Esta ecuación presenta los efectos principales de los factores A1, A2, A3, B1, B2 y B3 y, adicionalmente, muestra los términos de interacción entre los factores A y B en sus diferentes niveles, para modelar el comportamiento de la variable respuesta “esfuerzo de color”.

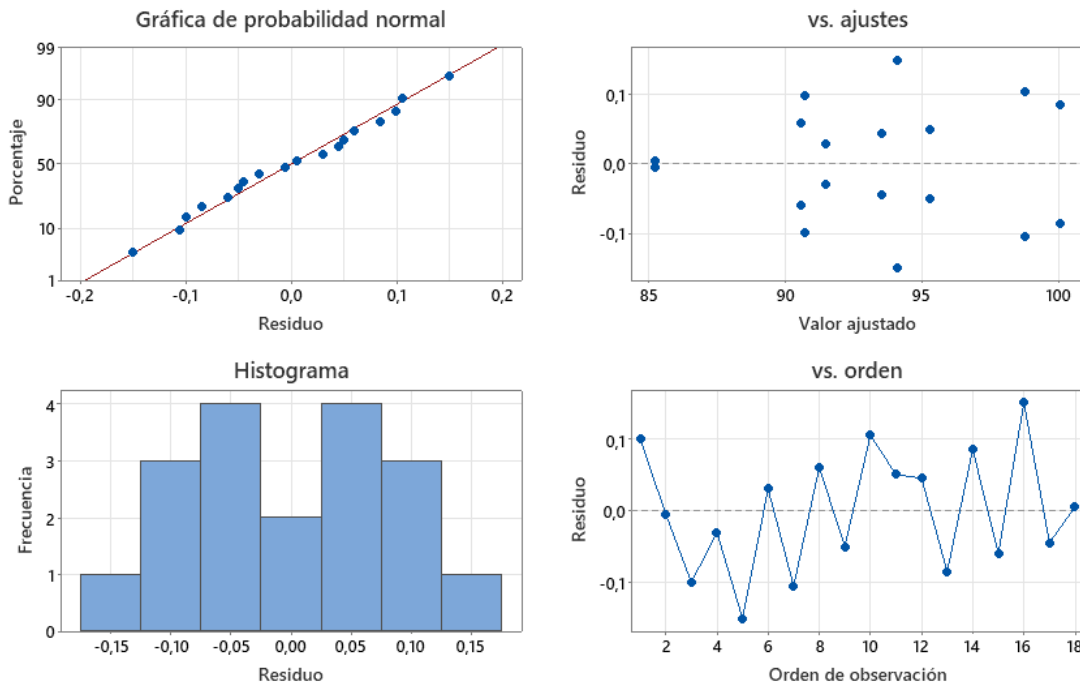
Tabla 4-4. Regresión factorial general: Esfuerzo de color para el concentrado pigmentario negro.

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	8	324,433	40,554	3051,73	0,000
Lineal	4	278,373	69,593	5236,95	0,000
A	2	253,709	126,854	9545,90	0,000
B	2	24,664	12,332	927,99	0,000
Interacciones de 2 términos	4	46,060	11,515	866,51	0,019
A*B	4	46,060	11,515	866,51	0,019
Error	9	0,120	0,013		
Total	17	324,552			

$$\begin{aligned}
 \text{Esf. de color} = & 93.3067 - 4.4617A_1 - 0.2617A_2 + 4.7233A_3 - 0.86B_1 \\
 & - 0.7950B_2 + 1.6550B_3 + 2.5850AB_{11} - 2.8050AB_{12} \\
 & + 0.22AB_{13} - 0.7150AB_{21} + 1.2950AB_{22} - 0.58AB_{23} \\
 & - 1.87AB_{31} + 1.51AB_{32} + 0.36AB_{33}
 \end{aligned} \tag{4.2}$$

Adicionalmente, se presentan en la figura 4-2 las gráficas de residuo para el esfuerzo de color. En la gráfica de probabilidad normal y el histograma se observa que se ajustan a la línea de regresión, por lo que se atribuye normalidad en los resultados. En la gráfica de los residuos versus valores ajustados se observa que no hay ningún patrón en los residuos, lo que quiere decir que se cumple con el supuesto de independencia. Por último, se observa el gráfico de residuales versus observaciones ordenadas y refleja que no hay autocorrelación en los residuales. Por lo tanto, no hay problemas con el modelo planteado.

Figura 4-2. Gráficas de residuo para esfuerzo de color del concentrado negro.



En la Figura 4-3, se presentan gráficos que ilustran los efectos principales de los factores A y B. Al analizar el gráfico de los efectos principales en relación con la viscosidad, se destaca un impacto positivo significativamente pronunciado del factor A en comparación con el factor B. Aunque el efecto del dispersante sobre la viscosidad es positivo, no alcanza el mismo nivel de significancia observado en el factor A; sin embargo, el pigmento exhibe un valor significativo en esta interacción.

En cuanto al esfuerzo de color, se evidencia una condición similar. En este caso, se observa que el impacto del pigmento (A) en el esfuerzo de color es más pronunciado que el del dispersante (B), reforzando la relevancia y significancia del pigmento en esta respuesta particular.

En la figura 4-4 se observa las gráficas de interacción de cada uno de los factores entre sí. Se evidencia que en la gráfica de interacción para la viscosidad ambos factores influyen directamente en el valor de la viscosidad, y que hay un mayor aumento cuando la cantidad de dispersante (B) toma el valor más alto. En el caso del gráfico para el esfuerzo de color, se observa que la variación más significativa es el porcentaje de pigmento (A) que se agrega en el concentrado. La influencia del dispersante (B) es que ayuda a desarrollar más

el color del pigmento en la pasta. El dispersante deja de tener participación cuando se agrega el más alto nivel, pues se evidencia que no hay mayor crecimiento del esfuerzo de color al adicionar más dispersante.

Figura 4-3. Gráficas de efectos principales para el concentrado pigmentario negro.

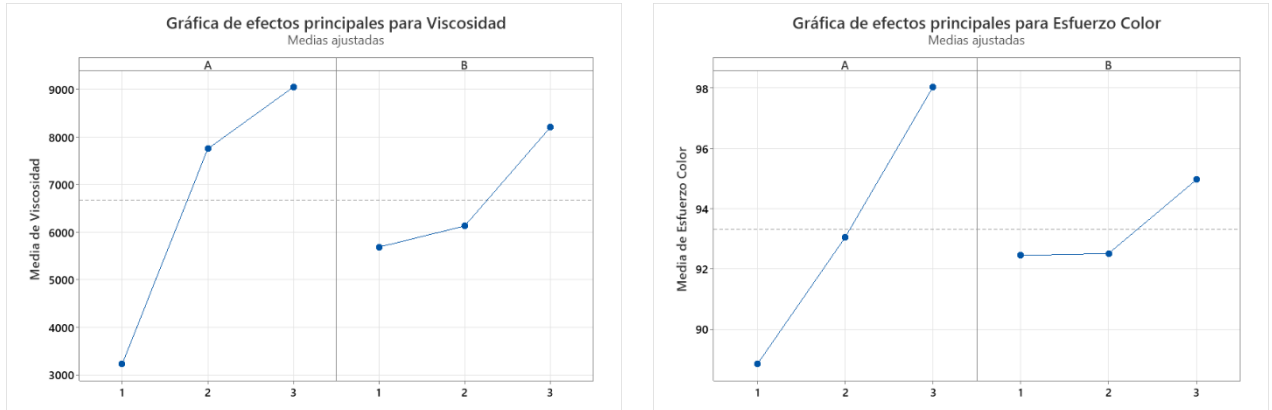
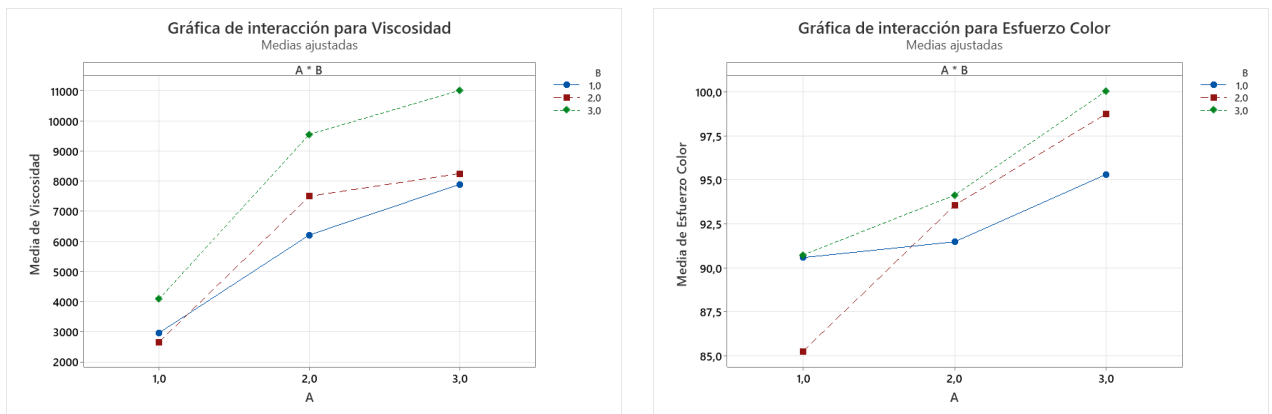


Figura 4-4. Gráficas de interacción para el concentrado pigmentario negro.



4.3 Relación óptima de dispersante y pigmento negro de humo

La optimización de un modelo de diseño de experimentos factorial 3^2 implica encontrar las mejores combinaciones de los factores que maximicen la variable de respuesta. Esto se puede lograr utilizando técnicas de análisis de varianza y de superficie de respuesta.

El primer paso en la optimización de un modelo de diseño de experimentos factorial 3^2 es realizar un análisis de varianza para determinar qué factores tienen efectos significativos

en la variable de respuesta y en qué medida. El análisis de varianza también puede ayudar a identificar interacciones entre los factores.

Una vez que se han identificado los factores significativos, se pueden utilizar técnicas de superficie de respuesta para encontrar las mejores combinaciones de los niveles de los factores. La superficie de respuesta es una representación gráfica de cómo la variable de respuesta cambia en función de los niveles de los factores. Matlab posee varias técnicas de optimización que permiten ayudar a encontrar aquellas mejores combinaciones en el modelo planteado. Para este caso, la relación óptima de concentración del dispersante y el pigmento negro de humo se muestra en la tabla 4-5.

Tabla 4-5. Relación óptima de concentración de pigmento y dispersante para el concentrado negro de humo.

Solución	Esfuerzo Color		Viscosidad	
	A	B		
1	1	1	90.57	2958.5

De acuerdo con la codificación descrita en la tabla 4-5, se tiene que las mejores combinaciones según los resultados experimentales es 45% de concentración del pigmento (A) y 10% de concentración del dispersante FA1 (B). En estas condiciones se encuentra el máximo valor del esfuerzo de color y el menor valor de viscosidad.

4.4 Molienda de azul ftalo 15:3 con dispersante FA1

En la tabla 4-6 se presentan los resultados del concentrado pigmentario azul ftalo 15:3. Las muestras se codificaron como PB y el número del ensayo que va de 1 a 9. Como se realiza dos réplicas, estos valores se repiten al comienzo de la segunda réplica. Los datos presentados son llevados al software Minitab y se realiza su correspondiente análisis de varianza al diseño factorial 3^2

Tabla 4-6. Datos experimentales del concentrado pigmentario azul ftalo 15:3

Muestras	Viscosidad (mPa.s)	Esfuerzo Color (%)
PB-3	1,107	87.42
PB-2	5,292	86.5
PB-1	6,980	86.84
PB-6	1,239	89.63
PB-5	3,134	90.14
PB-4	6,084	90.08
PB-9	9,892	93.01
PB-8	4,612	90.17
PB-7	8,694	91.93
PB-3	1,227	87.5
PB-2	5,292	86.32
PB-1	6,875	86.95
PB-6	1,292	89.73
PB-5	3,136	89.94
PB-4	6,073	90.38
PB-9	9,820	92.83
PB-8	4,637	89.96
PB-7	8,673	92.02

4.5 Análisis de varianza para el concentrado pigmentario azul ftalo 15:3

En la tabla 4-7 se observa la información acerca de los factores y niveles que se explicaron en el capítulo 2. En la tabla 4-8 se observa la regresión factorial realizada para la interacción de los factores A*B teniendo como respuesta la viscosidad. En este caso, para el diseño de experimentos se seleccionó un nivel de confianza del 95%.

Tabla 4-7. Información del factor para el azul ftalo 15:3.

Factor	Niveles	Valores
A	3	1; 2; 3
B	3	1; 2; 3

Se observa en la tabla 4-8 que tanto el valor de A como el de B es significativo, pues impacta directamente en la variable respuesta. Se nota que el Valor – p es menor a la

significancia, por lo tanto, se puede decir que sí hay interacción entre los dos factores sobre la variable respuesta.

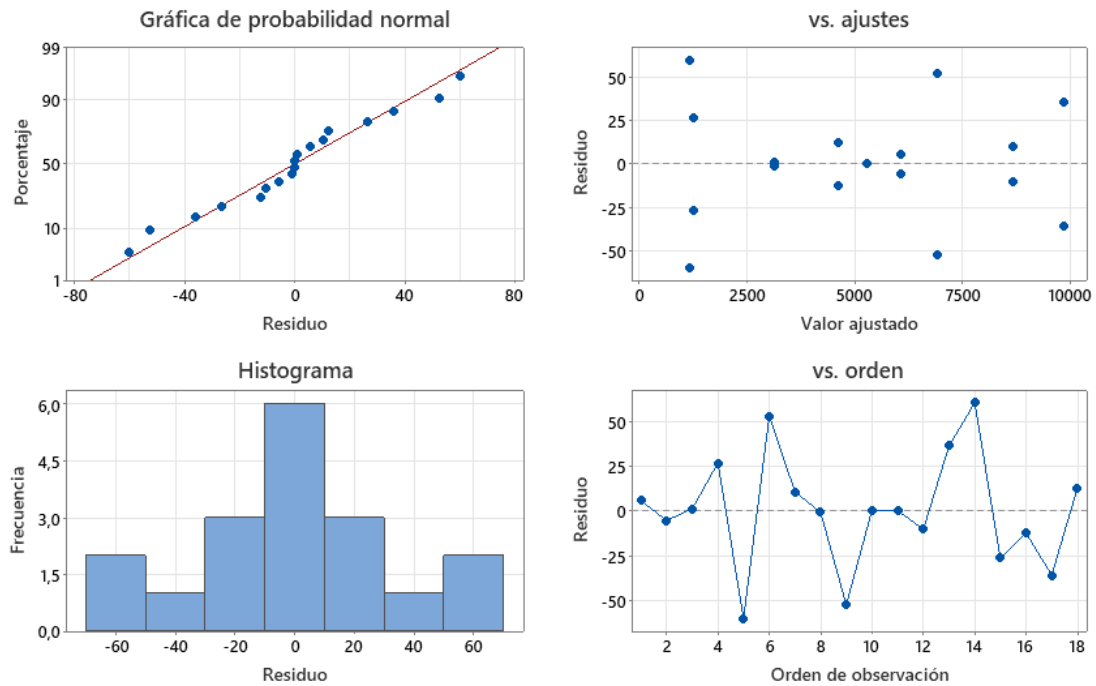
Se presenta también la ecuación de regresión del diseño experimental (4.3). Será sobre la superficie representada en la ecuación que se realizará la optimización de los valores de interacción. Esta ecuación presenta los efectos principales de los factores A1, A2, A3, B1, B2 y B3 y, adicionalmente, muestra los términos de interacción entre los factores A y B en sus diferentes niveles para modelar la variable respuesta "Viscosidad".

Adicionalmente, se presenta en la figura 4-3 que son las gráficas de residuo para la viscosidad. En la gráfica de probabilidad normal y el histograma refleja que se ajustan a la línea de regresión, por lo que hay normalidad en los resultados. En la gráfica de los residuos versus valores ajustados se observa que no hay ningún patrón en los residuos, lo que quiere decir que se cumple con el supuesto de independencia. Por último, se observa el gráfico de residuales versus observaciones ordenadas y refleja que no hay autocorrelación en los residuales. Por lo tanto, no hay problemas con el modelo planteado.

Tabla 4-8. Regresión factorial general: Viscosidad para el concentrado pigmentario azul ftalo 15:3

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	8	147825086	18478136	9610,40	0,000
Lineal	4	95230734	23807683	12382,28	0,000
A	2	58880508	29440254	15311,76	0,000
B	2	36350225	18175113	9452,80	0,000
Interacciones de 2 términos	4	52594352	13148588	6838,53	0,016
A*B	4	52594352	13148588	6838,53	0,016
Error	9	17304	1923		
Total	17	147842390			

$$\begin{aligned}
 \text{Viscosidad} = & 5225.5 - 763.3A_1 - 1732.5A_2 + 2495.8A_3 \\
 & - 1129.3B_1 - 875.0B_2 + 2004.3B_3 - 2165.8AB_{11} \\
 & + 1704.8AB_{12} + 461.0AB_{13} - 1098.2AB_{21} \\
 & + 517.0AB_{22} + 581.2 AB_{23} + 3264.0AB_{31} \\
 & - 2221.8AB_{32} - 1042.2AB_{33}
 \end{aligned} \tag{4.3}$$

Figura 4-5. Gráficas de residuo para viscosidad del concentrado azul 15:3

A continuación, en la tabla 4-9 se observa la regresión factorial para el esfuerzo de color. Se observa que el valor A es significativo, pues impacta directamente en la variable respuesta. Lo mismo ocurre con el valor B. Nuevamente el Valor – p refleja que sí hay interacción entre los factores analizados sobre la variable respuesta.

Adicionalmente se presenta la ecuación de regresión del diseño experimental (4.4). Será sobre la superficie representada en la ecuación que se realizará la optimización de los valores de interacción.

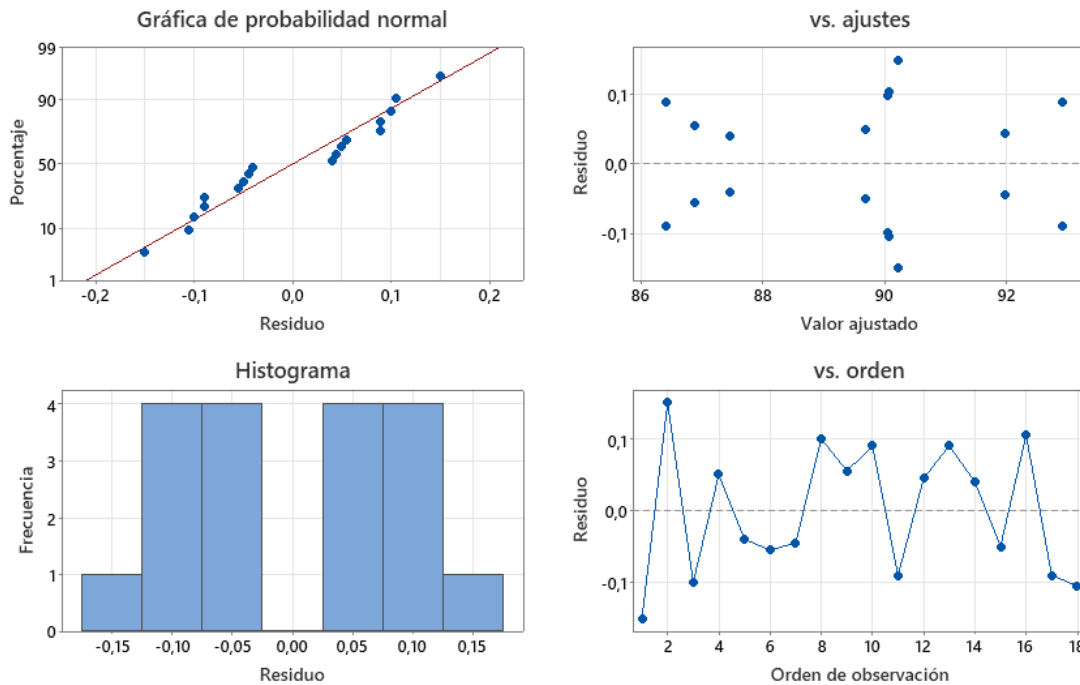
Tabla 4-9. Regresión factorial general: Esfuerzo de color para el concentrado pigmentario azul ftalo 15:3.

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	8	78,9809	9,8726	645,03	0,000
Lineal	4	73,5852	18,3963	1201,94	0,000
A	2	69,1027	34,5514	2257,44	0,000
B	2	4,4824	2,2412	146,43	0,000
Interacciones de 2 términos	4	5,3958	1,3489	88,13	0,010
A*B	4	5,3958	1,3489	88,13	0,010
Error	9	0,1378	0,0153		
Total	17	79,1187			

$$\begin{aligned}
 \text{Esf. de color} = & 89.5194 - 2.5978A_1 + 0.4639 A_2 + 2.1339A_3 \\
 & + 0.5006B_1 - 0.6811 B_2 + 0.1806 B_3 + 0.0378 AB_{11} \quad (4.4) \\
 & + 0.1694AB_{12} - 0.2072AB_{13} - 0.8039AB_{21} \\
 & + 0.7378AB_{22} + 0.0661AB_{23} + 0.7661AB_{31} \\
 & - 0.9072AB_{32} + 0.1411AB_{33}
 \end{aligned}$$

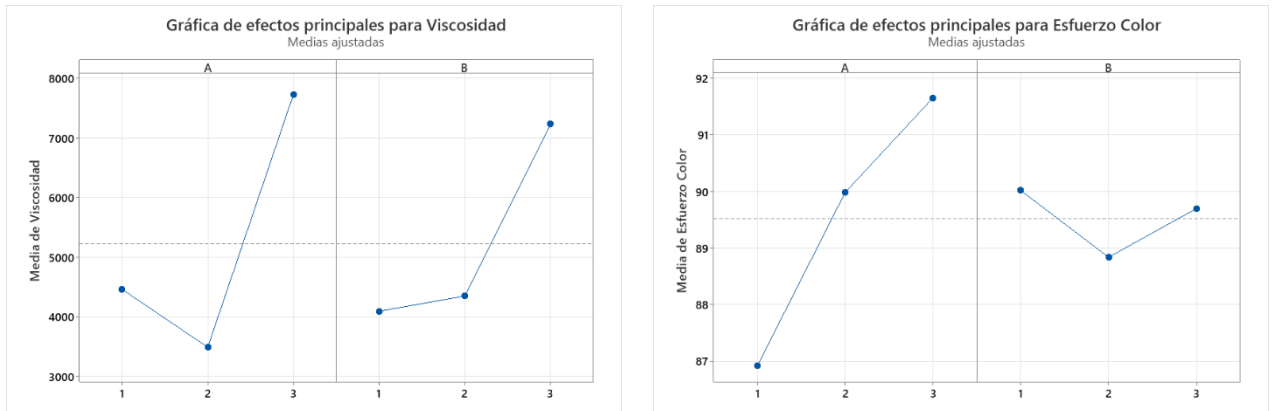
Se presenta en la figura 4-6 las gráficas de residuo para el esfuerzo de color. Se observa la normalidad de los resultados, y ya que no hay patrones en los residuos y se cumple el supuesto de independencia. Por lo tanto, no hay problemas con el modelo planteado.

Figura 4-6. Gráficas de residuo para esfuerzo de color del concentrado azul 15:3



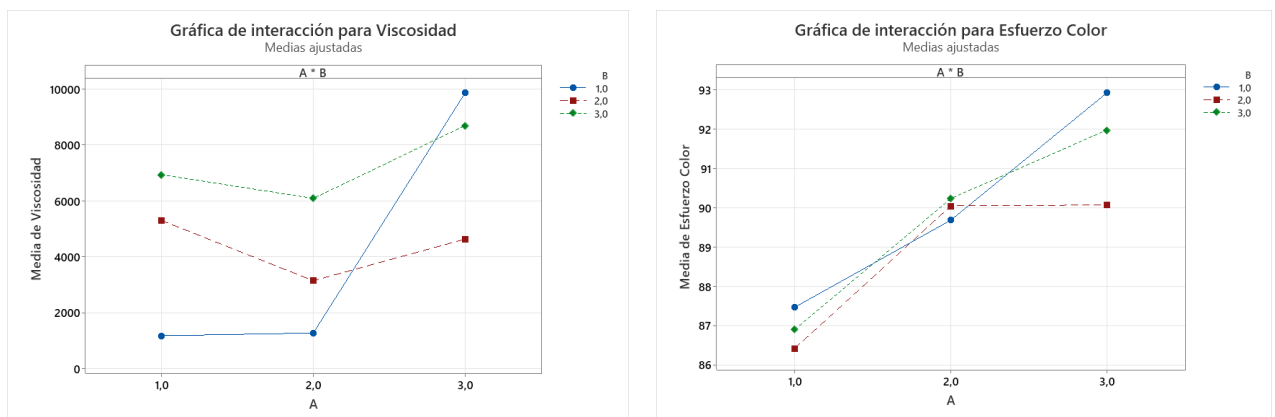
Se presenta en la figura 4-7 las gráficas de los efectos principales de los factores A y B. Para el gráfico de efectos principales para la viscosidad se observa que el factor A tiene en los dos primeros niveles un efecto negativo en la variable viscosidad, y en el último nivel presenta un efecto positivo muy significativo. Por otro lado, en el factor B tiene un efecto positivo. En el siguiente gráfico, que tiene como variable respuesta el esfuerzo de color, se observa para el factor A un efecto positivo significativo en el esfuerzo de color, sin embargo, para el factor B se observa inicialmente un efecto negativo, y en el último nivel un efecto positivo. Sin embargo, el aumento de dispersante sobre el sistema disminuye el esfuerzo de color.

Figura 4-7. Gráficas de efectos principales para el concentrado pigmentario azul 15:3



En la figura 4-8 se observa las gráficas de interacción de cada uno de los factores. Se evidencia que en la gráfica de interacción para la viscosidad ambos factores influyen directamente en el valor de esta propiedad. En el nivel 1 de dispersante (B) se evidencia que al aumentar el nivel del pigmento (A) hay un aumento considerable en la viscosidad. En las otras dos curvas el efecto de interacción no es tan pronunciado, por el contrario, tienden a disminuir en el nivel 2 el valor de la viscosidad. Cuando se revisa la gráfica de interacción para el esfuerzo de color, se ve que en el nivel 1 del dispersante (B) ofrece un mejor resultado el esfuerzo de color al concentrado pigmentario azul, obteniendo un esfuerzo máximo con el nivel 3 del pigmento (B), para los otros dos niveles, se observa una disminución en el esfuerzo de color.

Figura 4-8. Gráficas de interacción para el concentrado pigmentario azul 15:3



4.6 Relación óptima de dispersante y pigmento azul ftalo 15:3

Una vez que se han identificado los factores significativos, se pueden utilizar técnicas de superficie de respuesta para encontrar las mejores combinaciones de los niveles de los factores. La superficie de respuesta es una representación gráfica de cómo la variable de respuesta cambia en función de los niveles de los factores. Con los recursos de optimización de Matlab se identifican las mejores combinaciones en el modelo planteado. Para este caso, la relación óptima de concentración del dispersante y el pigmento azul ftalo 15:3 se muestra en la tabla 4-10.

Tabla 4-10. Relación óptima de concentración de pigmento y dispersante para el concentrado azul ftalo 15:3.

Solución	A	B	Esfuerzo Color	Viscosidad
			Ajuste	Ajuste
1	2	1	89.68	1265.5

Realizando la respectiva codificación, teniendo en cuenta la tabla 4-10, se tiene que las mejores combinaciones según los resultados experimentales es 48% de concentración del pigmento (A) y 10% de concentración del dispersante FA1 (B). En estas condiciones se encuentra el máximo valor del esfuerzo de color y el menor valor de viscosidad.

4.7 Molienda de verde ftalo 7 con dispersante FA1

En la tabla 4-11 se presentan los resultados de los concentrados pigmentarios del verde ftalo 7. Las muestras se codificaron como PG y el número del ensayo que va de 1 a 9. Como se realiza dos réplicas, estos valores se repiten al comienzo de la segunda réplica. Los datos presentados son llevados al software Minitab y se realiza su correspondiente análisis de varianza al diseño factorial 3^2

Tabla 4-11. Datos experimentales del concentrado verde ftalo 7.

Muestras	Viscosidad (mPa.s)	Esfuerzo Color (%)
PG-3	218	86.16
PG-2	710	85.92
PG-1	976	87.6
PG-6	809	88.94
PG-5	2,017	89.22
PG-4	3,282	89.87
PG-9	1,493	89.81
PG-8	4,093	89.86
PG-7	4,101	89.71
PG-3	278	86.46
PG-2	1,010	86.02
PG-1	1,176	87.39
PG-6	1,009	89.04
PG-5	2,000	89.12
PG-4	3,120	89.62
PG-9	1,593	90.01
PG-8	4,200	89.71
PG-7	4,010	89.86

4.8 Análisis de varianza para el concentrado pigmentario verde ftalo 7

En la tabla 4-12 se observan los factores y niveles a explorar. En la tabla 4-13 se observa la regresión factorial realizado para la interacción de los factores A*B teniendo como respuesta la viscosidad. En este caso el diseño de experimentos indica un nivel de confianza del 95%.

Tabla 4-12. Información del factor para el verde ftalo 7.

Factor	Niveles	Valores
A	3	1; 2; 3
B	3	1; 2; 3

Se observa en la tabla 4-13 que tanto el valor de A como el de B es significativo, pues impacta directamente en la variable respuesta. Se nota que el Valor – p es menor a la

significancia, por lo tanto, se puede confirmar que sí hay interacción entre los dos factores sobre la variable respuesta.

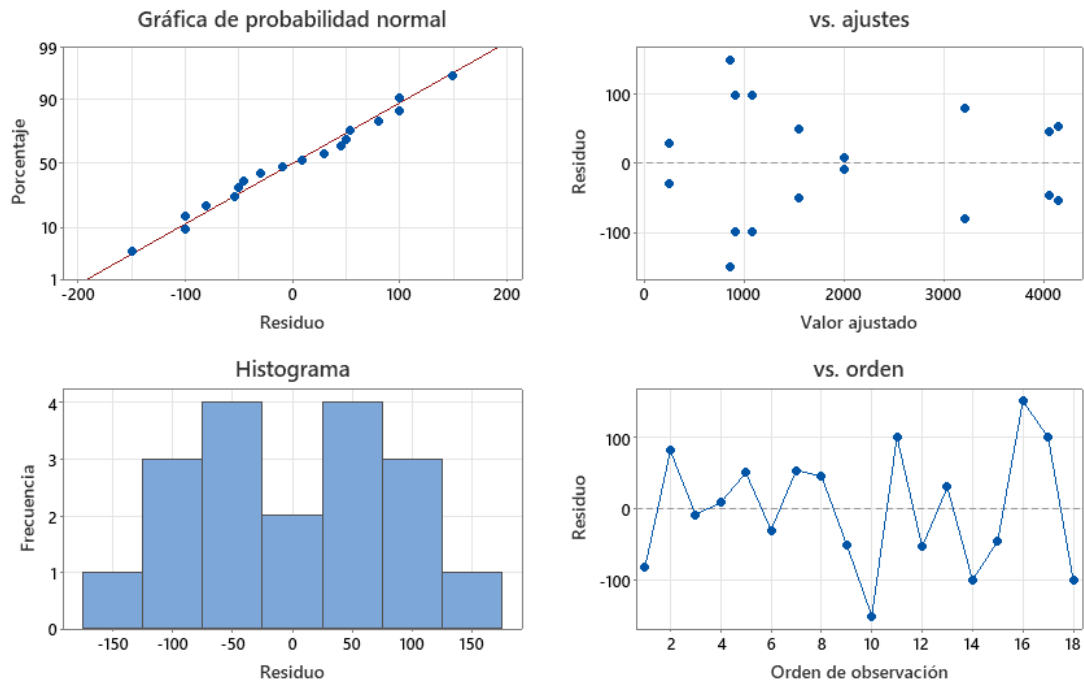
Se presenta también la ecuación de regresión del diseño experimental (4.5). Será sobre la superficie representada en la ecuación que se realizará la optimización de los valores de interacción. Esta ecuación presenta los efectos principales de los factores A1, A2, A3, B1, B2 y B3 y, adicionalmente, muestra los términos de interacción entre los factores A y B en sus diferentes niveles.

Adicionalmente, se presenta en la figura 4-9 las gráficas de residuo para la viscosidad. En la gráfica de probabilidad normal y el histograma refleja que se ajustan a la línea de regresión, por lo que hay normalidad en los resultados. En la gráfica de los residuos versus valores ajustados se observa que no hay ningún patrón en los residuos, se afirma que se cumple con el supuesto de independencia. Por último, se observa el gráfico de residuales versus observaciones ordenadas y refleja que no hay autocorrelación en los residuales. Por lo tanto, no hay problemas con el modelo planteado.

Tabla 4-13. Regresión factorial general: Viscosidad para el concentrado pigmentario verde

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	8	33793550	4224194	330,79	0,000
Lineal	4	30640134	7660033	599,84	0,000
A	2	19066781	9533390	746,54	0,000
B	2	11573353	5786676	453,14	0,000
Interacciones de 2 términos	4	3153417	788354	61,73	0,026
A*B	4	3153417	788354	61,73	0,026
Error	9	114932	12770		
Total	17	33908482			

$$\begin{aligned}
 \text{Viscosidad} = & 2005.3 - 1277.3A_1 + 34.2A_2 + 1243.1A_3 - 1105.3B_1 \\
 & + 333.1 B_2 + 772.2B_3 + 625.3AB_{11} - 201.1AB_{12} \\
 & - 424.2AB_{13} - 25.2AB_{21} - 364.1AB_{22} + 389.3AB_{23} \\
 & - 600.1AB_{31} + 565.1AB_{32} + 34.9AB_{33}
 \end{aligned} \tag{4.5}$$

Figura 4-9. Gráficas de residuo para viscosidad del concentrado verde

A continuación, en la tabla 4-14 se observa la regresión factorial para el esfuerzo de color. Se observa que el valor A es significativo, pues impacta directamente en la variable respuesta. Lo mismo ocurre con el valor B. Nuevamente el Valor – p refleja que sí hay interacción entre los factores analizados sobre la variable respuesta.

Adicionalmente, se presenta la ecuación de regresión del diseño experimental (4.6). Será sobre la superficie representada en la ecuación que se realizará la optimización de los valores de interacción.

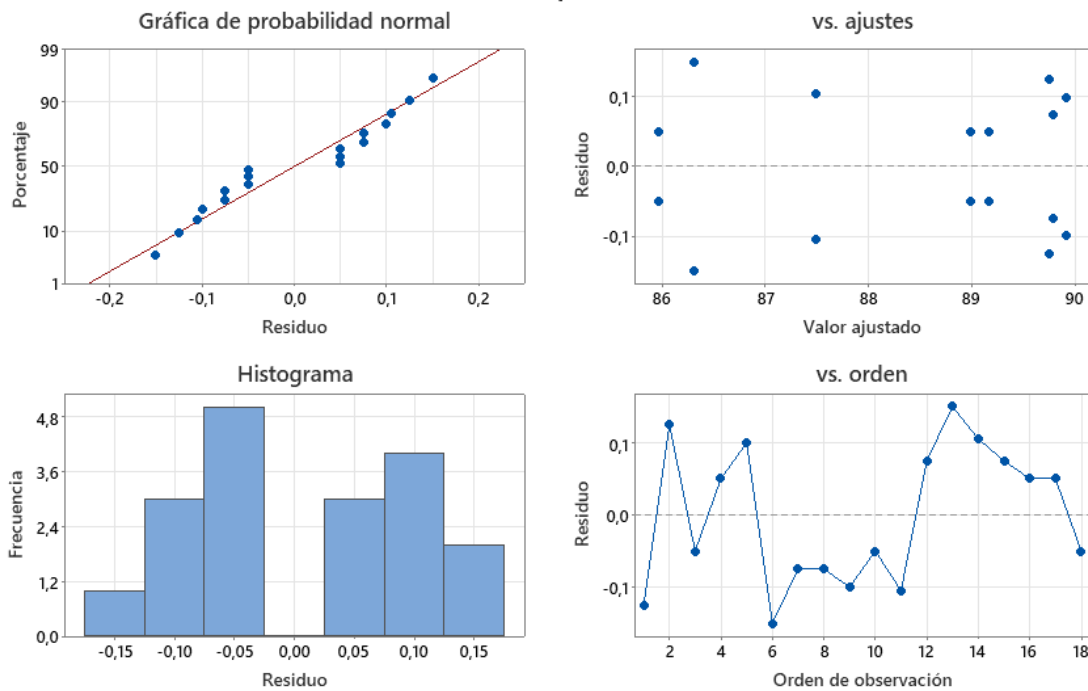
Se presenta, también, en la figura 4-10 las gráficas de residuo para el esfuerzo de color. Se observa la normalidad de los resultados, que no hay patrones en los residuos y se cumple el supuesto de independencia. Por lo tanto, no hay problemas con el modelo planteado.

Tabla 4-14. Regresión factorial general: Esfuerzo de color para el concentrado pigmentario verde

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	8	39,3764	4,9221	284,33	0,000
Lineal	4	37,9000	9,4750	547,34	0,000
A	2	36,1699	18,0849	1044,70	0,000
B	2	1,7301	0,8651	49,97	0,000
Interacciones de 2 términos	4	1,4764	0,3691	21,32	0,011
A*B	4	1,4764	0,3691	21,32	0,011
Error	9	0,1558	0,0173		
Total	17	39,5322			

$$\begin{aligned}
 \text{Esf. de color} = & 88.5733 - 1.9817A_1 + 0.7283A_2 + 1.2533A_3 \\
 & - 0.1700B_1 - 0.2650B_2 + 0.4350B_3 - 0.1117AB_{11} \\
 & - 0.3567AB_{12} + 0.4683AB_{13} - 0.1417AB_{21} \\
 & + 0.1333AB_{22} + 0.0083AB_{23} + 0.2533AB_{31} \\
 & + 0.2233AB_{32} - 0.4767AB_{33}
 \end{aligned} \tag{4.6}$$

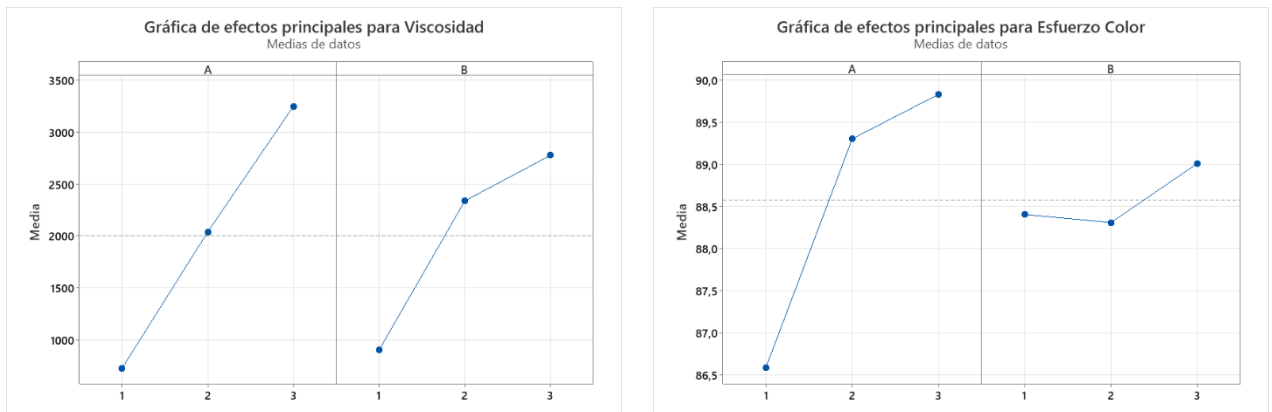
Figura 4-10. Gráficas de residuo para esfuerzo de color del concentrado verde.



A continuación, en la figura 4-11 se presenta las gráficas de efectos principales para la pasta verde. Se observa que para el de la variable viscosidad hay un efecto positivo con

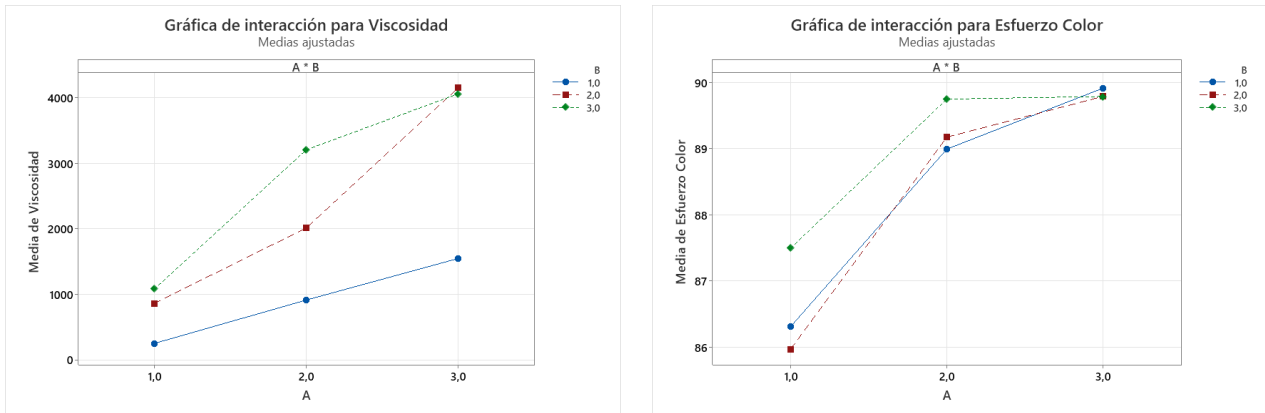
el factor de pigmento (A). Del mismo modo se observa un efecto positivo para el factor del dispersante (B), pero no es tan significativo como el factor A. Para la siguiente gráfica, que tiene como variable respuesta el esfuerzo de color, se observa un efecto positivo del factor A. Por otro lado, en el factor B se observa inicialmente un efecto negativo en los niveles 1 y 2, y se vuelve positivo en el nivel 3, es decir, que a niveles bajos de dispersante el esfuerzo de color se ve perjudicado.

Figura 4-11. Gráficas de efectos principales para el concentrado pigmentario verde 7



En la figura 4-12 se presentan las gráficas de interacción de los factores A y B. En primer lugar, para la variable de viscosidad se observa un aumento de viscosidad cuando se aumenta el factor del dispersante (B). Hay una tendencia lineal en el aumento del pigmento que hace que aumente la viscosidad del sistema. Por otro lado, en la variable del esfuerzo de color se observa que al aumento del factor B hay un aumento en el esfuerzo de color que se ve compensado, en forma positiva, con el aumento del dispersante. Se podría hablar de interacciones directamente proporcionales sobre la variable respuesta.

Figura 4-12. Gráficas de interacción para el concentrado pigmentario verde 7



4.9 Relación óptima de dispersante y pigmento verde ftalo 7

Una vez que se han identificado los factores significativos, se pueden utilizar técnicas de superficie de respuesta para encontrar las mejores combinaciones de los niveles de los factores. La superficie de respuesta es una representación gráfica de cómo la variable de respuesta cambia en función de los niveles de los factores. Matlab posee varias técnicas de optimización que permiten ayudar a encontrar aquellas mejores combinaciones en el modelo planteado. Para este caso, la relación óptima de concentración del dispersante y el pigmento verde ftalo 7 se muestra en la tabla 4-13.

Tabla 4-15. Relación óptima de concentración de pigmento y dispersante para el concentrado verde ftalo 7.

Solución	Esfuerzo Color		Viscosidad Ajuste
	A	B	
1	3	1	89.91

Realizando la respectiva codificación, teniendo en cuenta la tabla 4-15, se tiene que las mejores combinaciones según los resultados experimentales es 51% de concentración del pigmento (A) y 10% de concentración del dispersante FA1 (B). En estas condiciones se encuentra el máximo valor del esfuerzo de color y el menor valor de viscosidad.

4.10 Molienda de los pigmentos con el dispersante PX2

En las tablas A-1, A-2 y A-3 del anexo A, se presentan los resultados de la molienda de cada uno de los dispersantes que fueron codificados como PBk, PB y PG, según lo mencionado anteriormente. Para cada una de las moliendas de los pigmentos se realizaron dos replicas, obteniendo un total de 18 datos a analizar en el software Minitab.

4.11 Análisis de varianza para los concentrados pigmentarios

Se presenta en el anexo A las tablas de regresiones factoriales para los parámetros de viscosidad y esfuerzo de color para cada uno de los pigmentos evaluados con el dispersante PX2. Adicionalmente, en los anexos, se presentan las ecuaciones de regresión del diseño experimental planteado.

En los anexos se presentan las figuras de residuo, probabilidad normal e histogramas para cada uno de los pigmentos evaluados. Se evidencia ajuste de los datos presentados, por lo tanto, hay una normalidad en los datos experimentales. Las gráficas muestran que se cumplen con el supuesto de independencia. Por lo tanto, no hay problemas con el modelo planteado.

Dentro del anexo A, se presenta los gráficos de efectos principales de los factores. Se presentan también las descripciones y análisis de cada uno de los gráficos presentados para su interpretación en los gráficos de interacción también presentes en el anexo A.

4.12 Relación óptima de dispersante PX2 y pigmentos

Una vez que se han identificado los factores significativos, se pueden utilizar técnicas de superficie de respuesta para encontrar las mejores combinaciones de los niveles de los factores. La superficie de respuesta es una representación gráfica de cómo la variable de respuesta cambia en función de los niveles de los factores. Matlab posee varias técnicas de optimización que permiten ayudar a encontrar aquellas mejores combinaciones en el modelo planteado. A continuación, se presentan, en la tabla 4-16, la relación óptima del agente dispersante PX2 y los pigmentos evaluados:

Tabla 4-16. Relación óptima de concentración de pigmentos y dispersante PX2 para los concentrados pigmentarios.

Concentrado Pigmentario	A	B	Esfuerzo Color Ajuste	Viscosidad Ajuste
Negro de humo	2	2	91.745	4629.5
Azul Ftalo 15:3	1	1	93.04	3603
Verde Ftalo 7	3	1	89.91	1829

Realizando la respectiva codificación, teniendo en cuenta la tabla 4-16, se tiene que las mejores combinaciones según los resultados experimentales para el concentrado pigmentario negro de humo es 58% de concentración del pigmento (A) y 15% de concentración del dispersante PX2 (B). Para el concentrado azul ftalo 15:3 es 45% de concentración de pigmento (A) y 10% de concentración del dispersante PX2 (B). Por último, para el concentrado verde ftalo 7 es 51% de concentración del pigmento (A) y 10% de concentración del dispersante PX2 (B). En las condiciones presentadas se encuentran los máximos valores del esfuerzo de color y los menores valores de viscosidad para cada uno de los concentrados.

5. Compatibilidad y desempeño del agente dispersante

En el capítulo anterior se encontró las relaciones óptimas de concentración entre el pigmento y el agente dispersante. El objetivo de este capítulo es evaluar las relaciones óptimas de cada uno de los concentrados pigmentarios fabricados mediante métodos cuantitativos presentados en el capítulo 2. A partir de esto, los criterios y evaluaciones que se ven en este capítulo ofrecerán una manera técnica y lógica para la correcta selección del agente dispersante de uso universal.

5.1 Estabilidad acelerada

El ensayo se realiza de acuerdo con el procedimiento mencionado en la sección 2.5 del capítulo 2.

5.1.1 Variación de la viscosidad en el concentrado negro de humo con el uso del dispersante FA1

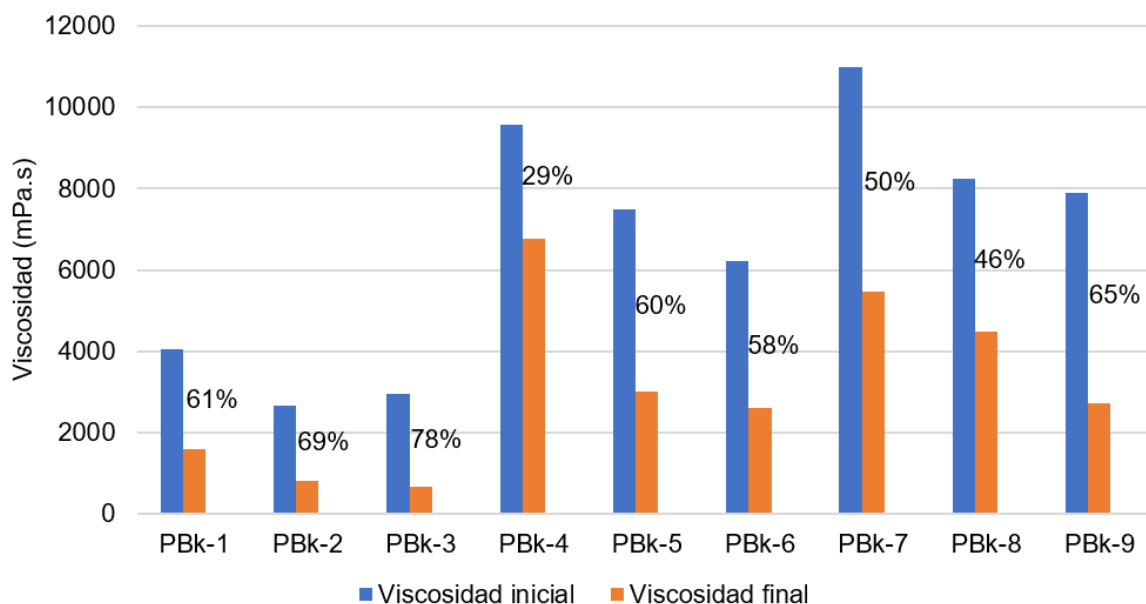
En la figura 5-1 se presentan los datos obtenidos de la viscosidad del concentrado pigmentario negro cuando las muestras se retiran del proceso de molienda y después de conservadas 7 días en el horno a 60°C.

Se puede observar que los porcentajes de variación en promedio son alrededor del 57%. De acuerdo con normas internas el porcentaje de variación no debe superar el 25% en la estabilidad al almacenamiento. Se evidencia que ningún ensayo realizado cumple con el valor de la norma. El ensayo PBk-4 tiene en promedio un valor del 29% que es lo más cercano. Sin embargo, la muestra de interés es el PBk-3, que corresponde a la relación de concentración óptima de pigmento y dispersante obtenida en el capítulo anterior, tiene un valor del 78%. La disminución de los valores de viscosidad puede deberse a la eliminación de microespuma presente en la muestra, pues al calentar el medio la liberación de aire

puede disminuir la microespuma de la muestra. Es necesario, para este caso hacer uso de un antiespumante mucho más eficiente en el proceso de fabricación del concentrado.

Ninguna de las muestras presenta una sedimentación tan significativa, es decir, que el sedimento es de fácil reincorporación a la mezcla. En el caso de la muestra de interés, PBk-3, no presentó sedimentación, la cual se midió agitando con una espátula la muestra de concentrado pigmentario. Una sedimentación fuerte o severa se nota cuando en el fondo del envase no se puede reincorporar el pigmento en la dispersión, y se habla de una sedimentación suave o ligera cuando el pigmento ubicado en el fondo es de fácil reincorporación. En este caso, no hubo sedimentación, y esto quiere decir que el concentrado posee una buena estabilidad al almacenamiento.

Figura 5-1. Variación de la viscosidad en el concentrado negro con dispersante FA1.

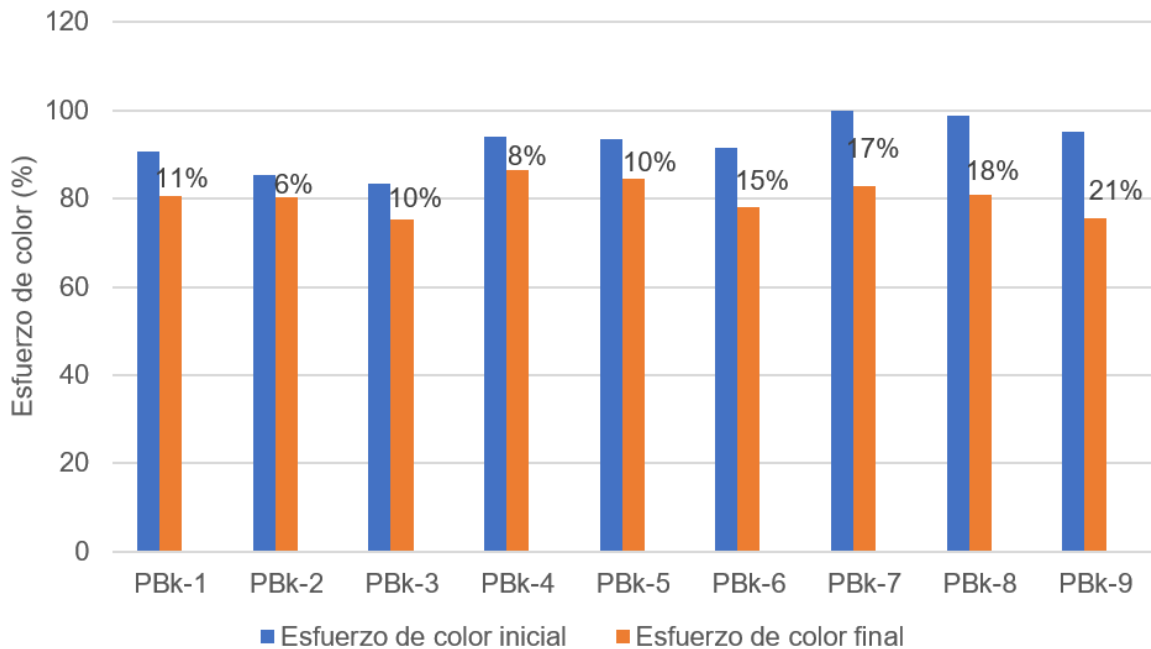


5.1.2 Variación del esfuerzo de color en el concentrado negro de humo con el uso del dispersante FA1

En la tabla figura 5-2 se muestra los valores iniciales de esfuerzo de color y los valores de esfuerzo de color después de la prueba de estabilidad acelerada. Se observa que en promedio la variación del esfuerzo de color después de 7 días es de 13%. Por norma interna, el valor del esfuerzo del color no debe ser superior al 10% después de realizado este ensayo. Se evidencia que hay varios ensayos que cumplen con esto, pero el de interés es el PBk-3, debido a que es el ensayo con la relación óptima determinada anteriormente.

Este ensayo tiene un 10% de variación promedio en el esfuerzo de color, por lo tanto, bajo la norma interna el ensayo cumple con el valor objetivo.

Figura 5-2. Variación del esfuerzo de color en el concentrado negro con dispersante FA1.

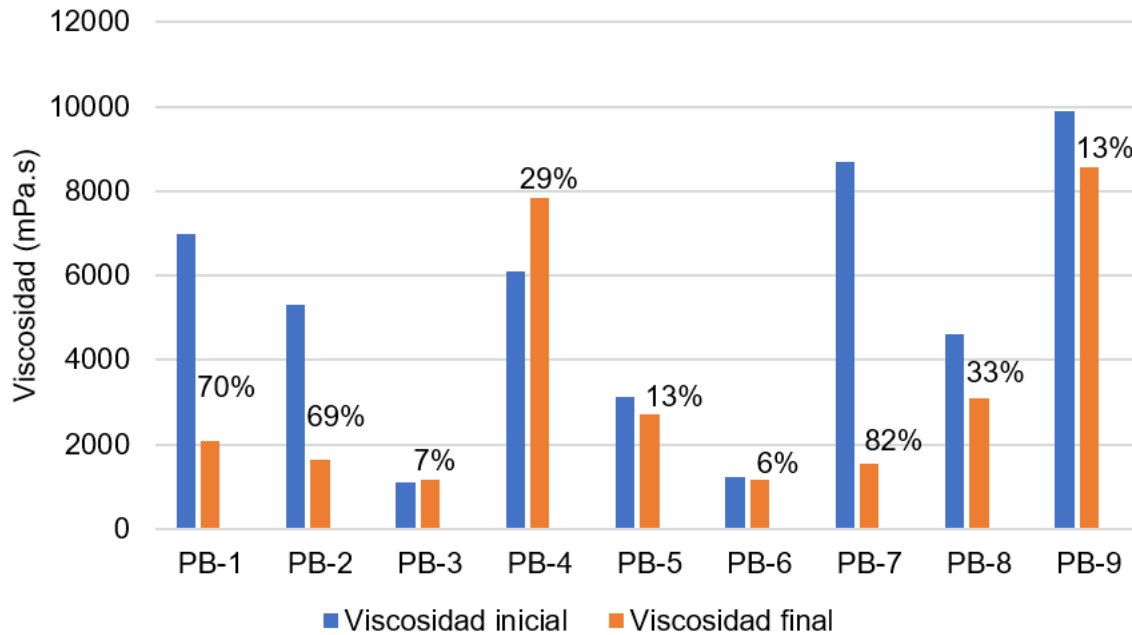


5.1.3 Variación de la viscosidad en el concentrado azul ftalo 15:3 con el uso del dispersante FA1

En la figura 5-3 se puede observar que los porcentajes de variación en promedio son alrededor del 36%. De acuerdo con normas internas el porcentaje de variación no debe superar el 25% en la estabilidad al almacenamiento. La muestra de interés es el PB-6, que corresponde a la relación de concentración óptima de pigmento y dispersante obtenida en el capítulo anterior. Este ensayo tiene un valor del 6% en la variación de la viscosidad.

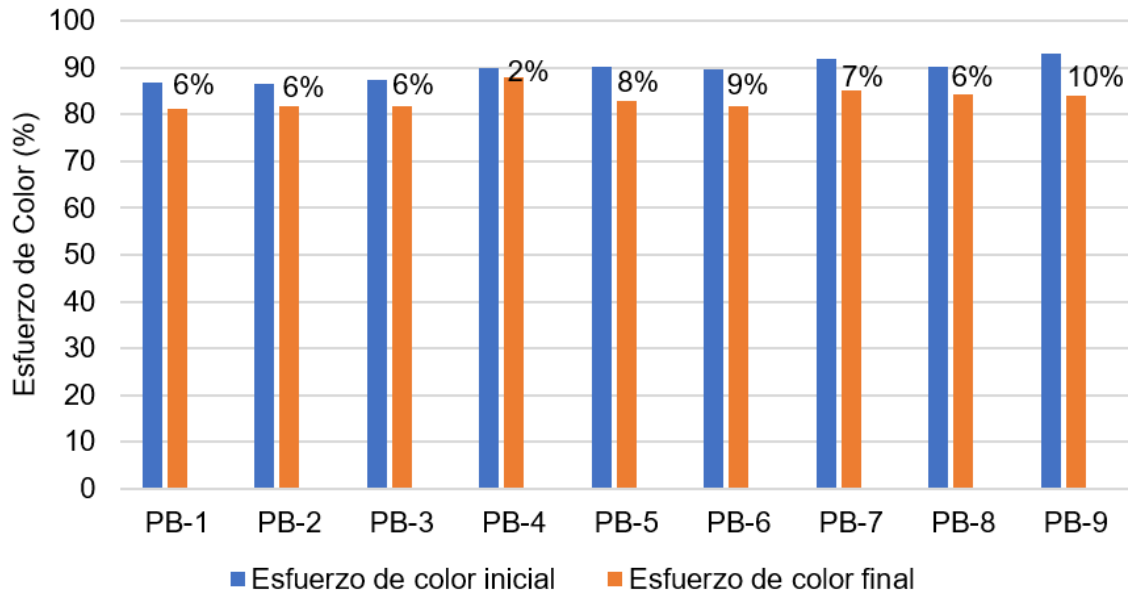
Ninguna de las muestras presenta una sedimentación significativa, es decir, que el sedimento es de fácil reincorporación a la mezcla. En el caso de la muestra de interés, PB-6, no presentó sedimentación. Por lo tanto, tiene una buena estabilidad al almacenamiento y una buena estabilidad en la dispersión, pues no se presenta cambios tan drásticos en la viscosidad del medio.

Figura 5-3. Variación de la viscosidad en el concentrado azul con dispersante FA1.



5.1.4 Variación del esfuerzo de color en el concentrado azul ftalo 15:3 con el uso del dispersante FA1

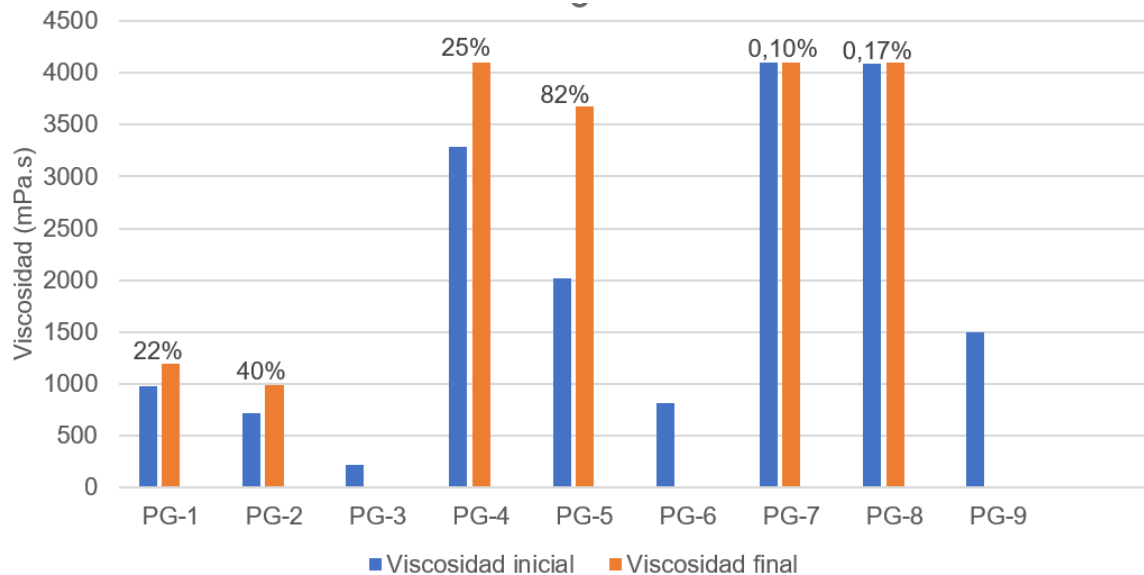
En la figura 5-4 se muestra la variación del esfuerzo de color del concentrado pigmentario azul. Se observa que en promedio la variación del esfuerzo de color después de 7 días es de 7%. Se evidencia que todos los ensayos cumplen con el requerimiento interno de no superar el 10% en la variación de color. El ensayo de interés, PB-6, tiene un 9% de variación en el esfuerzo de color. La figura muestra., además, una tendencia en la estabilidad del color de cada uno de los ensayos

Figura 5-4. Variación del esfuerzo de color en el concentrado azul con dispersante FA1.

5.1.5 Variación de la viscosidad en el concentrado verde ftalo 7 con el uso del dispersante FA1

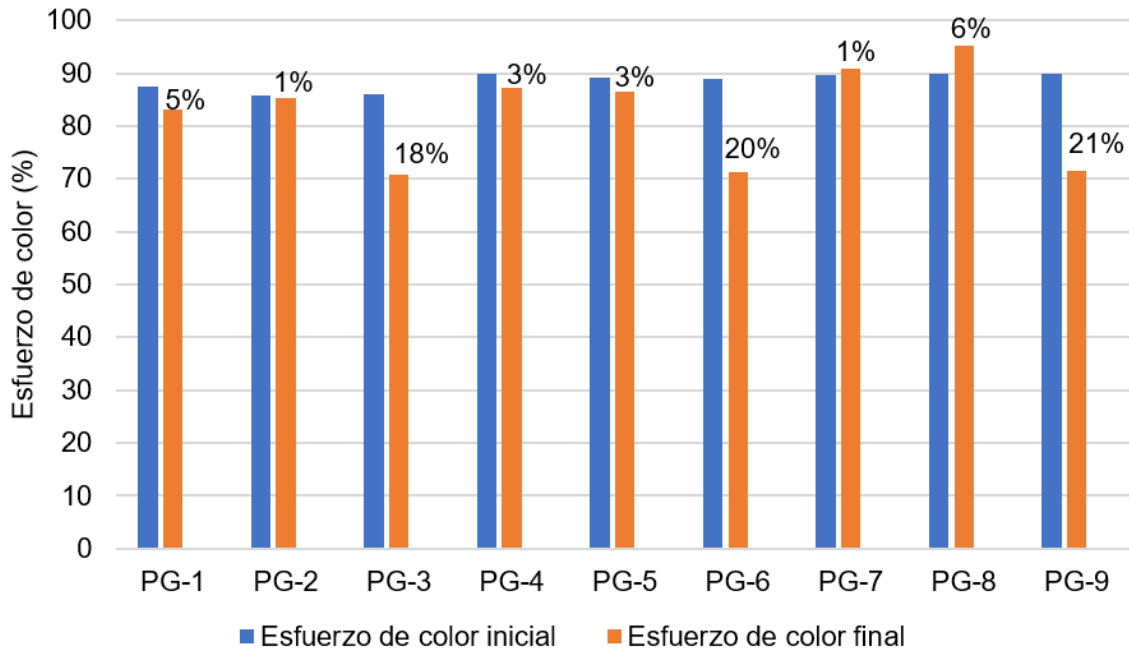
En la figura 5-5 se puede observar que los porcentajes de variación en promedio son alrededor del 28%. Sin embargo, se presenta que hay datos no medibles como consecuencia de una mala estabilidad del dispersante sobre el pigmento. Estos datos no medibles presentaron una reaglomeración del pigmento debido, tal vez, a insuficiencia de la concentración del agente dispersante para mantener estabilizada las partículas de pigmento. Esto se debe a que como se mencionaba anteriormente, este tipo de pigmento verde ftalo 7 tiende a sedimentarse y a reaglomerarse, por lo que es necesario de un dispersante y concentraciones efectivas del mismo para evitar esto. En la muestra de interés, PG-9, ensayo con la concentración óptima de pigmento y dispersante, se presenta una mala estabilidad al almacenamiento. Esto puede corregirse aumentando el valor del dispersante un 2.5% como norma básica en formulación de dispersantes.

Figura 5-5. Variación de la viscosidad del concentrado verde con dispersante FA1.



5.1.6 Variación del esfuerzo de color en el concentrado verde ftalo 7 con el uso del dispersante FA1

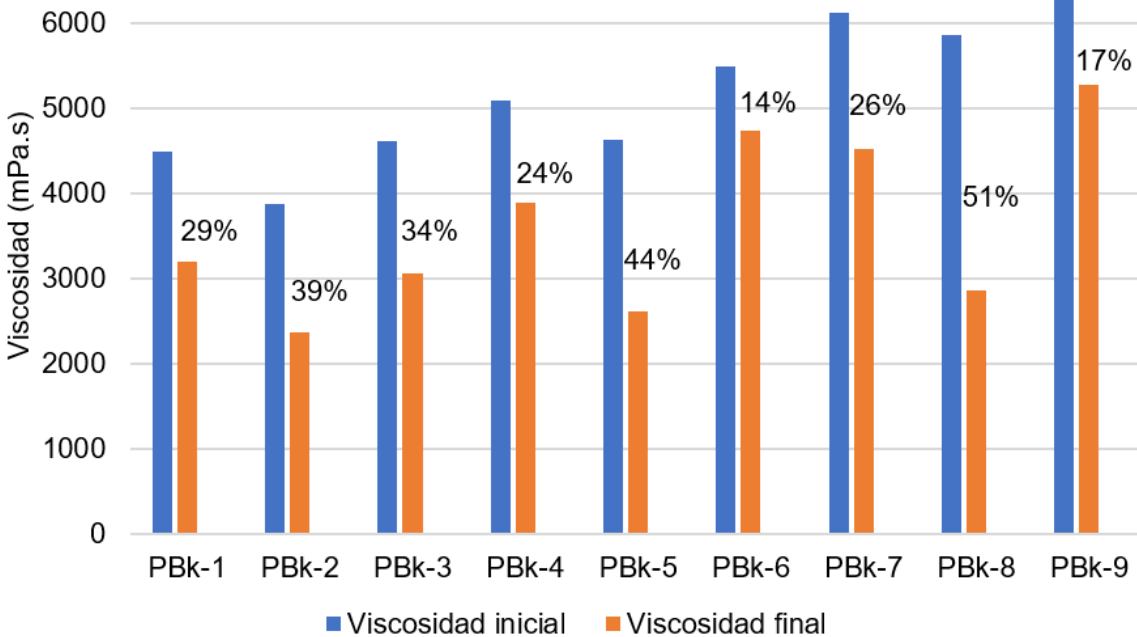
En la tabla 5-6 se observa que en promedio la variación del esfuerzo de color después de 7 días es del 9%. Se evidencia que los ensayos que no cumplen con el criterio son aquellos que tuvieron reaglomeración del pigmento. En este caso el ensayo de interés, PG-9, tiene un 20% de variación en el esfuerzo de color, por lo tanto, bajo la norma interna el ensayo no cumple con el valor objetivo. Debido a la reaglomeración del pigmento, la figura 5-6 muestra que no hay una tendencia en la estabilidad del esfuerzo de color

Figura 5-6. Variación del esfuerzo de color en el concentrado verde con dispersante FA1.

5.1.7 Variación de la viscosidad en el concentrado negro de humo con el uso del dispersante PX2

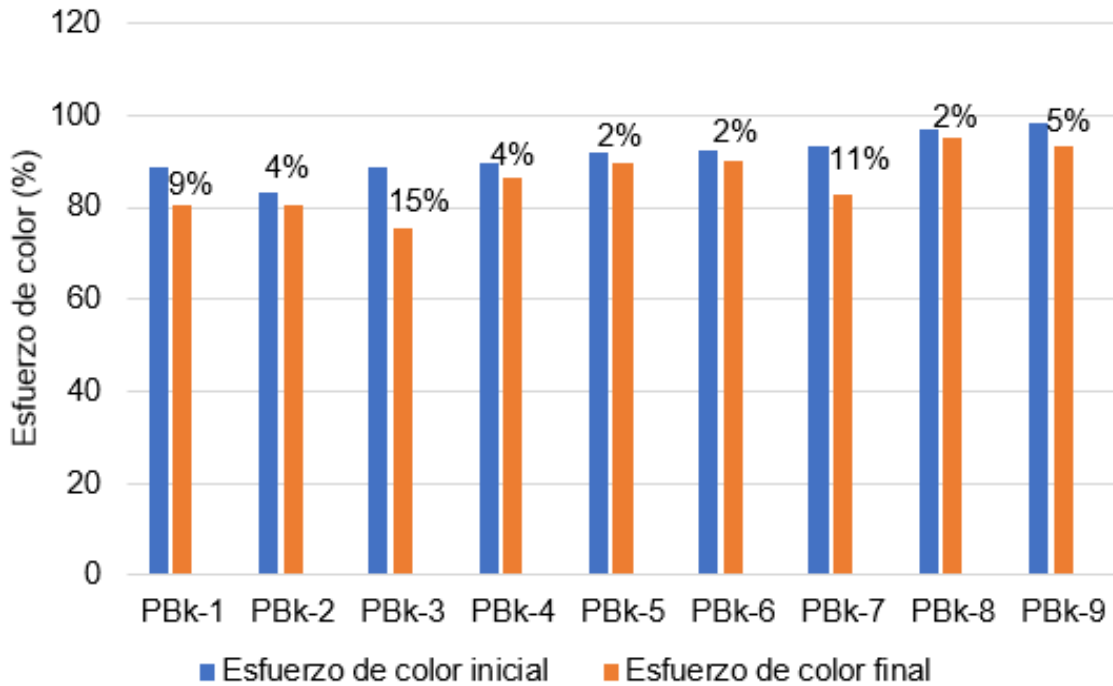
En la figura 5-7 se presentan los datos obtenidos de la viscosidad del concentrado pigmentario negro una vez terminado el proceso de molienda y después de la prueba de estabilidad. Se puede observar que los porcentajes de variación en promedio son alrededor del 31%. Se evidencia que hay pocos ensayos que cumple con el valor de la norma interna. La muestra de interés es el PBk-5, que corresponde a la relación de concentración óptima de pigmento y dispersante obtenida en el capítulo anterior, tiene un valor del 44% en la variación de la viscosidad. Por lo que no cumpliría con el criterio. Como se mencionó anteriormente, la disminución de viscosidad puede deberse a la eliminación de microespuma que se da en el momento del calentamiento en la prueba de estabilidad. Previamente puede eliminarse esta microespuma con ayuda de un antiespumante

Figura 5-7. Variación de la viscosidad del concentrado negro con dispersante PX2.



5.1.8 Variación del esfuerzo de color en el concentrado negro de humo con el uso del dispersante PX2

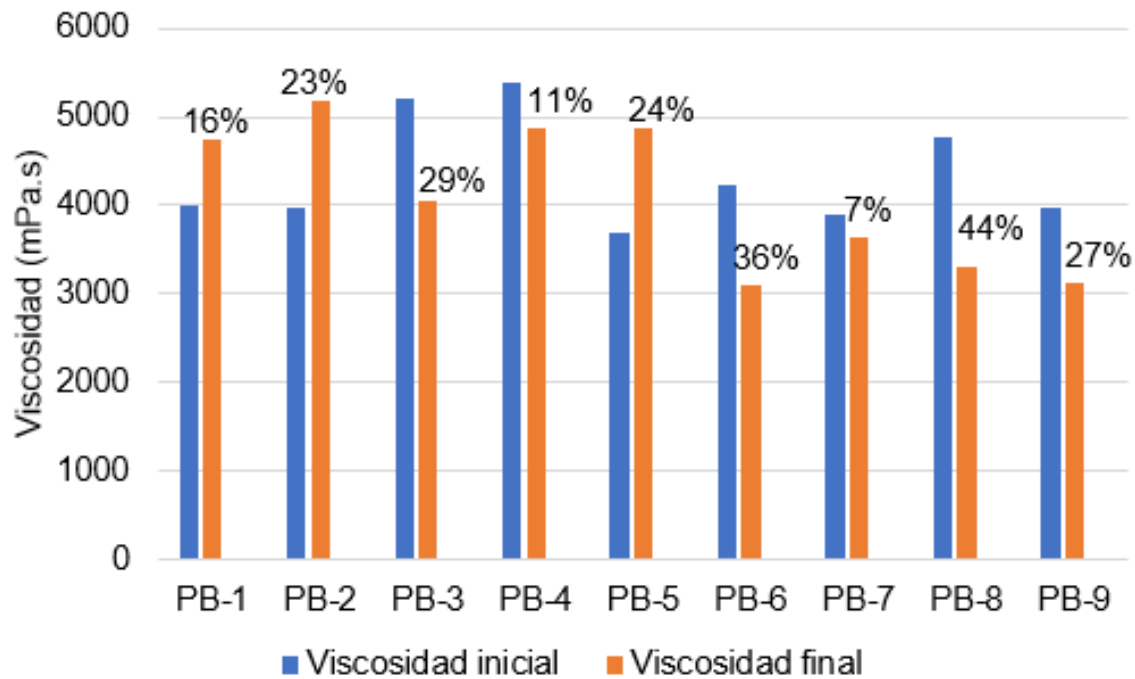
En la figura 5-8 se muestra los valores iniciales de esfuerzo de color y los valores de esfuerzo de color después de la prueba de estabilidad acelerada. Se observa que en promedio la variación del esfuerzo de color después de 7 días es de 6%. Por norma interna, el valor del esfuerzo del color no debe ser superior al 10% después de realizado este ensayo. Hay varios ensayos que cumplen con el criterio. En este caso el ensayo de interés, PBk-5, tiene un 2% de variación en el esfuerzo de color, por lo tanto, bajo la norma interna el ensayo cumple con el valor objetivo.

Figura 5-8. Variación de esfuerzo de color del concentrado negro con dispersante PX2.

5.1.9 Variación de la viscosidad en el concentrado azul ftalo 15:3 con el uso del dispersante PX2

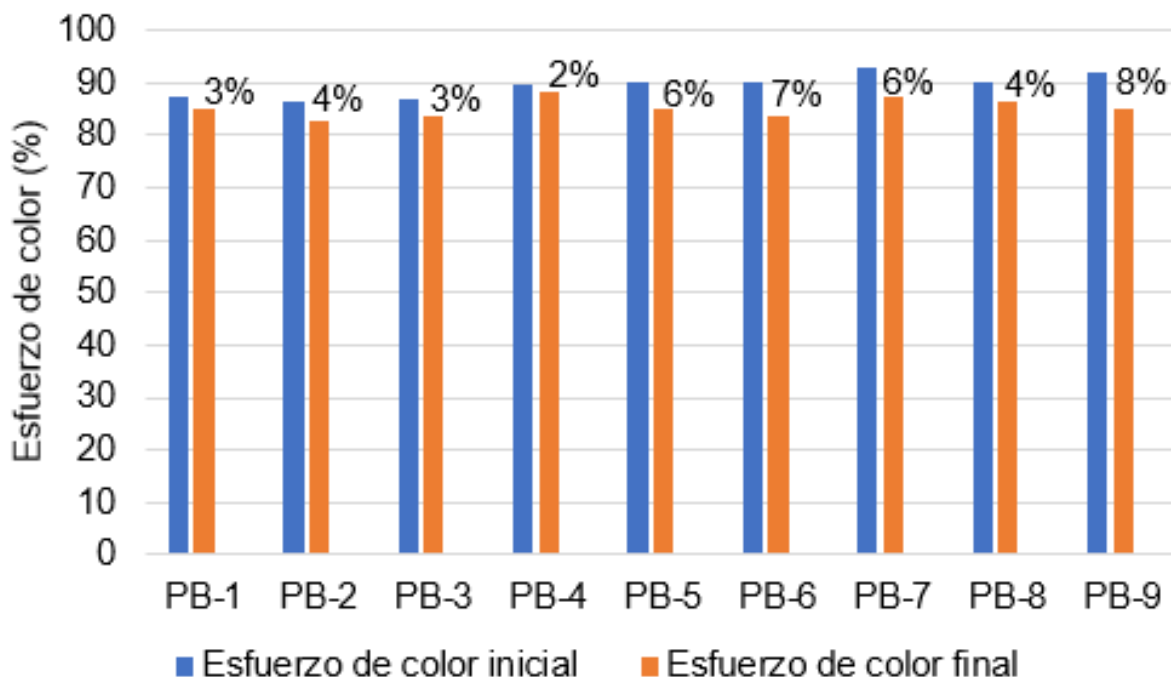
En la figura 5-9 se puede observar que los porcentajes de variación en promedio son alrededor del 25%. Se evidencia que hay pocos ensayos que cumple con el valor de la norma interma. Sin embargo, la muestra de interés es el PB-3, que corresponde a la relación de concentración óptima de pigmento y dispersante obtenida en el capítulo anterior, la cual tiene un valor del 22% en la variación de la viscosidad. Por lo que cumpliría con el criterio.

Figura 5-9. Variación de la viscosidad del concentrado azul con dispersante PX2.



5.1.10 Variación del esfuerzo de color en el concentrado azul ftalo 15:3 con el uso del dispersante PX2

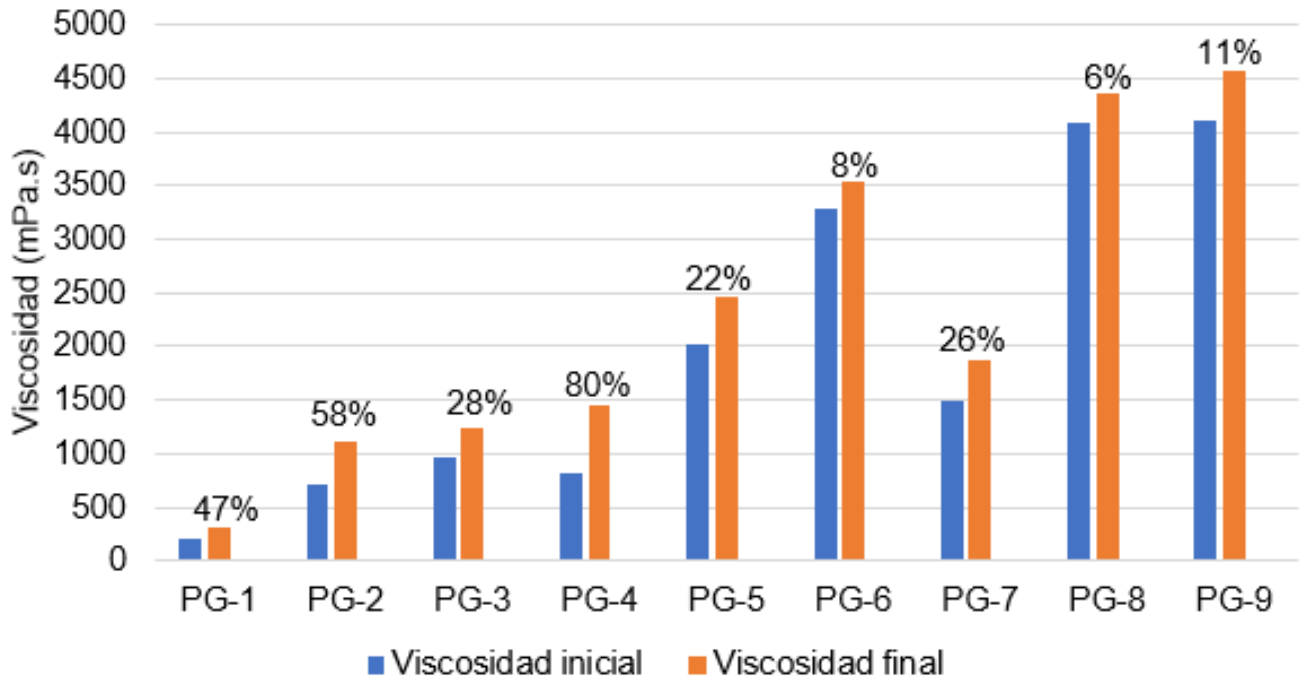
En la figura 5-10 se observa que en promedio la variación del esfuerzo de color después de 7 días es de 5%. El ensayo de interés, PB-3, tiene un 3% de variación en el esfuerzo de color, por lo tanto, bajo la norma interna el ensayo cumple con el valor objetivo. Se puede observar una tendencia en la estabilidad del color en cada uno de los ensayos.

Figura 5-10. Variación del esfuerzo de color del concentrado azul con dispersante PX2.

5.1.11 Variación de la viscosidad en el concentrado verde ftalo 7 con el uso del dispersante PX2

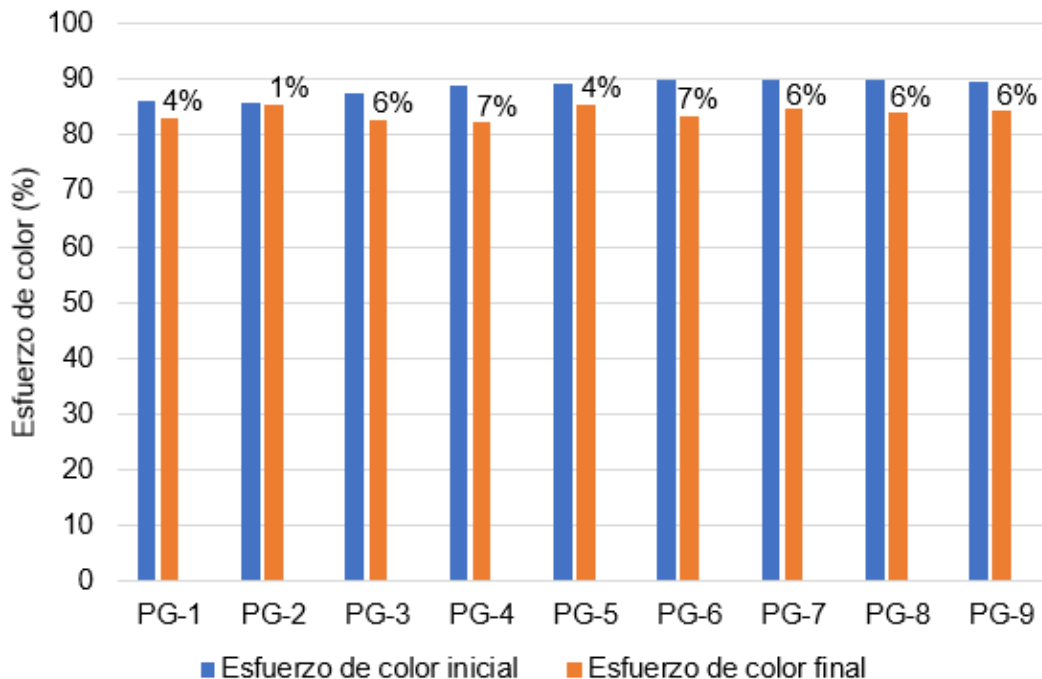
En la figura 5-11 se presentan los datos obtenidos de la viscosidad del concentrado pigmentario verde. Se puede observar que los porcentajes de variación en promedio son alrededor del 26%. Con el uso del dispersante PX2 no se presentó reaglomeración del pigmento, las pastas después de las pruebas de estabilidad se dejaron incorporar fácilmente en la mezcla. La muestra de interés es la PG-9, que corresponde a la relación de concentración óptima de pigmento y dispersante obtenida en el capítulo anterior, la cual tiene un valor del 11% en la variación de la viscosidad. Por lo que cumple con el criterio establecido.

Figura 5-11. Variación de la viscosidad del concentrado verde con dispersante PX2.



5.1.12 Variación del esfuerzo de color en el concentrado verde ftalo 7 con el uso del dispersante PX2

En la figura 5-12 se muestra los valores iniciales de esfuerzo de color y los valores de esfuerzo de color después de la prueba de estabilidad acelerada. Se observa que en promedio la variación del esfuerzo de color después de 7 días es de 5%. En este caso el ensayo de interés, PG-9, tiene un valor de 6% de variación en el esfuerzo de color, por lo tanto, bajo la norma interna el ensayo cumple con el valor objetivo. Se evidencia que con el uso del dispersante PX2 no hay problemas con la reaglomeración y se obtienen unos muy buenos ensayos de estabilidad acelerada, se puede ver una tendencia estable en el esfuerzo de color comparado con el uso del dispersante FA1.

Figura 5-12. Variación del esfuerzo de color del concentrado verde con dispersante PX2.

5.2 Ensayo de rub-out

El ensayo se realiza de acuerdo con el procedimiento mencionado en la sección 2.6 del capítulo 2.

5.2.1 Rub-out con el uso del dispersante FA1

En la tabla 5-13 se muestran los valores obtenidos del rub-out usando el dispersante FA1. Con este ensayo lo que se pretende es evaluar la compatibilidad del dispersante con el pigmento y el sistema en el que se encuentre, ya sea sistema base agua o base solvente. Para este estudio se revisa la compatibilidad del dispersante en los sistemas base solvente y base agua. Para la cuantificación del valor del rub-out se hace uso de la ecuación (2.1) presentada en el capítulo 2.

Se observa en la tabla 5-13 los resultados del rub-out y adicional la diferencia de color (ΔE) tomada en la parte no frotada de la película y la frotada, como se especificaba en el capítulo 2. Los números negativos representan que la parte frotada tiene menor poder tintóreo que la parte no frotada, y los números positivos representan que el área frotada tiene mayor poder tintóreo que la no frotada. En el caso de la tabla 5-13, los valores son cercanos a

cero, por lo tanto, no hay una diferencia relevante en la parte frotada con la no frotada. Esto se ve también en la diferencia de color, pues se presenta valores menores a la unidad, y esto quiere decir que la superficie de la película de color es homogénea.

Tabla 5-1. Resultados del rub-out con dispersante FA1 en sistemas base agua

Concentrado pigmentario	Valor rub-out	Diferencia de color (ΔE)
Negro de humo	-0.461	0.340
Azul ftalo 15:3	0.0438	0.181
Verde ftalo 7	0.0531	0.224

Del mismo modo se hacen los cálculos para los concentrados pigmentarios en el esmalte base solvente – alquídico, como se observa en la tabla 5-14. Se observa que el valor de rub-out es cercano a cero, por lo tanto, no hay una variación de color significativa en la parte frotada y no frotada. Por otro lado, la diferencia de color se ve que es menor a la unidad, por lo tanto, la película de color es homogénea.

Tabla 5-2. Resultados del rub-out con dispersante FA1 en sistemas base solvente - alquídico.

Concentrado pigmentario	Valor rub-out	Diferencia de color (ΔE)
Negro de humo	-0.311	0.570
Azul ftalo 15:3	-0.0429	0.314
Verde ftalo 7	-0.0355	0.240

5.2.2 Rub-out con el uso del dispersante PX2

En la tabla 5-15 se observan los resultados del ensayo de rub-out y la diferencia de color. Se evidencia que para el concentrado negro en sistemas acuosos hay una incompatibilidad bastante significativa con el uso del dispersante. Y esto se ve corroborado con la enorme diferencia de color. Ocurre lo mismo con el concentrado azul ftalo y verde 7, hay una diferencia de color mayor a la unidad y un número de rub-out alto. Esto puede verse en la figura 5-1. Por lo tanto, el dispersante muestra incompatibilidad en los sistemas acuosos, principalmente en colores como el negro y el verde. Esto puede deberse a que el

dispersante en sistemas base agua con resinas acrílicas no posee una buena solvatación de las cadenas poliméricas, impidiendo que exista una floculación controlada entre los pigmentos de color y el pigmento blanco usado para realizar los ensayos de colorimetría.

Tabla 5-3. Resultados de rub-out con dispersante PX2 en sistemas base agua

Concentrado pigmentario	Valor rub-out	Diferencia de color (ΔE)
Negro de humo	-17.0	10.18
Azul ftalo 15:3	-1.96	1.46
Verde ftalo 7	-2.21	4.91

Figura 5-13. Evidencia de incompatibilidad en los concentrados negro y verde por ensayo rub-out.



Finalmente, en la tabla 5-16 se presenta los resultados del ensayo en sistemas base solvente – alquídico. En este caso se observa que los números de rub-out son inferiores a

la unidad, y del mismo modo pasa con los valores de la diferencia de color. Por lo tanto, el dispersante PX2 tiene una mejor compatibilidad en sistemas solventes con resinas alquídicas, esto puede deberse a que hay una mejor solvatación de las cadenas poliméricas, mejorando así la interacción de la floculación controlada.

Tabla 5-4. Resultados de rub-out con dispersante PX2 en sistemas base solvente - alquídico.

Concentrado pigmentario	Valor rub-out	Diferencia de color (ΔE)
Negro de humo	-0.311	0.510
Azul ftalo 15:3	-0.215	0.432
Verde ftalo 7	-0.730	0.780

De acuerdo con los ensayos de compatibilidad y desempeño presentados en este capítulo, se seleccionó el agente dispersante FA1 por obtener principalmente una excelente compatibilidad con los medios acuosos y solventes alquídicos. A pesar de que el ensayo de estabilidad no pasó, es más fácil corregir esa desviación agregando un 2.5% más de dispersante, debido a que la incompatibilidad no se puede corregir en la aplicación de la pintura y eso acarrearía mala calidad en un recubrimiento de color.

Con los resultados obtenidos se dio cumplimiento a los objetivos propuestos inicialmente, logrando identificar tres aspectos fundamentales para la correcta selección de un agente dispersante para uso en concentrados pigmentarios universales. Estos fueron: identificación de la especie química del dispersante, mejoramiento en la cantidad de dispersante a usar y cantidad del pigmento a usar a partir de un diseño experimental, y finalmente, los ensayos de compatibilidad y estabilidad como un criterio de selección.

Para PQUIM es importante identificar esto, pues a partir de este trabajo los costos de inventario y producción disminuyeron, además de ofrecer un producto innovador para la industria colombiana de pinturas y recubrimientos.

6. Conclusiones y recomendaciones

6.1 Conclusiones

Colombia es un país en el cual más de la mitad de las industrias de pinturas y recubrimientos son micro y pequeñas empresas. Esto debido a que personas con un capital bajo pueden emprender en este sector, pues los equipos para fabricación y materia prima no son tan costosos. Esto lleva a que el conocimiento empírico del emprendedor sea mayor a su conocimiento técnico. Uno de los objetivos de este proyecto, dirigido a la industria, es poder clasificar y mencionar conceptos técnicos del correcto uso y selección del dispersante a usar en procesos de fabricación de concentrados pigmentarios, pinturas, recubrimientos y todos aquellos procesos de fabricación que necesiten estabilizar pigmentos o cargas en un medio, y que esta información sea útil para la industria colombiana y el emprendedor que empieza a formular y fabricar.

A través de pruebas de laboratorio, se logró determinar la relación óptima de concentración entre pigmento y agente dispersante. Este enfoque experimental se centró en garantizar la estabilización efectiva de los pigmentos en diversos sistemas, incluyendo pinturas alquídicas y vinil-acrílicas.

La clasificación y caracterización de agentes dispersantes permitieron contrastar la teoría con la práctica, identificando aquellos con afinidad molecular específica con los pigmentos y sistemas. Los resultados destacaron la eficacia de los dispersantes con grupos funcionales amino, evidenciada en pruebas de estabilidad acelerada, aplicaciones en la carta de contraste y métodos de compatibilidad como el rub-out.

A pesar de la baja estabilidad del dispersante FA1 en almacenamiento, se destacó su superior compatibilidad en entornos acuosos, atribuida a su química oligomérica de poliéster modificado.

Finalmente, este proyecto no solo logra cumplir con sus objetivos establecidos, sino que también resalta la relevancia del diseño factorial 3^2 como herramienta valiosa para la mejora continua en formulaciones, crucial en la industria de pinturas y recubrimientos. Las

propiedades clave, viscosidad y esfuerzo de color, se identifican como criterios fundamentales para asegurar la calidad del producto final. Este conocimiento técnico proporciona una base sólida para la toma de decisiones informada en la industria y, al mismo tiempo, busca elevar el nivel de comprensión técnica entre los emprendedores y pequeñas empresas del sector en Colombia.

6.2 Recomendaciones

Con la información de distintos proveedores de la industria de pinturas y recubrimientos, se podría trabajar con los dispersantes poliméricos de alto peso molecular que sean fácilmente solvatados en medios acuosos basados en CFRP. Con el fin de obtener concentrados pigmentarios mucho más eficientes de uso universal para el sector arquitectónico.

Es necesario en la industria colombiana de pinturas y recubrimientos poder realizar concentrados pigmentarios universales de uso industrial. Es decir, concentrados pigmentarios universales que estén dirigidos a recubrimientos base solvente de alto desempeño como epóxicos, poliuretanos, alquil – melamina y poliéster. Pues el mercado cada vez lo está necesitando y hay limitaciones en el uso de estos recubrimientos por su baja presencia.

Anexo A: Datos experimentales, análisis de varianza del pigmento y dispersante PX2 sobre las variables respuesta

Datos experimentales provenientes de la molienda

Tabla A - 1. Datos experimentales del concentrado negro de humo

Muestras	Viscosidad (mPa.s)	Esfuerzo Color (%)
PBk-3	4,612	88.83
PBk-2	3,882	83.45
PBk-1	4,501	88.82
PBk-6	5,500	89.64
PBk-5	4,630	91.79
PBk-4	5,100	92.17
PBk-9	6,371	93.45
PBk-8	5,867	97.05
PBk-7	6,134	98.16
PBk-3	4,598	88.71
PBk-2	3,920	83.44
PBk-1	4,505	89.02
PBk-6	5,511	89.7
PBk-5	4,629	91.7
PBk-4	5,099	92.47
PBk-9	6,370	93.55
PBk-8	5,850	96.84
PBk-7	6,121	98.33

Tabla A - 2. Datos experimentales del concentrado azul ftalo 15:3

Muestras	Viscosidad (mPa.s)	Esfuerzo Color (%)
PB-3	4350	89

PB-2	4491	94
PB-1	5108	88
PB-6	4177	94
PB-5	4128	94
PB-4	3919	92
PB-9	5486	89
PB-8	4799	87
PB-7	3870	89
PB-3	4470	89.08
PB-2	4491	93.82
PB-1	5003	88.11
PB-6	4230	94.1
PB-5	4130	93.8
PB-4	3908	92.3
PB-9	5414	88.82
PB-8	4824	86.79
PB-7	3849	89.09

Tabla A - 3. Datos experimentales del concentrado verde ftalo 7

Muestras	Viscosidad (mPa.s)	Esfuerzo Color (%)
PG-3	2,812	86.16
PG-2	2,141	85.92
PG-1	2,685	87.6
PG-6	1,894	88.94
PG-5	2,723	89.22
PG-4	2,147	89.87
PG-9	2,434	89.81
PG-8	2,457	89.86
PG-7	2,179	89.71
PG-3	2,833	86.17
PG-2	2,107	86.02
PG-1	2,761	87.39
PG-6	1,871	89.04
PG-5	2,669	89.11
PG-4	2,156	89.86
PG-9	2,436	90.01
PG-8	2,403	89.71
PG-7	2,177	89.86

Análisis de varianza de lo concentrados pigmentarios

Tabla A - 4. Regresión factorial general: Viscosidad para el concentrado pigmentario negro.

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	8	11231280	1403910	11291,50	0,000
Lineal	4	11118719	2779680	22356,67	0,000
A	2	9621220	4810610	38691,23	0,000
B	2	1497499	748750	6022,11	0,000
Interacciones de 2 términos	4	112561	28140	226,33	0,023
A*B	4	112561	28140	226,33	0,023
Error	9	1119	124		
Total	17	11232399			

$$\begin{aligned}
 \text{Viscosidad} = & 5177.78 - 841,44A_1 - 99.61A_2 + 941.06A_3 + 315.89B_1 \\
 & - 381.44B_2 + 65.56B_3 - 47.22AB_{11} - 53.89AB_{12} \\
 & + 101.11AB_{13} + 111.44AB_{21} - 67.22AB_{22} - 44.22AB_{23} \\
 & - 64.22AB_{31} + 121.11AB_{32} - 56.89AB_{33}
 \end{aligned}
 \tag{A.1}$$

Figura A- 1. Gráficas de residuo para viscosidad del concentrado negro

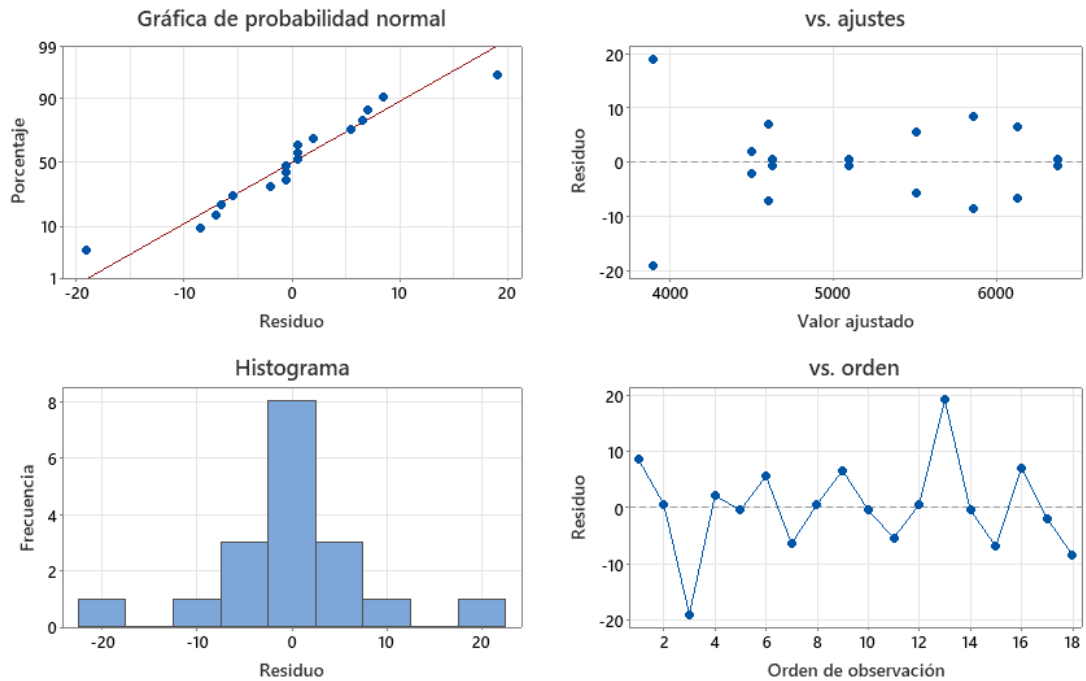


Tabla A - 5. Regresión factorial general: Esfuerzo de color para el concentrado pigmentario negro.

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	8	324,433	40,554	3051,73	0,000
Lineal	4	278,373	69,593	5236,95	0,000
A	2	253,709	126,854	9545,90	0,000
B	2	24,664	12,332	927,99	0,000
Interacciones de 2 términos	4	46,060	11,515	866,51	0,0021
A*B	4	46,060	11,515	866,51	0,0021
Error	9	0,120	0,013		
Total	17	324,552			

$$\begin{aligned}
 \text{Esf. de color} = & 91.5067 - 4.4617A_1 - 0.2617A_2 + 4.7233A_3 \\
 & - 0.8600B_1 - 0.7950B_2 + 1.6550B_3 + 2.5850AB_{11} \\
 & - 2.8050AB_{12} + 0.2200AB_{13} - 0.7150AB_{21} \\
 & + 1.2950AB_{22} - 0.5800AB_{23} - 1.8700AB_{31} \\
 & + 1.5100AB_{32} + 0.3600AB_{33}
 \end{aligned} \tag{A.2}$$

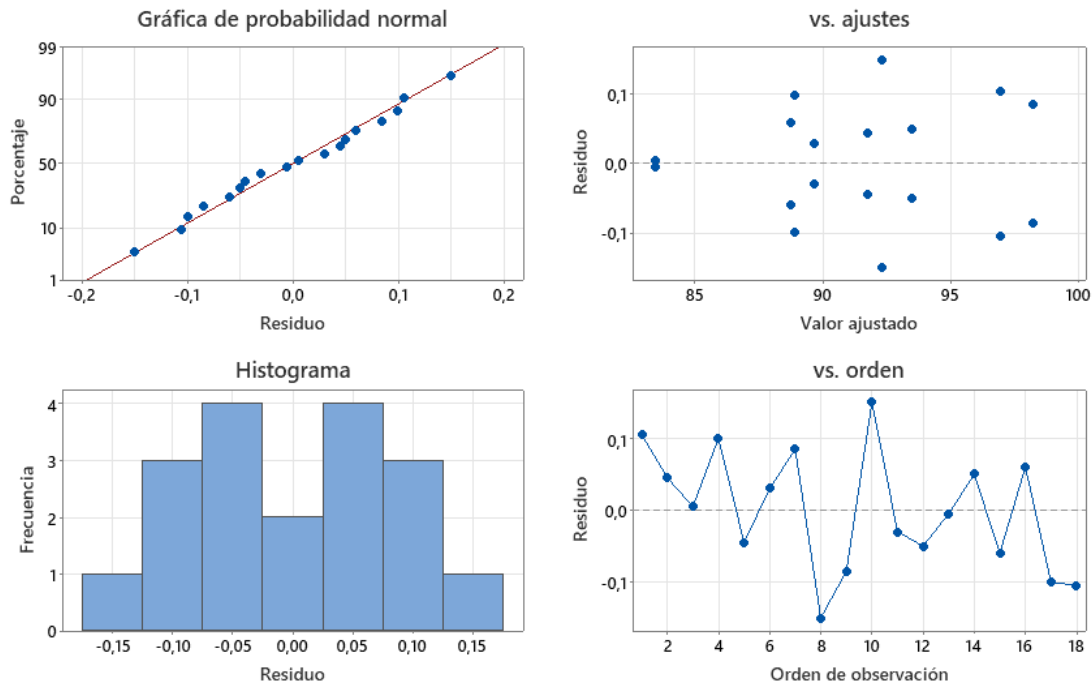
Figura A- 2. Gráfica de residuo para el esfuerzo de color del concentrado negro.

Tabla A - 6. Regresión factorial general: Viscosidad para el concentrado pigmentario azul ftalo 15:3.

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	8	2939732	367466	191,12	0,000
Lineal	4	1642336	410584	213,54	0,000
A	2	1390686	695343	361,65	0,000
B	2	251649	125825	65,44	0,000
Interacciones de 2 términos	4	1297396	324349	168,69	0,033
A*B	4	1297396	324349	168,69	0,033
Error	9	17304	1923		
Total	17	2957036			

$$\begin{aligned}
 \text{Viscosidad} = & 4277.5 - 393.0A_1 + 203.8A_2 + 189.2A_3 + 34.7B_1 \\
 & + 124.3 B_2 - 159.0B_3 - 316.2AB_{11} + 448.2AB_{12} \\
 & - 132.0AB_{13} + 254.5AB_{21} - 461.7AB_{22} + 207.2AB_{23} \\
 & + 61.7AB_{31} + 13.5AB_{32} - 75.2AB_{33}
 \end{aligned}
 \tag{A.3}$$

Figura A- 3. Gráfica de residuo para la viscosidad del concentrado azul.

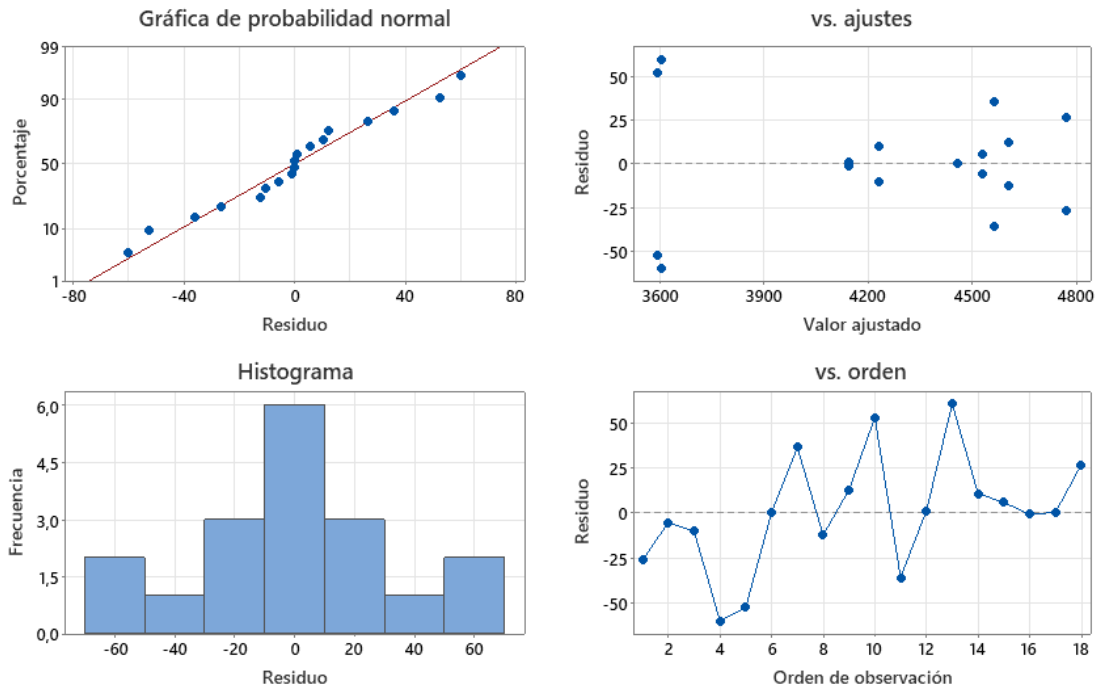


Tabla A - 7. Regresión factorial general: Esfuerzo de color para el concentrado pigmentario azul ftalo 15:3.

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	8	103,535	12,9419	845,57	0,000
Lineal	4	44,016	11,0040	718,95	0,000
A	2	15,312	7,6562	500,22	0,000
B	2	28,704	14,3518	937,69	0,000
Interacciones de 2 términos	4	59,519	14,8798	972,18	0,000
A*B	4	59,519	14,8798	972,18	0,000
Error	9	0,138	0,0153		
Total	17	103,673			

$$\begin{aligned}
 \text{Esf. de color} = & 90.8839 + 0.1178A_1 - 1.1839A_2 + 1.0661A_3 \\
 & + 1.7828B_1 - 0.9822B_2 - 0.8006B_3 + 0.2556AB_{11} \\
 & - 0.1094AB_{12} - 0.1461AB_{13} - 1.4328AB_{21} \\
 & + 3.1822AB_{22} - 1.7494AB_{23} + 1.1772AB_{31} \\
 & - 3.0728AB_{32} + 1.8956AB_{33}
 \end{aligned} \tag{A.4}$$

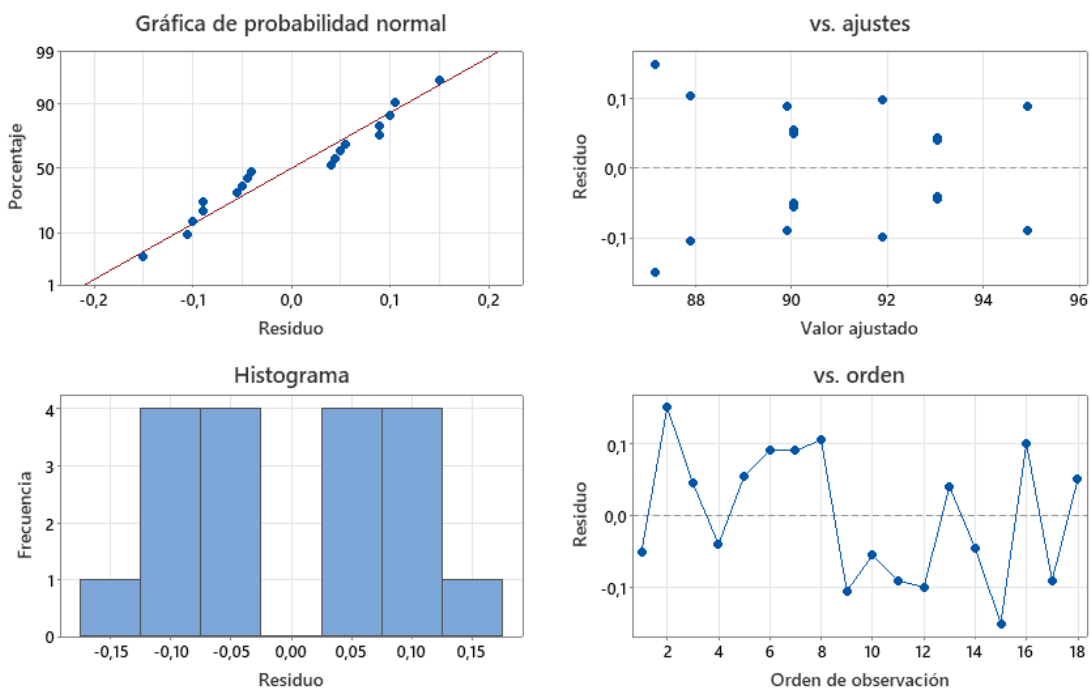
Figura A- 4. Gráfica de residuo para el esfuerzo de color del concentrado azul.

Tabla A - 8. Regresión factorial general: Viscosidad para el concentrado pigmentario verde ftalo 7.

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	8	3422539	427817	557,09	0,000
Lineal	4	583371	145843	189,91	0,000
A	2	195484	97742	127,28	0,000
B	2	387886	193943	252,55	0,000
Interacciones de 2 términos	4	2839168	709792	924,28	0,031
A*B	4	2839168	709792	924,28	0,032
Error	9	6912	768		
Total	17	3429451			

$$\begin{aligned}
 \text{Viscosidad} = & 2495.17 + 59.33A_1 + 87.17A_2 - 146.50A_3 \\
 & - 205.83B_1 + 79.50B_2 + 126.33B_3 + 302.8AB_{11} \\
 & + 463AB_{12} - 765.8AB_{13} + 11AB_{21} - 292.8AB_{22} \\
 & + 281.8AB_{23} - 313.8AB_{31} - 170.2AB_{32} + 484AB_{33}
 \end{aligned}
 \tag{A.5}$$

Figura A- 5. Gráfica de residuo para la viscosidad color del concentrado verde.

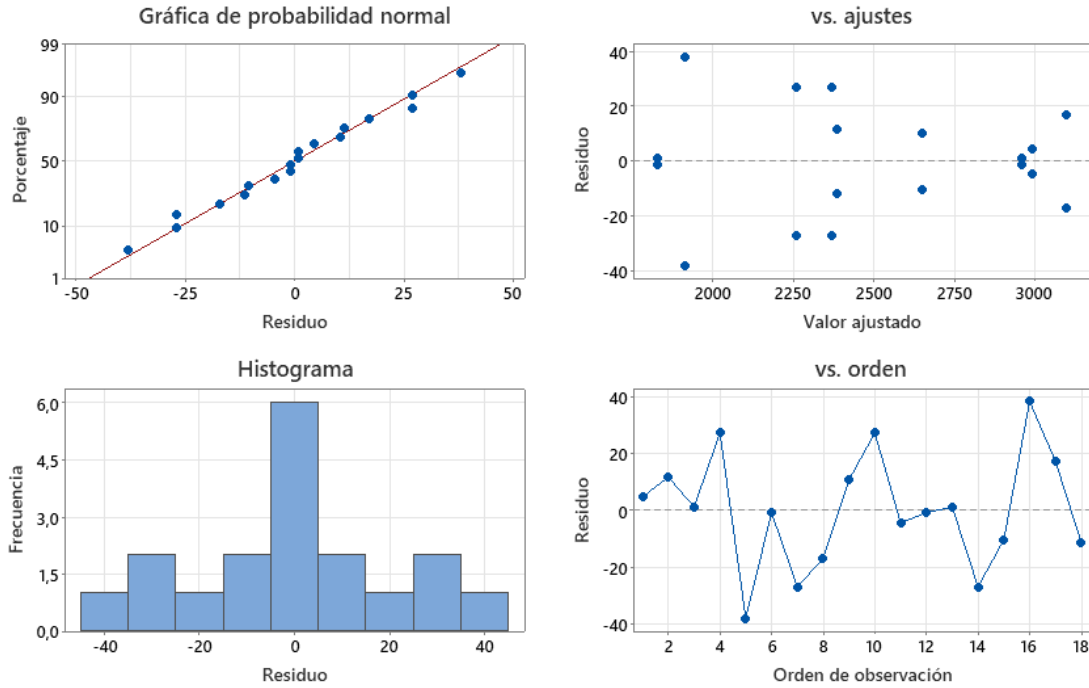
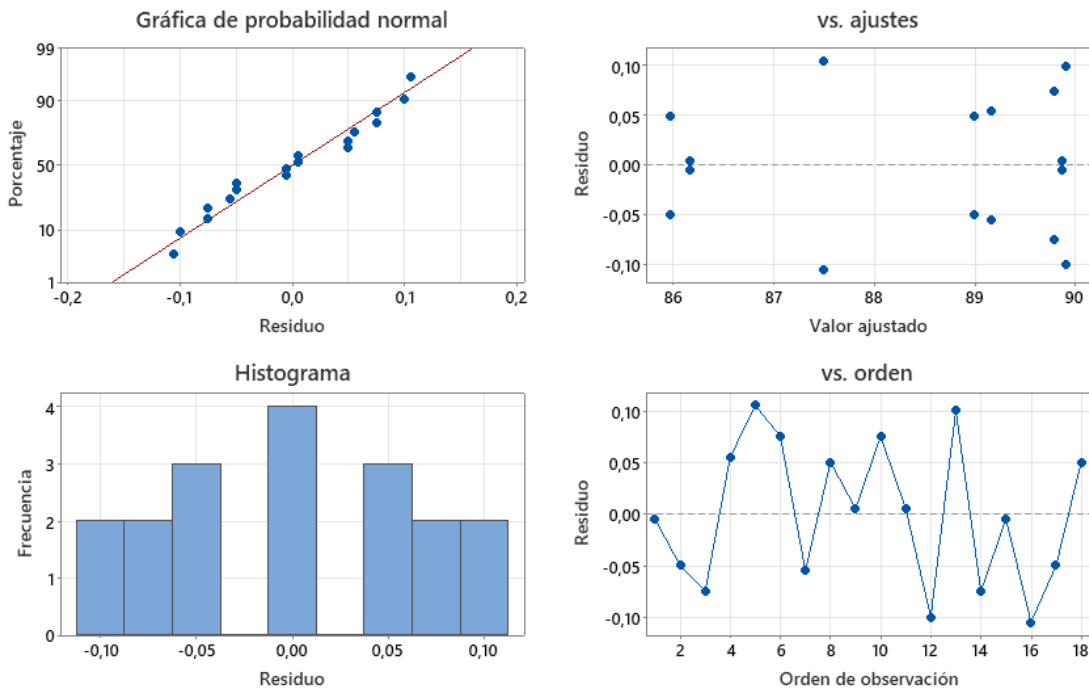


Tabla A - 9. Regresión factorial general: Esfuerzo de color para el concentrado pigmentario verde ftalo 7.

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	8	41,3103	5,1638	575,89	0,000
Lineal	4	39,7432	9,9358	1108,08	0,000
A	2	37,6769	18,8385	2100,94	0,000
B	2	2,0662	1,0331	115,22	0,000
Interacciones de 2 términos	4	1,5671	0,3918	43,69	0,015
A*B	4	1,5671	0,3918	43,69	0,015
Error	9	0,0807	0,0090		
Total	17	41,3910			

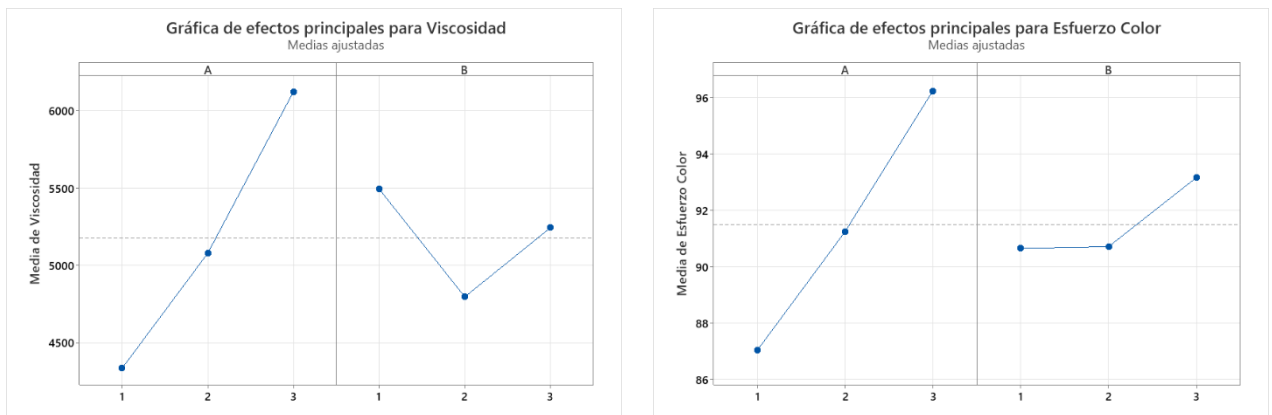
$$\begin{aligned}
 \text{Esf. de color} = & 88.57 - 2.0267A_1 + 0.7700A_2 + 1.2567A_3 - 0.2150B_1 \\
 & - 0.2633B_2 + 0.4783B_3 - 0.1633AB_{11} - 0.31AB_{12} \\
 & + 0.4733AB_{13} - 0.1350AB_{21} + 0.0883AB_{22} + 0.0467AB_{23} \\
 & + 0.2983AB_{31} + 0.2217AB_{32} - 0.5200AB_{33}
 \end{aligned}
 \tag{A.6}$$

Figura A- 6. Gráfica de residuo para el esfuerzo de color del concentrado verde.

Gráficos de efectos e interacción

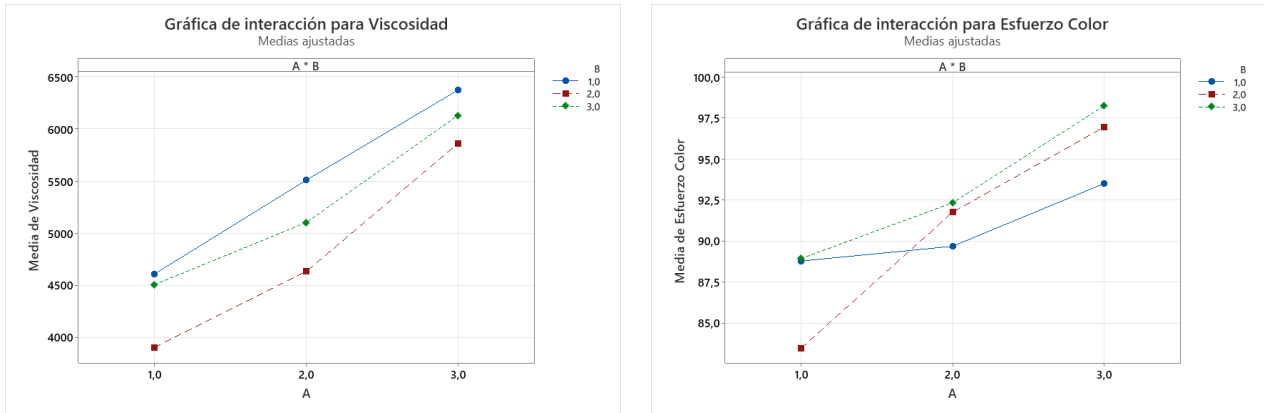
Se observa, en la figura A-6 los efectos del factor A sobre la viscosidad, el cual es un efecto positivo y representativo. Se presenta también el efecto de B sobre la viscosidad, el cual en los dos primeros niveles se ve un efecto negativo, para después presentar un efecto positivo en el nivel 3. En el siguiente gráfico se observa los efectos de los factores sobre el esfuerzo de color. El factor A es positivo y tiene un efecto significativo en el esfuerzo de color. Por otro lado, el factor B, aunque es positivo, no presenta relevancia sobre la respuesta. .

Figura A- 7. Gráficas de efectos principales para el concentrado pigmentario negro de humo.



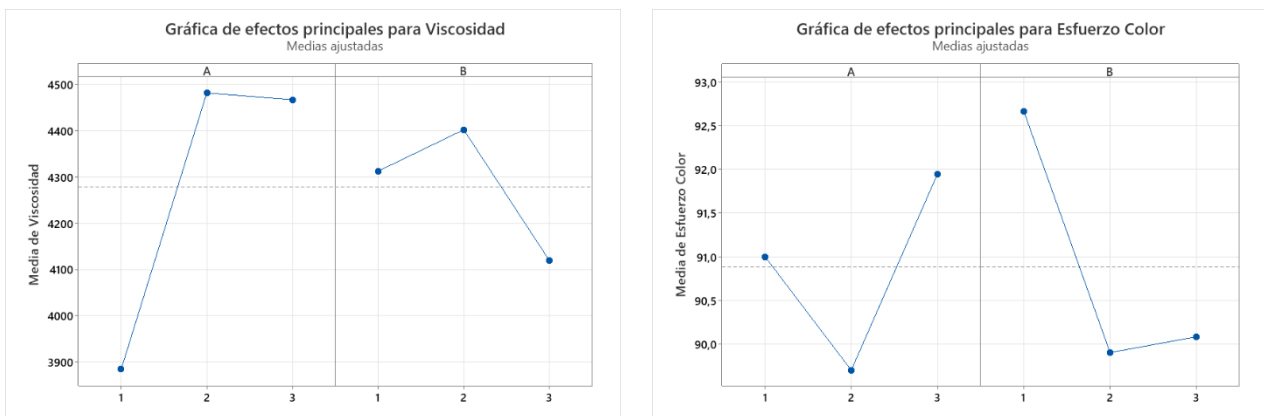
En la figura A-7 se presenta los gráficos de interacción de los factores A y B. Para la variable de viscosidad se muestra un aumento en la viscosidad dada en su mayoría por la adición del pigmento (A). La interacción del dispersante (B) es bajar la viscosidad hasta que se aumenta de nivel. Esto se debe a una saturación del dispersante en el sistema. Por otro lado, con la variable del esfuerzo de color, se evidencia que la interacción del dispersante en el nivel 2 se obtiene un buen resultado en el esfuerzo de color.

Figura A- 8. Gráficas de interacción para el concentrado pigmentario negro de humo.



En la figura 4-20 se presentan los gráficos de efectos principales de A y B. En primer lugar, se observa los efectos sobre la variable viscosidad. El efecto del pigmento (A) en los niveles 1 y 2 es positivo y altamente significativo, mientras que cuando se pasa de nivel el efecto es negativo. Para el efecto del dispersante (B), se observa que en los primeros niveles hay un efecto positivo sobre la viscosidad, pero en el nivel 3 es negativo. Por otro lado, en el siguiente gráfico el efecto sobre el esfuerzo de color presenta que el factor pigmento (A) tiene un efecto negativo en el nivel 2, pero en el nivel 3 se vuelve positivo. Lo mismo ocurre con el factor del dispersante (B). Se observa que hay un alto esfuerzo de color en el más bajo nivel, pero cuando se aumenta el efecto se vuelve negativo y vuelve a ser positivo en el nivel 3 pero ya no es significativo.

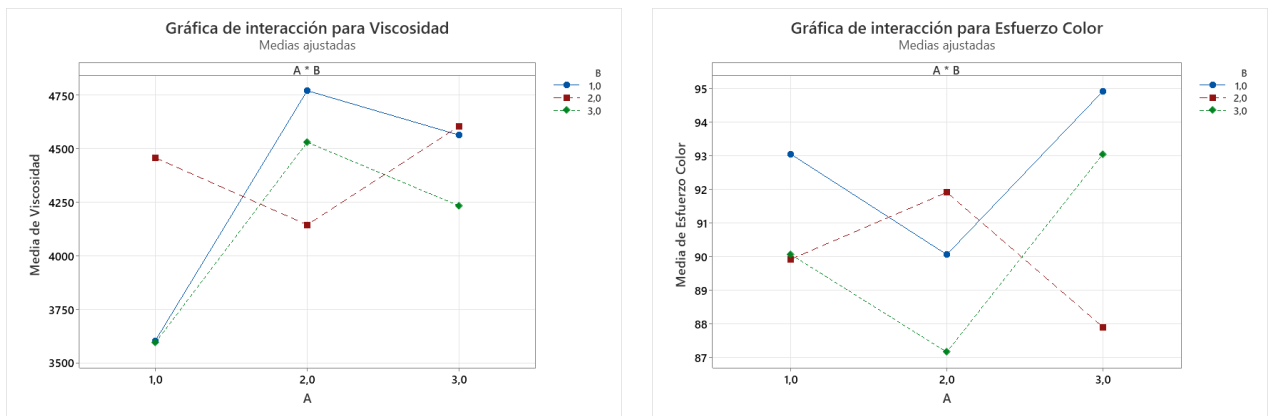
Figura A- 9. Gráfica de residuo para el esfuerzo de color del concentrado azul.



En la figura 4-21 se presentan los gráficos de interacción de los factores A y B. En el primer gráfico, con variable de respuesta de viscosidad, se observa que en los niveles 1 y 3 del

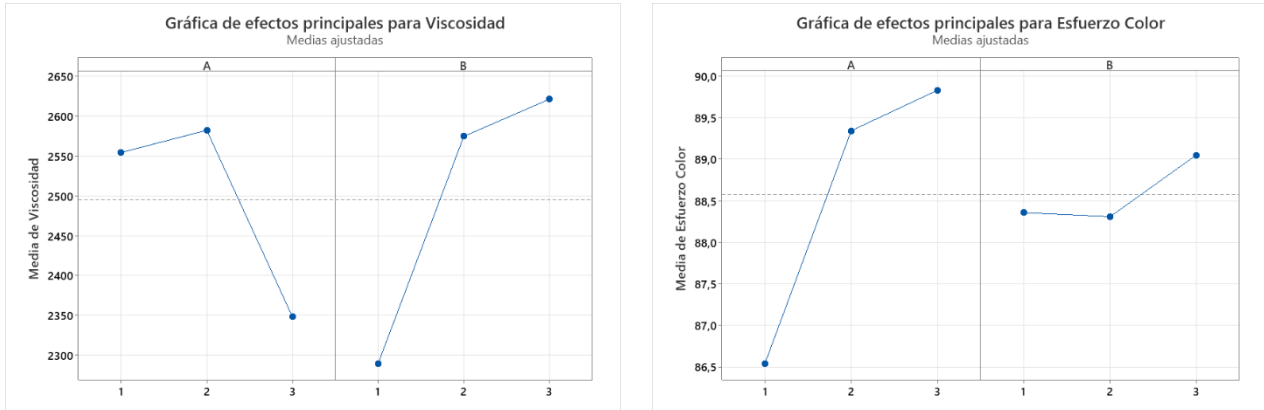
dispersante hay interacciones positivas en los primeros 2 niveles del factor pigmento. Se presenta una alta viscosidad en estas interacciones, mientras que en el nivel 2 del dispersante con el nivel 2 del pigmento hay una interacción negativa y hay disminución en la viscosidad. Por otro lado, cuando se revisa la variable respuesta del esfuerzo de color, hay una interacción opuesta. En los niveles 1 y 3 de dispersante hay una disminución del esfuerzo de color, mientras en el nivel 2 del dispersante y 2 del pigmento hay una interacción positiva. Sin embargo, los más altos valores de esfuerzo de color lo dan los niveles 1 y 3 del dispersante con el nivel 3 de pigmento.

Figura A- 10. Gráficas de interacción para el concentrado pigmentario azul.



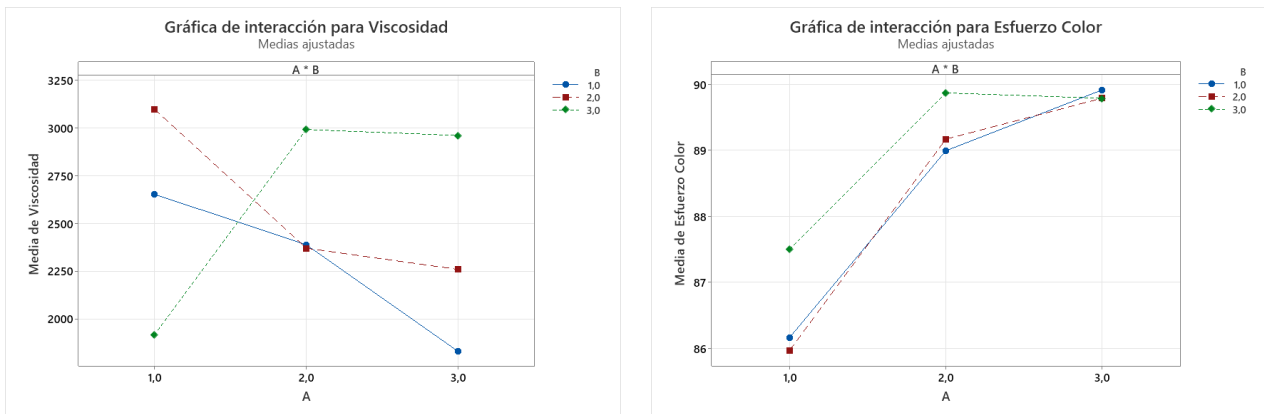
En la figura 4-24 se presenta las gráficas de los efectos principales de los factores. Se tiene, en primer, lugar el efecto de los factores sobre la viscosidad. Se observa que hay un efecto positivo en el valor del nivel 2, cuando pasa al nivel 3 hay un efecto negativo en el aumento del pigmento (A). Cuando se observa el factor del dispersante (B), toda la tendencia es un efecto positivo, hay un aumento en la viscosidad del medio al aumentar el dispersante. Al revisar el efecto que tienen los factores sobre el esfuerzo de color, se evidencia que al aumento del nivel del factor (A), se tiene un efecto positivo, obteniendo un máximo en el esfuerzo de color con el ultimo nivel del porcentaje de pigmento agregado. El agente dispersante, por otro lado, en el nivel 2 presenta un efecto negativo, pero en el nivel 3 presenta un efecto positivo, aumentando el valor del esfuerzo de color.

Figura A- 11. Gráfica de residuo para el esfuerzo de color del concentrado verde.



En la figura 4-25 se presentan los gráficos de interacción de los factores A y B sobre las variables respuesta. Para la variable viscosidad se tiene que al mantener constante el nivel 1 del agente dispersante y variar la concentración de pigmento, hay una disminución en la viscosidad, lo mismo ocurre con el nivel 2 del agente dispersante. Por el contrario, hay un aumento en la viscosidad cuando se aumenta la concentración de dispersante en el sistema, causando una saturación de dispersante. Por otro lado, la tendencia de todos los puntos en la variable de esfuerzo de color es tener un efecto positivo al aumentar los niveles de cada factor. Se evidencia que en todos los niveles de concentración del dispersante y con el más alto nivel del pigmento, se llega a un valor muy cercano del esfuerzo de color. Siendo más efectivo el valor obtenido con el nivel 1 del dispersante y nivel 3 del pigmento.

Figura A- 12. Gráficas de interacción para el concentrado pigmentario verde.



Bibliografía

- Agbo, C., Jakpa, W., Sarkodie, B., Boakye, B. & Fu, S. (2017). A Review on the Mechanism of Pigment Dispersión. *Journal of Dispersion Science and Technology*, (39:6), 874 – 889. <https://doi.org/10.1080/01932691.2017.1406367>
- AFCONA (2005). *Dispersing Technology*. AFCONA. Recuperado el 20 de febrero de 2023. <https://www.afcona.com.my/static.php?sTpl=dispersing>
- Alexandrova, L., Grigorov, L., Khristov, K. & Petkova, H. (2016) Effects of pH on Wetting Behavior of 'Star-Like' Block Copolymer Surfactant Solutions. *Colloids Surface A: Physicochemical and Engineering Aspects*, volumen (519), 78 - 86. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2016.03.070>
- Auschra, C., Eckstein, Er., Mühlebach, A., Zink, M. & Rime, F. (2002). Design of New Pigment Dispersants by Controlled Radical Polymerization. *Progress in Organic Coatings*. 45 (2 – 3). 83 – 93. [https://doi.org/10.1016/S0300-9440\(02\)00048-6](https://doi.org/10.1016/S0300-9440(02)00048-6)
- Atsushi, T., Kunio Y., Masayuki Y., Satoru K. & Kazuhiro S. (1994). Shear viscosity behavior of flocculated suspensions. *Powder Technology*. 78 (2). 165-172. [https://doi.org/10.1016/0032-5910\(93\)02800-P](https://doi.org/10.1016/0032-5910(93)02800-P)
- BASF Formulation Additives. (s.f). Little helpers Love Great Achievements Practical Guide to Dispersing Agents. BASF. https://dispersions-resins.basf.com/global/en/performance_and_formulation_additives/products/dispersing-agents-landing-page.html
- Bieleman, J. (2000). *Additives for Coatings*. Wiley-VCH
- Buxbaum, G. & Pfaff, G. (2005). *Industrial Inorganic Pigments*. Wiley-VCH GmbH & Co KGaA

- BYK. (s.f.). Wetting and dispersing agents. BYK. Recuperado el 20 de febrero de 2023. <https://ebooks.byk.com/en/wetting-and-dispersing/why-do-we-use-wetting-and-dispersing-additives/>
- Echavarría, N. & Gamez, A. (20 de febrero de 2023). Estudio de Mercado de las Pinturas en Colombia. Centro de Producción más Limpia y Tecnologías Ambientales. <https://cambioclimatico-regatta.org/index.php/es/instituciones-clave/item/centro-nacional-de-produccion-mas-limpia-y-tecnologias-ambientales>
- Ettelaie, R., Holmes, M., Chen, J. & Farshchi, A. (2016). Steric Stabilising Properties of Hydrophobically Modified Starch: Amylose vs. Amylopectin. *Food Hydrocolloids*, 58. 364–377. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2016.03.004>
- Gunawant, P. & Jagtap, R. (2016). Design and Synthesis of Polymeric Dispersant for Water-borne Paint by Atom Transfer Radical Polymerization. *Designed Monomers and Polymers*. 19 (3). 256 – 270. <http://dx.doi.org/10.1080/15685551.2015.1136534>
- Hagiwara, S. Tsutsumi, K. & Takahashi, H. (1977). Surface Polarity of Carbon Blacks. *Carbon*. 16 (2). 89 – 93. [https://doi.org/10.1016/0008-6223\(78\)90003-9](https://doi.org/10.1016/0008-6223(78)90003-9)
- Hakeim, O. A., Diab, H. A & Adams, J. (2015). Preparation and Characterization of UV Curable Encapsulated Phthalocyanine Blue Pigment. *Progress in Organic Coatings*, 84. 70– 78. <https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2015.02.007>
- Heilen, W. (2009). Additives for Waterborne Coatings. Vincentz Network.
- Herbst, W. & Hunger, K. (2004). *Industrial Organic Pigments*. Wiley-VCH GmbH & Co KGaA.
- Järnström, J., Väisänen, M., Lehto, R., Jäsberg, A., Timonen, J. & Peltonen, J. (2010). Effect of Latex on Surface Structure and Wetting of Pigment Coatings. *Colloids Surface A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 353 (2). 104–116. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2009.11.001>
- Lin, L. (2003). Mechanisms of Pigment Dispersion. *Pigment Resin Technologies*, 32 (2). 78– 88, <https://doi.org/10.1108/03699420310464784>

- Melo, O., López, L. & Melo, S. (2020). *Diseño de Experimentos Métodos y Aplicaciones*. Universidad Nacional de Colombia
- Montgomery, D.C. (2017). *Design and Analysis of Experiments*. Jhon Wiley & Sons.
- Müller, B. (2010). *Understanding Additives*. Vincentz Network
- Milanovic, N. & Casey, B. O. (2017). An efficient approach to dispersing pigments. *Evonik Industries AG*.
- McKeen, L. (2013). Fluorinated Coatings: Technology, History, and Applications. En Sina Ebnesajjad (Ed.), *Introduction to Fluoropolymers*. (pp 45 – 58). William Andrew publishing. <https://doi.org/10.1016/B978-1-4557-7442-5.00011-5>
- Orion (s.f.). What is a carbon black? Orion. Recuperado el 15 de marzo de 2023. https://orioncarbons.com/what_is_carbon_black
- Orom Colorants. (s.f.). Pigment Concentrates. Orom Colorants. Recuperado el 20 de febrero de 2023. <http://www.orom.co.il/pigment-concentrates>
- Paajanen, H. (2018). Pigment Dispersion Processing, Optimization for Higher Pigmentation [Master thesis, Lund University]. Repositorio institucional <https://lup.lub.lu.se/student-papers/search/publication/8947886>
- Pirrung, F., Quednau, P. & Auschra, C. (2002). Wetting and Dispersing Agents. *Chimia*, 56 (5), 170 – 176
- Rai, S. & Lokhandwala, S. (2015). Important Aspects Involved in Pilot Scale Production of Modern Paints and Coatings A2. En Tiwari, Atul (Ed.), *Intelligent Coatings for Corrosion Control*. (pp. 335–361). Hihara, L. H. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-411467-8.00009-X>
- Saindane, P. & Jagtap, R. N. (2015). Copolymerization of Amphiphilic Poly (ethyl acrylate-bacrylic acid) as Wetting and Dispersing Agents for Water Borne Coating. *Progress in Organic Coatings*, 79. 106–114. <https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2014.07.016>
- Sun, Y., Wang, Y. & Zhitomirsky, I. (2013). Dispersing Agents for Electrophoretic Deposition of TiO₂ and TiO₂–Carbon Nanotube Composites. *Surfactant Solutions. Colloids*

- Surface A: Physicochemical and Engineering Aspects. 418. 131–138.
<https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2012.11.030>
- Sun, X., Liu, Y., Li, Y., Wu, M. & Zhu, D. (2016). Simultaneous Measurement of Brown Core and Soluble Solids Content in Pear by On-Line Visible and Near Infrared Spectroscopy. *Postharvest Biology and Technology*, 116. 80–87.
<https://doi.org/10.1016/j.postharvbio.2016.01.009>
- Susana, L, Campaci, F. & Santomaso, A. (2021). Wettability of mineral and metallic powders: Applicability and limitations of Sessile Drop Method and Washburn's technique. *Powder Technology*, volumen 226. 68 – 77.
<https://doi.org/10.1016/j.powtec.2012.04.016>
- Sis, H. & Birinci, M. (2014). Wetting and Rheological Characteristics of Hydrophobic Organic Pigments in Water in the Presence of Non-Ionic Surfactants. *Colloids Surface A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 455. 58–66.
<https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2014.04.042>
- Schmitz, J., Frommelius, H., Pegelow, U., Schulte, H. G. & Höfer, R. (1999). A New Concept for Dispersing Agents in Aqueous Coatings. *Prog. Org. Coat*, volumen (35-1), 191–196. [https://doi.org/10.1016/S0300-9440\(99\)00028-4](https://doi.org/10.1016/S0300-9440(99)00028-4)
- Stojanovic, M., Aleksic, J. & Baranac-Stojanovic. (2015). The effecto of steric repulsion on the torsional potential of n-butane: a theoretical study. 71 (32). 5119 – 5123.
<https://doi.org/10.1016/j.tet.2015.06.002>
- UK Seung. (s.f.). Products Panax Color. UK Seung. Recuperado el 15 de marzo de 2023.
http://www.ukseung.co.kr/esub/product_pro_01_03.aspx
- Wu, S., Kenneth, J & Brzozowski. (1971). Surface Free Energy and Polarity of Organic Pigments. *Journal of Colloid and Interface Science*. 37 (4). 686 – 690.
[https://doi.org/10.1016/0021-9797\(71\)90347-X](https://doi.org/10.1016/0021-9797(71)90347-X)