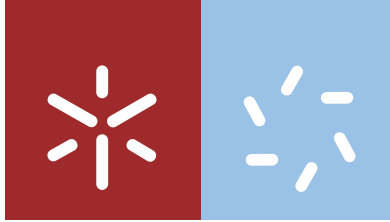


**Universidade do Minho**  
Escola de Ciências

Orlandino Miguel da Silva Lopes

**Nova resina para abrasivos diamantados  
– Análise e caracterização**



**Universidade do Minho**  
Escola de Ciências

Orlandino Miguel da Silva Lopes

**Nova resina para abrasivos diamantados  
– Análise e caracterização**

Relatório de Estágio  
Mestrado em Técnicas de Caracterização e Análise Química

Trabalho realizado sob orientação do  
**Professor Doutor Carlos Jorge Ribeiro da Silva**  
do  
**Professor Doutor João Pedro Lourenço Gil Nunes**  
e do  
**Doutor Emanuel José Espojeira Pereira**

## DECLARAÇÃO

Nome: Orlandino Miguel da Silva Lopes

Endereço electrónico: miguelsilvalopes@gmail.com

Telefone: 965703189

Número do Bilhete de Identidade: 11145848

Título do Relatório:

Nova resina para abrasivos diamantados – Análise e caracterização

Orientadores:

Professor Doutor Carlos Jorge Ribeiro da Silva

Professor Doutor João Pedro Lourenço Gil Nunes

Doutor Emanuel José Espojeira Pereira

Ano de conclusão: 2016

Designação do Mestrado ou do Ramo de Conhecimento do Doutoramento:

Mestrado em Técnicas de Caracterização e Análise Química

1. DE ACORDO COM A LEGISLAÇÃO EM VIGOR, NÃO É PERMITIDA A REPRODUÇÃO DE QUALQUER PARTE DESTE RELATÓRIO

Universidade do Minho, \_\_\_/\_\_\_/\_\_\_\_\_

Assinatura: \_\_\_\_\_

## Agradecimentos

Gostaria de expressar toda a minha gratidão, do fundo do coração, às pessoas que direta ou indiretamente colaboraram comigo no sentido de poder realizar deviatamente este trabalho. A todos eles o mais sentido obrigado.

Aos professores Carlos Silva, Ana Machado e Pedro Nunes e ao Doutor Emanuel Pereira que me orientaram durante este trabalho, por todo apoio, esclarecimentos, interesse, disponibilidade, incentivo, correções e revisões realizadas, um enorme bem-haja.

Agradeço aos doutores Emanuel Pereira e Bob Burgess pela orientação, transmissão de conhecimentos e formação com as diversas máquinas e materiais presentes na empresa.

À Professora Susana Costa, um muito obrigado pela sua importantíssima colaboração na análise dos espectros de infravermelho (FTIR) e nos esclarecimentos de toda e qualquer dúvida pertinente, inerente a estes.

Ao Engenheiro Maurício Malheiro agradeço-lhe todos os esclarecimentos relativos à realização das diversas Análises Termogravimétricas (TGA) e de Infravermelho (FTIR).

À Doutora Edith Avila agradeço-lhe a Microscopia de Varrimento Electrónica/ Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X (SEM/EDS) realizada.

A todos os trabalhadores da empresa KGS Diamond Portugal, nomeadamente os da secção de diamante, o meu muito obrigado por todo apoio e conhecimentos transmitidos na utilização dos vários equipamentos e pelos momentos de confraternização.

À minha família, nomeadamente à minha esposa, por estar sempre presente durante os momentos bons e nos mais difíceis durante a realização deste trabalho.



# Nova resina para abrasivos diamantados – Análise e caracterização

## Resumo

No presente trabalho descreve-se o estudo de novos compósitos adequados para a preparação de abrasivos, realizado na empresa KGS.

A resina obtida deveria apresentar elevada resistência térmica e mecânica, permitindo ao abrasivo melhorar o desbaste/ polimento da ferramenta e a sua durabilidade, comparativamente com os já existentes no mercado.

Para a obtenção da resina, foi realizado o estudo detalhado da composição de abrasivos já comercializados, através de análises Termogravimétricas (TGA) e Espectroscópicas (FTIR e EDS).

O desenvolvimento de novos compósitos envolveu 3 etapas.

Na 1ª etapa realizou-se o teste das propriedades físicas e morfológicas de diversas resinas preparadas por mistura de resinas existentes na KGS e comercializadas por outras empresas.

A preparação de diversas amostras de materiais abrasivos e a sua aplicação sobre suportes *K-Loc*, foi realizada na 2ª etapa.

Na última etapa (3ª etapa), foi realizado o estudo da inclusão de diferentes aditivos, a alteração de padrão e de substrato, a quantidade de aditivos adicionados e optimização da sua concentração, as partículas abrasivas desejáveis e a sua quantidade ótima, no intuito de otimizar tanto a resistência mecânica e térmica, como o desbaste/ polimento.

A estabilidade térmica dos materiais obtidos foi avaliada por TGA.

O presente trabalho permitiu obter abrasivos com performances superiores aos demais já existentes comercialmente.

**Palavras-Chave:** Abrasivos, resinas de silicone, resinas fenólicas, resinas epóxicas, *K-Locs*, resistência mecânica, resistência térmica, desbaste/polimento.



# New resin for diamond incorporated abrasives : Analysis and characterization

## Abstract

In the present work it's described the study of new appropriate composites for the preparation of abrasive tools, made in KGS company.

The obtained resin should provide: high thermal and mechanical resistance, allowing to improve abrasive grinding / polishing tool, increasing the amount of grinded mass and durability of the tool compared to existing market.

Thermogravimetric (TGA) and Spectroscopic (FTIR and EDS) analysis have been made in detailed tools already on the market to obtain the resin.

The development of new composites involved 3 stages.

In the 1<sup>st</sup> stage was carried out the testing of physical and morphological properties of various resins prepared by mixing different resins existing in KGS and marketed by other companies.

The preparation of several samples of abrasive materials and their application to K-Loc supports, was carried out in the 2<sup>nd</sup> stage.

The study inclusion of various additives, the pattern change and substrate, the amount of added additives and the optimization of its concentration, the desirable abrasive particles and optimum quantity in order to optimize the mechanical and thermal resistance, as grinding/ polishing, was performed in the last stage (3<sup>rd</sup> stage).

The thermal stability of the obtained materials was evaluated by TGA.

This work yielded abrasive with performances superior to others already existing commercially.

**Keywords:** Abrasives, silicone resins, phenolic resins, epoxy resins, *K-Locs*, mechanical resistance, thermic resistance, grinding/ polishing.





# Índice

Agradecimentos .....	iii
Resumo .....	v
Abstract .....	vii
Índice de Figuras .....	xi
Índice de Tabelas .....	xv
Lista de Abreviaturas e Siglas .....	xvii
<b>Capítulo I. Introdução</b> .....	1
<b>Capítulo II. Estado da arte</b> .....	5
1. Materiais Abrasivos .....	6
2. Partículas Abrasivas/ Grão .....	8
3. Diamante .....	8
4. Polímeros .....	9
5. Resinas Poliméricas .....	17
5.1. Resinas Fenólicas (PF) .....	18
5.2. Resinas Epóxicas (EP) .....	21
5.3. Resinas Fenóxicas .....	24
5.4. Resinas de Silicone (SI) .....	26
5.5. Resinas Melamina-Formaldeído (MF) .....	28
5.6. Resinas Poliéster .....	29
5.7. Resinas de Poliamidas (PA) .....	30
5.8. Cargas ( <i>Fillers</i> ), corantes e aditivos especiais .....	31
<b>Capítulo III. Materiais e Métodos</b> .....	35
1. Reagentes .....	36
2. Processo de Preparação e Teste das Amostras .....	36
3. Técnicas de caracterização .....	38
3.1. Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) .....	39
3.2. Análise Termogravimétrica (TGA) .....	39
3.3. Microscopia de Varrimento Electrónica com Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X (SEM/EDS) .....	40
3.4. Testes do Comportamento Mecânico dos Abrasivos .....	40

<b>Capítulo IV. Análise e Discussão dos Resultados</b> .....	43
1. Resultados obtidos.....	44
1.1. Procedimento de avaliação do desempenho dos abrasivos .....	44
1.2. Caracterização do material “alvo” .....	44
1.2. Resultados obtidos no teste mecânico de <i>K-Locs</i> da amostra “alvo” .....	50
2. Preparação e Testes das Amostras de <i>K-Locs</i> preparados.....	52
2.1. Abrasivos produzidos utilizando os reagentes do fornecedor da Empresa A e resultados da análise dos testes das amostras.....	52
2.2. Abrasivos produzidos utilizando os reagentes do fornecedor da Empresa B e resultados da análise dos testes das amostras.....	55
2.3. Abrasivos produzidos utilizando os reagentes do fornecedor da Empresa C e resultados da análise dos testes das amostras.....	58
2.4. Abrasivos produzidos utilizando os reagentes do fornecedor da Empresa D e resultados da análise dos testes das amostras .....	65
2.5. Abrasivos produzidos utilizando reagentes de diferentes fornecedores, para promover melhores performances de desgaste .....	82
3. Análise Termogravimétrica das amostras.....	88
<b>Capítulo V. Conclusões</b> .....	91
Referências Bibliográficas.....	95

# Índice de Figuras

Figura 2.1. Estrutura química do polidimetilsiloxano .....	9
Figura 2.2. Relação entre a funcionalidade ( $F$ ), a estrutura e as propriedades dos polímeros	10
Figura 2.3. (a) Mecanismo de polimerização do polietileno; (b) Estrutura química do polietileno .....	13
Figura 2.4. Reação de formação da poliamida (nylon 6,6) .....	14
Figura 2.5. Formas isoméricas de encadeamento molecular .....	15
Figura 2.6. Apresentação das regiões cristalinas e amorfas presentes num polímero semicristalino segundo o Modelo de <i>Fringed Micelle</i> .....	17
Figura 2.7. Reação para obtenção das resinas fenólicas .....	19
Figura 2.8. Estruturas químicas de resinas fenólicas resol e novolacs .....	20
Figura 2.9. Cadeia estrutural de DGEBA .....	22
Figura 2.10. Esquema da estrutura reticulada obtida da polimerização de DGEBA com tetraetilenopentamina (TEPA) .....	24
Figura 2.11. Cadeia estrutural de fenóxi .....	24
Figura 2.12. Estrutura dos oligómeros de silicone. Legenda: X – grupos metilo, fenil, reativos e OR – grupos epóxidos, hidroxilo, amina, etc.....	26
Figura 2.13. Diferenças de funcionalidade de estruturas moleculares de silicone .....	27
Figura 2.14. Esquema das reações de preparação de poliésteres por policondensação .....	29
Figura 3.1. Identificação das etapas e sub-etapas do processo de preparação e teste das amostras preparadas ( <i>K-Locs</i> ) .....	37
Figura 3.2. Imagem de testador de <i>K-Locs</i> (1) com um <i>K-Loc</i> colocado (2), mesa de testes em DEKTON (3), cronómetro (4), termómetro electrónico (5) e mesa com sistema de aspiração de pó.....	41
Figura 4.1. Análise Termogravimétrica da resina extraída da amostra “ <i>alvo</i> ” .....	45
Figura 4.2. Análise comparativa dos espectros de FTIR da resina “ <i>alvo</i> ” e da <i>PR – KGS 1</i> .....	47
Figura 4.3. Análise comparativa dos espectros de FTIR da resina “ <i>alvo</i> ” e da <i>EP – KGS</i> .....	48
Figura 4.4. Análise comparativa dos espectros de FTIR da resina “ <i>alvo</i> ” e da <i>PR – KGS 2</i> .....	49
Figura 4.5. Análise quantitativa da espectroscopia de energia dispersiva de raios X da resina “ <i>alvo</i> ” .....	50
Figura 4.6. Imagem do <i>K-Loc</i> da amostra “ <i>alvo</i> ” depois do teste de desbaste .....	51

Figura 4.7. Variação média de massa de DEKTON desbastada pela amostra “ <i>alvo</i> ” ao fim de 5 e 10 minutos.....	51
Figura 4.8. Imagens dos <i>K-Locs</i> preparados através das resinas provenientes da Empresa A, antes e depois do teste de desbaste. Amostras: <i>AK – 1</i> e <i>AK – 2</i> .....	55
Figura 4.9. Imagens dos <i>K-Locs</i> preparados através das resinas provenientes da Empresa B, antes e depois do teste de desbaste. Amostras: <i>BK – 7</i> e <i>BK – 8</i> .....	58
Figura 4.10. Imagens dos <i>K-Locs</i> preparados através das resinas provenientes da Empresa C, antes e depois do teste de desbaste. Amostras: <i>CK – 14</i> , <i>CK – 15</i> e <i>CK – 22</i> ...	63
Figura 4.11. Imagens dos <i>K-Locs</i> preparados através das resinas provenientes da Empresa C, antes e depois do teste de desbaste. Amostras: <i>CK – 23</i> , <i>CK – 24</i> e <i>CK – 25</i> ...	64
Figura 4.12. Imagens do <i>K-Loc</i> preparado através das resinas provenientes da Empresa C, antes e depois do teste de desbaste. Amostra: <i>CK – 26</i> .....	65
Figura 4.13. Imagens dos <i>K-Locs</i> preparados através das resinas provenientes da Empresa D, antes e depois do teste de desbaste. Amostras: <i>DK – 2</i> , <i>DK – 3</i> e <i>DK – 14</i> .....	72
Figura 4.14. Imagens dos <i>K-Locs</i> preparados através das resinas provenientes da Empresa D, antes e depois do teste de desbaste. Amostras: <i>I</i> , <i>II</i> e <i>III</i> .....	75
Figura 4.15. Imagens dos <i>K-Locs</i> preparados através das resinas provenientes da Empresa D, antes e depois do teste de desbaste. Amostras: <i>IV</i> , <i>V</i> e <i>VI</i> .....	76
Figura 4.16. Variação média de massa de DEKTON desbastada pelas amostras <i>I</i> a <i>VI</i> , ao fim de 5 e 10 minutos.....	77
Figura 4.17. Imagens do <i>K-Loc</i> preparado através das resinas provenientes da Empresa D, antes e depois do teste de desbaste. Amostra: <i>DK – 2 M</i> .....	78
Figura 4.18. Variação média de massa de DEKTON desbastada pela amostra <i>DK – 2 M</i> , ao fim de 5 e 10 minutos.....	78
Figura 4.19. Variação média de massa de DEKTON desbastada pelos <i>K-Locs</i> das diferentes amostras estudadas, ao fim de 5 e 10 minutos.....	81
Figura 4.20. Imagens do <i>K-Loc</i> preparado através das resinas provenientes da Empresa D, antes e depois do teste de desbaste. Amostra: <i>DK – 60 M</i> .....	82
Figura 4.21. Variação média de massa de DEKTON desbastada pelas diferentes amostras com e sem reforço, ao fim de 5 e 10 minutos .....	83

Figura 4.22. Quantidade média de massa de DEKTON desbastada pelas amostras <i>DK – 2 M</i> e <i>DK – 60 M</i> com diamante e aglomerados de diamante ( <i>AGL</i> ), ao fim de 5 e 10 minutos.....	84
Figura 4.23. Variação média de massa de DEKTON desbastada pelas amostras <i>DK – 2 M</i> e <i>DK – 60 M</i> com aglomerados de diamante e diferentes tamanhos de botões de suporte do substrato, ao fim de 5 e 10 minutos.....	85
Figura 4.24. Variação de massa de DEKTON desbastada pelas amostras <i>DK – 60 M</i> com aglomerados de diamante e botão grande com diferentes quantidades de <i>AD – KGS 8</i> , ao fim de 5 e 10 minutos .....	87
Figura 4.25. Curva Termogravimétrica das amostras estudadas .....	89
Figura 4.26. Derivada da Curva Termogravimétrica das amostras estudadas em função da temperatura .....	89



# Índice de Tabelas

Tabela 2.1. Principais classificações dos polímeros .....	11
Tabela 2.2. Estruturas moleculares de homopolímeros e copolímeros .....	12
Tabela 2.3. Exemplo de grupos funcionais envolvidos em reações de policondensações e tipos de polímeros obtidos .....	14
Tabela 3.1. Fornecedores, reagentes/componentes e codificação dos reagentes utilizados ...	36
Tabela 4.1. Registo da temperatura ( $T$ ) do K-Loc, da massa da mesa de testes após cada minuto ( $m$ ) de desbaste, do cálculo da variação de massa da mesa de testes desbastada de minuto em minuto ( $\Delta m$ ) e da massa média desbastada ( $\Delta m_{média}$ ) ao fim de cada intervalo de tempo.....	51
Tabela 4.2. Preparação das amostras e dos <i>K-Locs</i> com base em resinas de silicone da Empresa A.....	53
Tabela 4.3. Preparação das amostras e dos <i>K-Locs</i> com base em resinas de silicone da Empresa A (continuação).....	54
Tabela 4.4. Preparação das amostras e dos <i>K-Locs</i> com base em resinas de silicone da Empresa B.....	57
Tabela 4.5. Preparação das amostras e dos <i>K-Locs</i> com base em resinas de silicone da Empresa C.....	60
Tabela 4.6. Preparação das amostras e dos <i>K-Locs</i> com base em resinas de silicone da Empresa C (continuação) .....	61
Tabela 4.7. Preparação das amostras e dos <i>K-Locs</i> com base em resinas de silicone da Empresa C (continuação) .....	62
Tabela 4.8. Preparação das amostras e dos <i>K-Locs</i> com base em resinas de silicone da Empresa D.....	67
Tabela 4.9. Preparação das amostras e dos <i>K-Locs</i> com base em resinas de silicone da Empresa D (continuação) .....	68
Tabela 4.10. Preparação das amostras e dos <i>K-Locs</i> com base em resinas de silicone da Empresa D (continuação) .....	69
Tabela 4.11. Preparação das amostras e dos <i>K-Locs</i> com base em resinas de silicone da Empresa D (continuação) .....	70



Tabela 4.12. Preparação das amostras e dos <i>K-Locs</i> com base em resinas de silicone da Empresa D (continuação) .....	71
Tabela 4.13. Preparação e teste de novos <i>K-Locs</i> elaborados com base na amostra <i>DK – 2</i> com diferentes constituintes .....	74
Tabela 4.14. Preparação e teste do <i>K-Loc</i> da amostra <i>DK – 2 M</i> .....	78

## Lista de Abreviaturas e Siglas

Ar – Grupo aromático ou arilo

BB – Botão grande

CBN - Nitreto cúbico de boro

DGEBA – Diglicidiléter de bisfenol A

DP – Grau de polimerização

EDS – Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X

EP – Resinas epóxicas

FTIR – Espectroscopia de Infravermelho, com transformada de Fourier

F – Funcionalidade

KBr – Brometo de potássio

LCP – Polímeros Termotrópicos

MF – Resinas Melamina-Formaldeído

m – Massa

$\Delta m$  – Massa desbastada/ polida no intervalo de 1 minuto

$\Delta m_{\text{média}}$  – Massa média desbastada/ polida no intervalo de 5 minutos e no intervalo de 10 minutos

% (m/m) – percentagem de massa do componente presente na amostra

NB – Botão normal

$n$  – Número de monómeros que constituem polímero

PA – Poliamidas

PE – Polietileno

PET – Politereftalato de etileno

PF – Resinas fenólicas

PMMA – Polimetilmetacrilato

PP – Polipropileno

PS – Poliestireno

PTFE – Teflon

PVA – Acetato de polivinilo

PVC – Policloreto de Vinil

SEM – Microscopia de Varrimento Electrónica

SI – Resinas de silicone

t – Tempo

T – Temperatura

TEPA – Tetraetilenopentamina

$T_g$  – Temperatura de Transição Vítrea

TGA – Análise Termogravimétrica

$T_m$  ou  $T_f$  – Temperatura de Fusão

$T_{Máxima}$  – Temperatura máxima da amostra

$T_{Mínima}$  – Temperatura mínima da amostra

$T_{ONSET}$  – Temperatura de início de desgaste da massa na amostra

T.T. – Tratamento térmico

UV – Ultravioleta

## Capítulo I. Introdução

Os materiais abrasivos são ferramentas com vital importância no fabrico de novos produtos industriais, como por exemplo na construção civil, na metalomecânica, na indústria automóvel, na madeira, etc. Estes produtos, são concebidos para cortar, desbastar, limpar e polir uma grande variedade de materiais (metais, materiais orgânicos e inorgânicos) <sup>[1], [2]</sup>.

Os materiais abrasivos são constituídos geralmente por partículas abrasivas (por exemplo o diamante) que realizam a limpeza, o desbaste e/ ou o polimento e o material de agregação dessas partículas (a resina) a um substrato.

A KGS Diamond é uma empresa líder mundial de mercado de abrasivos diamantados, sediada na Suíça, fundada em 1952, com treze postos de vendas e escritórios distribuídos ao longo da Europa, América do Norte, China e Dubai. Atualmente possui quatro unidades de fabrico localizadas na Suíça, Holanda, Hungria e Portugal.

O centro de produção em Portugal, situado no Parque Empresarial de Lanheses, nasceu em 2008 e está especializado em abrasivos diamantados e convencionais, com base em tecnologias de resinas líquidas.

A empresa KGS é reconhecida por contribuir ativamente para a inovação tecnológica do mundo abrasivo, patenteando regularmente diversos materiais. Destaca-se ainda pela capacidade de controlar tecnologias complexas, tais como: a metalização de tecidos – “metallised fabrics” (“screen printing jobs”, “electromagnetic shielding” (EMI/RFI)) e “multi colour flocking”), *electroplating*, a sinterização à base de metal e resina, a moldagem de resinas, o revestimento pulverizado e as tecnologias padrão de abrasivos revestidos <sup>[3]</sup>.

A empresa tem como objetivo a substituição da sua tecnologia atual, com a introdução de uma nova resina promissora na produção.

O objetivo do trabalho neste estágio foi orientado para a preparação e caracterização de novos materiais compósitos abrasivos que fossem de encontro às necessidades propostas pelo mercado.

Para o efeito, o estágio decorreu no Departamento de Investigação e Desenvolvimento da empresa e teve como principais atividades a investigação/ pesquisa/ procura de novos reagentes para preparação de abrasivos, preparação de compósitos e avaliação das suas propriedades, preparação e caracterização de abrasivos e a otimização das condições de preparação/ fabrico de abrasivos com interesse para a empresa.

Este relatório é constituído por uma breve introdução alusiva à descrição da empresa (Capítulo I); à documentação do estado da arte (Capítulo II), que engloba informações

referentes a materiais abrasivos, partículas abrasivas, entre elas o diamante, polímeros usualmente utilizados/ incorporados, resinas aplicadas na produção de materiais abrasivos, cargas ou *fillers*, corantes e aditivos.

No Capítulo III são indicados os materiais e reagentes utilizados e dos processo de preparação dos materiais (usando códigos adequados para se assegurar a confidencialidade da informação) e teste de compósitos/ abrasivos. Também é apresentada a informação sobre as técnicas e métodos empregues para a caraterização dos materiais produzidos.

Nos capítulos posteriores são feitas a análise e discussão dos resultados obtidos (Capítulo IV) perante os testes realizados na utilização dos abrasivos provenientes das diferentes amostras de diferentes fornecedores e as conclusões, no último capítulo (Capítulo V).



## Capítulo II. Estado da arte



## 1. Materiais Abrasivos

Os abrasivos podem ser classificados em dois tipos básicos: abrasivos aglomerados (*bonded abrasives*) e abrasivos revestidos (*coated abrasives*). O desempenho de cada um deles está diretamente associado à sua utilização industrial, ou seja, ao comportamento físico, sob tensão, e ao calor gerado durante a utilização.

Os *bonded abrasives*, em geral, consistem em dois componentes básicos: os grãos e o aglomerante (*bonding*) (que pode ser resina, material cerâmico ou metal).

Os *coated abrasives* consistem em grãos colados num material de apoio.

Um produto abrasivo consiste principalmente em grãos (materiais inorgânicos de dureza excepcional) que conferem à peça a capacidade de desbaste (*grinding*), dispersos na resina que promove a fixação do grão e a maior ou menor resistência térmica e mecânica, e poros para remoção de aparas ou pó.

Existem essencialmente três materiais utilizados como matriz (*binders*): matriz à base de metais (*metal bond*), à base de cerâmicos (*ceramic bond*) ou à base de resinas poliméricas (*resinoid bond*).

A *resinoid bond* mais utilizada na indústria abrasiva é baseada em polímeros obtidos a partir da polimerização de resinas fenólicas, pois tem excelentes propriedades, nomeadamente, elevada resistência térmica e proporciona uma forte aderência aos grãos, é mais barata e de fácil processamento. Outras resinas termoendurecíveis, como a resina de poliuretano, pode ser mais flexível do que a resina fenólica, mas só são usadas em aplicações onde o acabamento não é crítico, porque apresentam uma resistência térmica demasiado baixa para o seu uso no desbaste a seco (*dry grinding*) ou aplicações de alta eficiência [2].

Os compósitos com melhores características abrasivas, são materiais cada vez mais solicitados no campo da engenharia avançada, em muitas aplicações onde a alta resistência ao desgaste é exigida. A obtenção dessa resistência é geralmente conseguida através da incorporação de uma fase secundária na matriz inicial do material.

Mudanças na microestrutura, na morfologia, nas propriedades mecânicas dependem crucialmente do tamanho da partícula, da adesão partícula/ matriz e da carga da partícula, no volume de fração da fase de reforço (fase que melhora a resistência dos materiais), bem como na natureza da interface entre a matriz e o reforço, são algumas das alterações que podem ser promovidas para otimizar as propriedades ao desgaste nos materiais abrasivos [4], [5].

Uygunoglu *et al*/ referem que a alteração do tamanho de sílica de micro para uma escala de nano permite melhorar as propriedades mecânicas dos polímeros, tornando-os mais rígidos e com maior tenacidade (resistência à quebra) <sup>[6]</sup>.

Fu *et al*, referem que as propriedades mecânicas são melhoradas quando a adesão matriz/partículas é boa.

Ainda de acordo com estes autores o módulo elástico ou módulo de *Young*, que corresponde à deformação elástica da matriz, depende significativamente do tamanho de partícula <sup>[11,17]</sup>.

De acordo com Kitey et Tippur, as propriedades dos constituintes de fase (carga e matriz), fração de volume de carga, tamanho da partícula de carga e a tensão de interface matriz/carga influenciam significativamente as propriedades mecânicas em geral <sup>[8]</sup>.

Monteiro *et al*/ identificam os compósitos de polímeros de resina epóxida diamantados como materiais de sucesso no campo dos abrasivos, pois estes apresentam boa dureza e integridade perante o desgaste por abrasão <sup>[9]</sup>.

Os materiais abrasivos diamantados são utilizados como ferramentas de desbaste e polimento dos mais variados materiais, consistindo em partículas abrasivas de diferentes tamanhos imersas em matrizes poliméricas. Estas partículas são as principais responsáveis pelo processo de desbaste e polimento. Das partículas comumente utilizadas no campo dos abrasivos o diamante é quem mais se destaca pois apresenta uma elevada dureza que permite às ferramentas abrasivas terem um tempo de vida útil mais prolongado, mas também que tenham um maior rendimento no processo abrasivo .

O desgaste do material abrasivo depende diretamente da percentagem de partículas utilizadas como abrasivas, sendo tanto mais resistente quanto maior for essa percentagem. O desgaste começa praticamente quando começa a ocorrer o desgaste das partículas em sintonia com o desgaste da matriz polimérica, que atua como ligante (retém as partículas abrasivas na ferramenta de polimento).

Quando a matriz e as partículas atingem um ponto crítico de desgaste, as partículas desprendem-se da matriz, deixando pequenos orifícios e promovem o aparecimento de uma nova camada de partículas para prosseguir o processo de desbaste ou de polimento. Esse processo designa-se por protusão ou *pull-out* <sup>[10]</sup>.

## 2. Partículas Abrasivas/ Grão

A principal função das partículas abrasivas consiste em desbastar o material de trabalho. O grão utilizado depende sobretudo da natureza e dureza do material de trabalho mas, no entanto, e por norma o grão é um material inorgânico de elevada dureza.

Os grãos mais duros utilizados são os de diamantes e de CBN (nitreto cúbico de boro), os chamados *super abrasivos (SuperHard Coatings)*. O CBN apresenta uma dureza ao risco (*scratch hardness*) de aproximadamente 10 *Mohs*<sup>[11]</sup>, ou uma dureza estática de indentação (*static indentation hardness*), ou dureza de *Vickers (H<sub>v</sub>)*, entre 46 e 50GPa. Enquanto que o diamante, mais duro, apresenta uma dureza ao risco de 10 *Mohs* e uma dureza de *Vickers* entre 70 e 90 GPa<sup>[11]-[14]</sup>.

Quanto mais elevada é a dureza e resistência do grão maior é a sua tendência para a fragilidade. Assim é necessário que a resina apresente maior flexibilidade em detrimento da resistência térmica, para garantir uma melhor adesão para com os grãos tão duros e frágeis, pois estes normalmente são utilizados em desbastes “finos”.

O tamanho do grãos utilizado depende dos requisitos de desbaste, quanto mais rugosa a superfície for, maior o tamanho de grão a usar<sup>[2]</sup>.

## 3. Diamante

O diamante é uma forma alotrópica de carbono, com grande relevância para uma vasta gama de aplicações por apresentar propriedades únicas e excepcionalmente elevadas, tais como: dureza, condutividade térmica, inércia química e térmica e resistência à abrasão. Assim como os demais materiais existentes com elevada dureza também estese apresenta como material frágil.

O diamante apresenta-se normalmente sob a forma de partículas/ formas invariavelmente pequenas e irregulares e pode ser natural, sintetizado a alta pressão – através de vapores químicos depositados e diamante com o carbono.

O diamante constitui-se como um material extremamente atrativo para a indústria dos abrasivos por apresentar excelentes propriedades em fricção, nomeadamente, um baixo coeficiente de atrito conjugado com uma elevada resistência ao desgaste. É, por isso, um

material normalmente empregue na preparação de ferramentas de desbaste, esmerilamento, corte, maquinagem, serragem e de fios de gravação. A elevada condutividade térmica do diamante permite ainda aumentar consideravelmente a velocidade de execução (produtividade) destes trabalhos, por ele dissipar rapidamente o calor da sua superfície de contacto sem perda significativa de dureza <sup>[15], [16]</sup>.

## 4. Polímeros

Os polímeros (naturais ou sintéticos) são macromoléculas que resultam da associação de um ou mais elementos unitários (monómeros) quer na forma de estruturas lineares quer em formas de agregação mais complexa que poderá envolver a formação de redes tridimensionais. Estas macromoléculas, com características próprias, resultam da natureza química dos átomos ou dos grupos funcionais que lhes dão lugar. As macromoléculas são caracterizadas pelo seu tamanho, estrutura química e interação intra e intermolecular.

Um polímero é um sistema formado por um conjunto de macromoléculas, isto é, um conjunto de entidades moleculares de grande dimensão, que são obtidos através da ligação covalente de um grande número de unidades de repetição, mais comumente chamado de unidades monoméricas ou meros <sup>[17]-[19]</sup> (figura 2.1.).

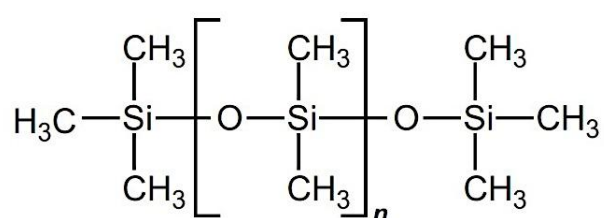


Figura 2.1. Estrutura química do polidimetilsiloxano <sup>[20]</sup>

Se um monómero possuir grupos funcionais que propiciem o crescimento da molécula por apenas um ponto, não se gera qualquer polímero. Só se dá origem a um polímero se a sua estrutura química apresentar uma funcionalidade igual ou superior a 2, isto é, se apresentar dois grupos terminais / funcionais suscetíveis de permitir a formação de ligações.

Se o monómero apresentar dois pontos, isto é, a funcionalidade da molécula for 2, o polímero resultante terá cadeias lineares e comportamento termoplástico. Se os grupos funcionais

permitirem reação por 3 ou mais pontos, o polímero resultante poderá conter ligações cruzadas entre diferentes cadeias de polímero favorecendo a formação de estruturas reticuladas (*crosslinks*), apresentando estrutura reticulada, tendo comportamento de termoendurecível <sup>[17]</sup> (ver figura 2.2.).

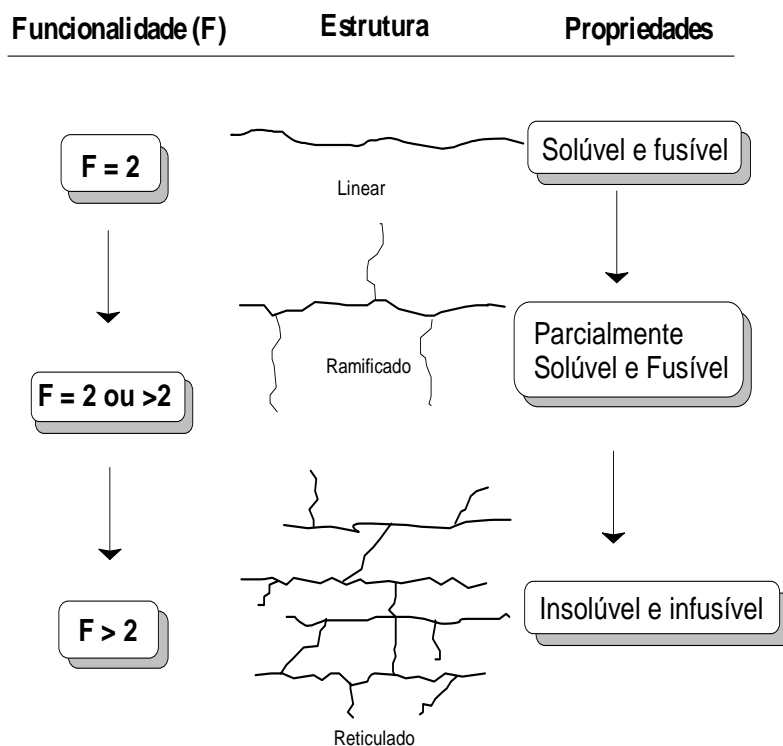


Figura 2.2. Relação entre a funcionalidade (F), a estrutura e as propriedades dos polímeros <sup>[21]</sup>

A reação química que ocorre entre as micromoléculas, que produzem um polímero, é denominada por reação de polimerização, em que a molécula inicial, o monómero, se une, sucessivamente a outras, dando origem ao dímero, trímero, tetramero por propagação da reação de polimerização, e finalmente ao polímero <sup>[17], [18]</sup>.

A quantidade de meros presentes na cadeia polimérica definem o grau de polimerização, que se designa por *DP* (*degree of polymerization*) e é dado pela razão entre a massa molecular do polímero e a massa molecular da unidade monoméricas.

Os polímeros podem classificar-se segundo vários atributos, como se apresenta na tabela 2.1..

Tabela 2.1. Principais classificações dos polímeros <sup>[17]</sup>

Critério	Classe de Polímero
Origem do Polímero	Natural; Sintético
Tipo de monómero	Homopolímero; Copolímero
Mecanismo da reação de polimerização	Polímero de adição (ou cadeia); Polímero de condensação (ou etapas); Modificação de outro polímero.
Estrutura química da matriz polimérica	Linear; Ramificado; Reticulado.
Encadeamento da cadeia polimérica	Sequência cabeça-cauda; Sequência cabeça-cabeça, cauda-cauda.
Configuração dos átomos da cadeia polimérica	Sequência <i>cis</i> ; Sequência <i>trans</i> .
Taticidade da cadeia polimérica	Isotático; Sindiotático; Atático.
Fusibilidade e/ou solubilidade do polímero	Termoplástico; Termoendurecível;
Comportamento mecânico do polímero	Borracha ou elastômero; Plástico; Fibroso.

Os polímeros podem ser obtidos diretamente da natureza (naturais) ou serem sintetizados por processos químicos (sintéticos). A sua composição pode apresentar apenas um monómero (homopolímero) ou dois ou mais monómeros distintos (copolímero o heteropolímero), dependendo do tipo de reação que promoveu a interligação dos meros para formar a cadeia polimérica <sup>[17], [18]</sup> (ver tabela 2.2.).

Tabela 2.2. Estruturas moleculares de homopolímeros e copolímeros <sup>[17]</sup>

Monómero	Polímero		Representação
A	Homopolímero		.....A-A-A-A-A.....
B	Homopolímero		.....B-B-B-B-B.....
A+B	Copolímero	Alternado	.....A-B-A-B-A-B-A-B-A-B.....
		Em bloco	.....A-A-A-A-A-B-B-B-B-B.....
		Graftizado ou enxertado	B-B..... .....A-A-A-A-A..... .....B-B-B-B
		Aleatório	.....A-B-B-A-A-B-A-A-A-B.....

Os polímeros são designados mediante a sua origem, a estrutura do mero ou em siglas. Mediante as recomendações da *International Union of Pure and Applied Chemistry* (IUPAC), é colocado o prefixo *poli* antes do nome do monómero (entre parêntesis, em geral) que lhe dá origem. Se o homopolímero surgir de uma expressão, coloca-se o prefixo *poli* e dentro de parêntesis a expressão. Também podem ser designados por siglas (por exemplo: EP (resina epóxida)) que estão associadas ao polímero em si <sup>[17], [18]</sup>.

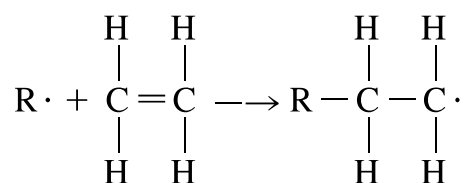
As massas moleculares dos polímeros variam em geral, entre  $10^4$  e  $10^6$  g/mol, com longos segmentos moleculares com dimensões que podem variar entre 100 e 100 000 Å (Angstrom), que propiciam o enlaçamento, o emaranhamento e que simultaneamente promovem a alteração do espaço vazio entre as cadeias (volume livre). Os polímeros com valores de massas moleculares inferiores ( $10^3$  g/mol) designam-se por oligómeros e apresentam-se, por norma, como produtos viscosos <sup>[17], [19]</sup>.

Os polímeros industriais são normalmente obtidos a partir da síntese de moléculas orgânicas, em que com o auxílio à ciência moderna, geralmente, de uma forma barata, conseguem-se alterar algumas propriedades dos seus homólogos naturais (derivados das plantas e dos animais, como: os polissacarídeos (amido e a celulose), proteínas, enzimas, borracha, algodão, lã e a seda e que são utilizados há vários séculos pelos povos), permitindo obter materiais muito úteis, até indispensáveis no nosso dia-a-dia, como são os casos: dos plásticos, das borrachas e das fibra <sup>[17], [22]</sup>.

A reação pela qual se sintetizam os polímeros pode classificar-se em:

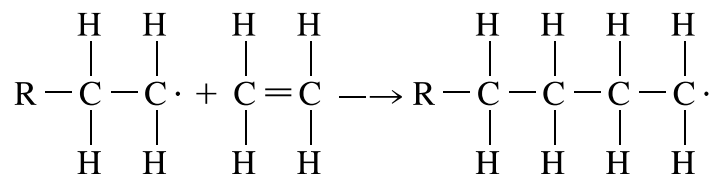
- Reação em cadeia (ou de adição) ou poliadição: ocorre uma série de três reações sucessivas ou em simultâneo designados por iniciação, propagação e terminação, cada uma delas consome uma partícula reativa e produz outra similar, pois cada reação individual depende da anterior. As partículas reativas podem ser radicais livres, catiões e aniões. O produto deste tipo de polimerização (poliadição) resulta da combinação de um determinado número de monómeros sem se verificar perda de massa. Os polímeros obtidos por este tipo de polimerização são sempre um termoplásticos <sup>[2], [21], [23]</sup> (ver figura 2.3. (a) e 2.3.(b)).

1º passo da polimerização: Ativação / Formação do radical



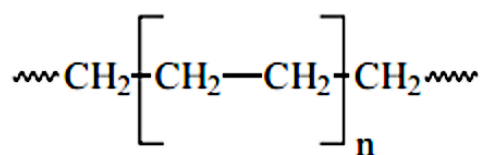
(R - Espécie Catalítica)

2º passo da polimerização: Polimerização



(R - Espécie Catalítica)

(a)



(b)

Figura 2.3.: (a) Mecanismo de polimerização do polietileno; (b) Estrutura química do polietileno <sup>[22]</sup>

- Reação por etapas (ou condensação) ou policondensação: ocorre a perda de uma outra pequena molécula ao passo que o mecanismo de adição envolve geralmente dienos (carbonos com duas ligações) e que por ação de um iniciador/catalisador é originado um composto radicalar (polimerização/adicação radicalar), um anião (polimerização/adicação aniónica, usando iniciador alcalino) ou catião (polimerização/adicação aniónica usando iniciador ácido). Este tipo de polimerização



envolve menores quantidades de produtos em relação à poliadição e ocorre por interação de dois ou mais compostos com a eliminação de um composto simples, como a água, a amónia, o cloreto de hidrogénio, etc. Os polímeros obtidos por policondensação podem ser termoplásticos ou termoendurecíveis e possuem menores massas moleculares do que os obtidos por poliadição. As reações de policondensação permitem obter polímeros de alta performance para além dos polímeros tradicionais <sup>[21]</sup>.  
<sup>[21], [23]</sup> (ver figura 2.4. e tabela 2.3.).

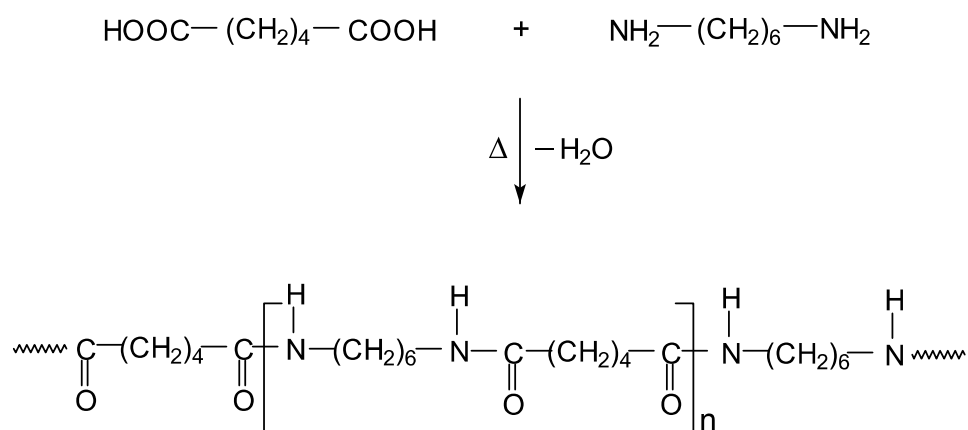


Figura 2.4. Reação de formação da poliamida (nylon 6,6) <sup>[21]</sup>

Tabela 2.3. Exemplo de grupos funcionais envolvidos em reações de policondensações e tipos de polímeros obtidos <sup>[21]</sup>

Reatividade dos grupos funcionais dos monómeros	Ligação estabelecida entre os monómeros	Grupo que se elimina	Designação do polímero
$-\text{CO}-\text{X} + -\text{NH}_2$	$-\text{CO}-\text{O}-$	HX	Poliamidas
$-\text{CO}-\text{X} + -\text{OH}$	$-\text{CO}-\text{NH}-$	HX	Poliésteres
$-\text{N}=\text{C}=\text{O} + -\text{OH}$	$-\text{O}-\text{CO}-\text{NH}-$	-	Poliuretanos
$-\text{XCO}-\text{X} + -\text{OH}$	$-\text{O}-\text{CO}-\text{O}-$	HX	Policarbonatos
$-\text{X}-\text{COX} + -\text{NH}_2$	$-\text{NH}-\text{CO}-\text{NH}-$	HX	Poliureias
$-\text{CO}-\text{OH} + -\text{CO}-\text{OH}$	$-\text{CO}-\text{O}-\text{OC}-$	$\text{H}_2\text{O}$	Polianidridos
$-\text{CH}_2-\text{CH}-\text{O}- + \text{ArOH}$	$-\text{ArO}-$	$\text{H}_2\text{O}$	Epóxi
$-\text{HCHO} + -\text{NH}_2$	$-\text{CH}_2\text{N}-$	$\text{H}_2\text{O}$	Aminoplastos
$-\text{HCHO} + -\text{ArH}_2$	$-\text{Ar}-\text{CH}_2-\text{Ar}$	$\text{H}_2\text{O}$	Fenoplastos

- Um polímero pode também ser preparado através da modificação de um outro polímero, para isso recorre-se a determinadas reações químicas, como: a hidrólise, a esterificação, a acetalização, etc., de forma a modificarem as propriedades iniciais do polímero de partida (exemplo: a modificação química de polímeros naturais como a celulose, a borracha natural e o amido) <sup>[17]-[19], [21]</sup>.

Nas reações de polimerização o encadeamento das unidades monoméricas pode ser realizado na forma regular “*head to tail*” (cabeça-cauda), ou na forma “*head to head*” (cabeça-cabeça), “*tail to tail*” (cauda-cauda) ou mista, no entanto o mais usual é o encadeamento “*head to tail*” <sup>[17]-[19], [21]</sup> (ver figura 2.5.).

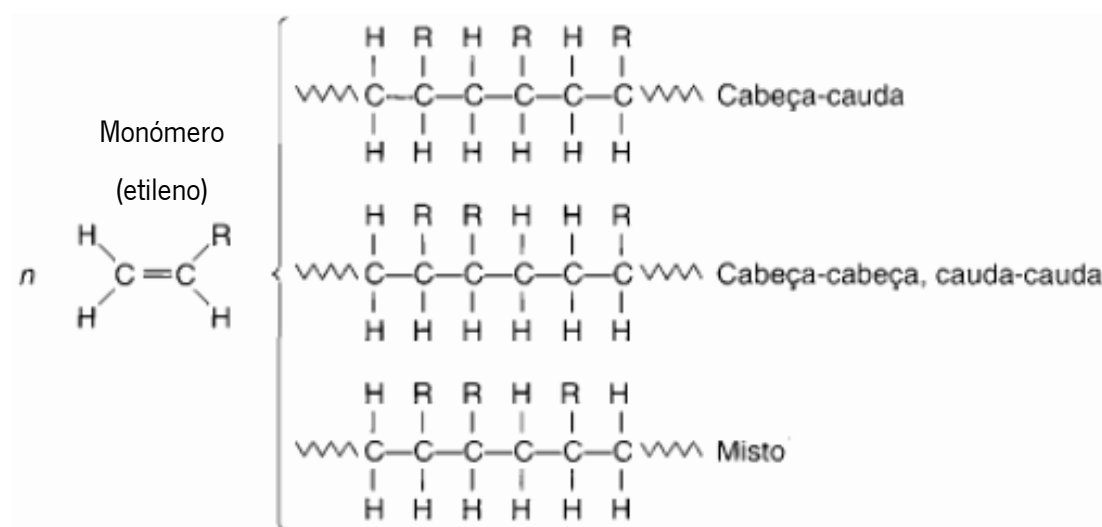


Figura 2.5. Formas isoméricas de encadeamento molecular <sup>[17]</sup>

Os termoplásticos (ou plásticos) são polímeros que podem ser dissolvidos por solventes adequados, fundem na presença de calor, e endurecem ao esfriarem-se, num processo reversível (exemplos: polietileno (PE), polipropileno (PP), poliestireno (PS), polimetilmetacrilato (PMMA), policloreto de vinil (PVC), politereftalato de etileno (PET), Teflon (PTFE) e o *nylon*). Os polímeros termoendurecíveis assumem uma estrutura reticulada, com ligações cruzadas, tornando-os infusíveis quer por aquecimento quer por outra forma de tratamento que lhes confere uma elevada rigidez, tornando-os mais duros, resistentes e frágeis que os termoplásticos (exemplos: poliéster, poliuretano, polímero epóxi e polímeros fenólicos (baquelite)) <sup>[19], [23]</sup>.

O comportamento mecânico dos polímeros está associado ao grau de elasticidade dos materiais obtidos, a borracha (o mais flexível), os plásticos e a fibra (menos flexível).

Os polímeros podem apresentar-se sob um estado amorfo ou semi-cristalino. A disposição das moléculas no estado amorfo é desordenada, enquanto que no estado cristalino as moléculas possuem uma ordenação tridimensional, isto é, há um arranjo ordenado de matéria no espaço, com repetição regular de grupos atômicos ou moleculares - cristalinidade ("crystallinity").

A cristalinidade nos polímeros depende da estrutura química, da massa molecular e do tratamento físico, incluindo temperatura, tempo e forças a que foi submetido o material <sup>[17]</sup>.

A presença de eventuais ramificações tem efeitos significativos em muitas propriedades físicas do polímero, nomeadamente na diminuição da cristalinidade. Esta diminuição deve-se ao facto dos polímeros ramificados não terem tanta adaptabilidade como os lineares para se acomodarem facilmente numa rede cristalina <sup>[21]</sup>.

Ao passarem da fase sólida para a fase líquida, os polímeros amorfo são contrário dos materiais cristalinos não estão a realizar uma fusão, mas uma transição de fase designada por *transição vítrea* ( $T_g$ ). Durante esta transição o polímero passa de um estado rígido desordenado (estado vítreo) para um estado desordenado, onde as cadeias poliméricas possuem uma maior mobilidade.

A fusão pode ser considerada como uma transição súbita onde ocorre a alteração no estado de coesão das partículas transformando-se num fluido, enquanto que na transição vítrea ( $T_g$ ) ocorre a transição entre dois estados com características diferentes.

A Figura 2.6. apresenta-se o Modelo *Fringed Micelle*, que propõe que num polímero semicristalino existem pequenas regiões cristalinas (cristais, ou micelas), que possuem um alinhamento regular e que estão incorporadas no interior de uma matriz amorfa composta por moléculas que estão orientadas de forma aleatória <sup>[22], [24], [25]</sup>.

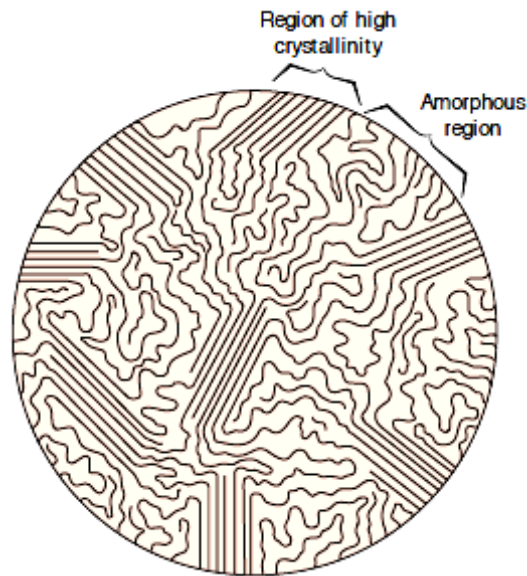


Figura 2.6. Apresentação das regiões cristalinas (*Region of high crystallinity*) e amorfas (*Amorphous region*) presentes num polímero semicristalino segundo o Modelo de *Fringed Micelle* <sup>[22]</sup>

## 5. Resinas Poliméricas

Os polímeros apresentam-se muitas vezes sob a forma de líquidos viscosos, normalmente designados por “resinas poliméricas”, de diversa natureza: soluções, suspensões e soluções coloidais (sóis ou gels).

Após solidificação (cura, no caso das resinas termoendurecíveis), elas apresentam normalmente uma fratura concoide (lisa na parte próxima da origem da fatura e em linhas rasgadas no resto da superfície) e um intervalo de amolecimento. Estas características são geralmente encontradas em materiais amorfos <sup>[23], [26]</sup>.

As resinas podem ser de origem natural ou sintética, em que as primeiras se obtêm a partir da secreção orgânica de certas plantas ou derivados de petróleo, enquanto que as últimas possuem a maioria das propriedades físicas das primeiras, podendo ainda ter propriedades únicas, no entanto são obtidas por síntese.

As resinas sintéticas são muito utilizadas na indústria, como componentes de abrasivos, tintas, aglutinantes, impregnação têxtil, adesivos, etc. <sup>[23]</sup>.

No campo industrial as resinas são sujeitas a ambientes bastante exigentes e por isso necessitam de ter propriedades muito especiais, como : estabilidade dimensional a elevadas temperaturas, excelente resistência termooxidativa, baixo índice de absorção de água, boa

resistência química, inerteza à fotodegradação, elevada rigidez mecânica, excelente maleabilidade (em alguns casos) e elevada resistência à compressão. Estas resinas designam-se no campo industrial por “*High Performance Thermosetting Resins*”<sup>[27]</sup>.

Dos tipos de resinas presentes no mercado e no âmbito deste trabalho, de que se procuram obter materiais com as características adequadas para a sua aplicação na produção de materiais abrasivos, destacam-se as seguintes:

- Fenólicas;
- Epóxicas;
- Fenólicas;
- Silicones;
- Melamínicas;
- Poliésteres insaturados;
- Poliamidas.

### 5.1. Resinas Fenólicas (PF)

O fenol é um material que na forma sólida se apresenta como cristais brancos que fundem a uma temperatura de aproximadamente 41°C e pode ser obtido por meio natural (através de alcatrão de carvão) ou sintético (através do processo Cumene, conversão de benzeno em fenol por sulfonação). O fenol utilizado normalmente na produção de resinas sintéticas, consiste numa mistura de fenol com ortocresol numa proporção de 90/10 ou 80/20<sup>[2]</sup>.

As resinas fenólicas ou resinas de fenol-formaldeído (PF) são resinas sintéticas produzidas através da reação de condensação do formaldeído (ou formol) e do fenol ou qualquer um dos seus derivados<sup>[28]</sup> (ver figura 2.7.).

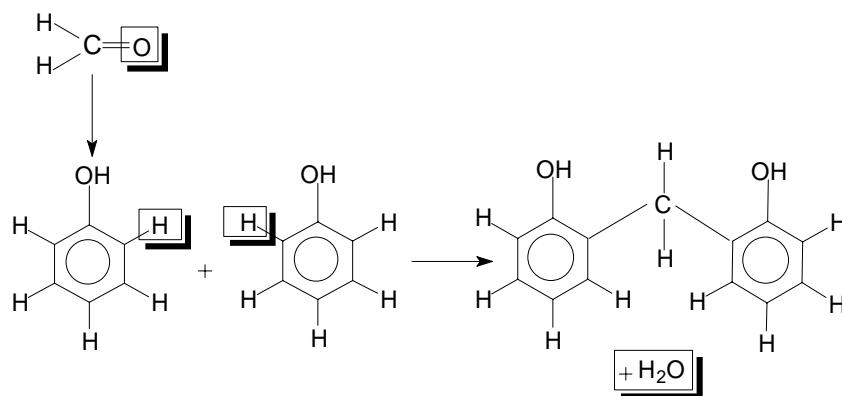


Figura 2.7. Reação para obtenção das resinas fenólicas [28]

As primeiras experiências com estas resinas/ polímeros termoestáveis datam de 1907, quando Leo Baekeland preparou um material com inovadoras características mecânicas e elétricas por uma reação entre o fenol e o formaldeído, que denominou por *Baquelite* (que foi utilizado na preparação de peças isolantes elétricas e resistentes ao calor) [23].

As resinas fenólicas apresentam como vantagens boa estabilidade dimensional, elevada resistência mecânica e térmica, elevada resistência química, dureza de superfície, durabilidade, boa resistência ao calor (térmica), ao impacto, a agentes químicos diversos, a deformações e apresentam excelentes propriedades dielétricas. Estas resinas para além de apresentarem custos baixos, são autoextinguíveis (extinguem-se por si só logo que deixe de existir presença de chama) e apresentam baixos índices de emissão de fumos e outros gases tóxicos, quando expostas a ambiente térmico extremos [29]-[32].

Como desvantagens apresentam: dificuldades de processamento, devido ao facto de libertarem água durante a reação de cura ou polimerização (reação química que ocorre quando as moléculas dos compostos em causa reagem entre si, promovendo a reticulação destes e a formação de complexos irreversíveis); dificuldades no controlada viscosidade da resina; dificuldade de reciclagem do material (reaproveitamento do material como carga) e a sua inerente fragilidade [29]-[32].

Liu *et al*/ propôs que se melhorasse a fragilidade e a resistência mecânica destes polímeros através da adição de borrachas, termoplásticos e de partículas cerâmicas ou vidro [29].

Ma *et al*/ melhorou a força de impacto e a resistência térmica modificando a resina fenólica com recursos a nanopartículas de elastómeros orgânicos [33].

No campo das aplicações, as resinas fenólicas são utilizadas em componentes de automóveis, em laminados de madeira utilizados na área da recuperação naval, em peças elétricas moldadas, em portas, etc. [29], [34].

Para além disso estas resinas são usadas com sucesso como agentes de ligação em materiais de alta performance, pois penetram e aderem muito bem à estrutura de muitos *fillers* orgânicos e inorgânicos, conferindo um reforço acrescido ao material.

Uma breve exposição térmica permite completar o processo de cura ou polimerização de forma a obter melhores propriedades de resistência mecânicas, térmicas e químicas, pretendidas no campo da engenharia [23], [34], [35].

As estruturas químicas obtidas destas resinas dependem fundamentalmente da razão molar entre estes dois componentes ( $F/P$  – Formol/Fenol), do pH da reação, da natureza e concentração de catalisador (ácido ou básico) e da temperatura da síntese. Os compósitos fabricados por meio de processo ácido designam-se por resinas ácidas ou novolacs e as obtidas em meio alcalino por resinas alcalinas ou resóis (ver figura 2.8.). Ambas são curadas a temperaturas que variam de 130-170°C dependendo do tipo do agente de cura (ácido ou básico) empregado [34]-[36].

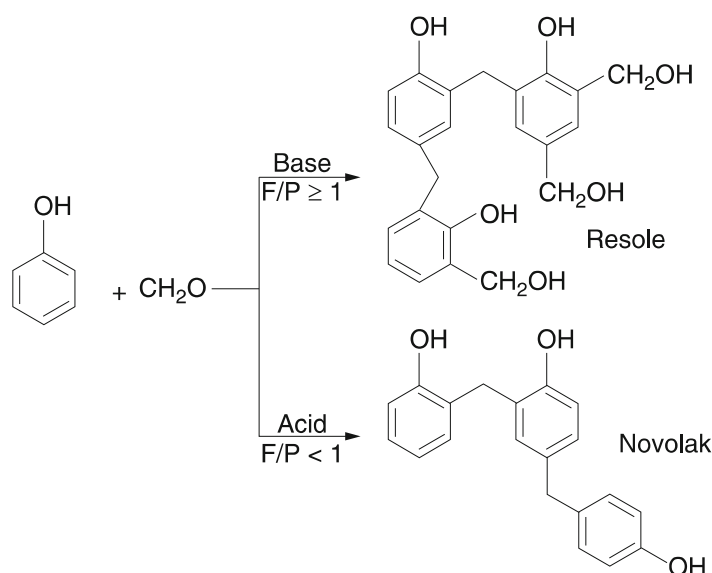


Figura 2.8. Estruturas químicas de resinas fenólicas resole e novolacs [1]

Quando curadas as duas resinas referidas anteriormente apresentam propriedades mecânicas, físicas e químicas praticamente iguais, estando a principal diferença na estrutura molecular do pré-polímero.

As resinas do tipo resol são estáveis à temperatura ambiente, apresentam massa molar um pouco mais baixa do que as novolacs, e sofrem reações reticulares ou curam, sob alta temperatura com ou sem a ajuda de um ácido forte como agente de cura. Como catalisadores normalmente utilizam-se hidróxidos metálicos, carbonatos e aminas (primárias, secundárias e terciárias).

As resinas novolacs são curadas mediante a adição de um agente de reticulação, geralmente hexametiltetramino também conhecido como hexamina (HMTA), por ação do calor, para além do uso da ureia e de outras resinas que lhe podem ser adicionadas como: resinas de melamina, di-isocianatos, resinas epoxi e resinas fenólicas do tipo resol <sup>[1], [36], [37]</sup>.

Apresentando-se normalmente líquidas as novolacs apresentam algumas vantagens face as resóis (resinas sólidas), a saber:

- Os agentes alcalinos utilizados tais como os ácidos presentes nos resóis contribuindo assim para a degradação/destruição global do sistema em que sejam aplicadas;
- Apresentarem temperatura de processamento mais baixa, o que diminui os gastos com energia e um tempo de vida superior, por serem mais estáveis à temperatura ambiente quando combinada com o agente de cura;
- Durante o seu processamento não ocorrem mudanças tão abruptas de viscosidade no decorrer do tempo tal como acontece com as resinas resóis, formando-se menor quantidade de vapor durante o processo e desta forma a pressão interna da matriz a altas temperaturas é menor, facilitando a produção de perfis de boa qualidade com excelente desempenho, mesmo a velocidades elevadas <sup>[36]</sup>.

Para melhorar as propriedades de um material composto à base de resinas fenólicas, é necessário combinar devidamente o tipo de resina fenólica (resol, novolac ou modificada), o tipo e o teor de reforço (fibra de vidro, de carbono, tecidos transversais), os aditivos (desmoldantes, agentes de cura, redutores de viscosidade, entre outros) e as demais cargas (*fillers*) necessárias <sup>[1], [36], [37]</sup>.

## 5.2. Resinas Epóxicas (EP)

As resinas epóxicas são consideradas uma classe de polímeros termoendurecíveis com propriedades únicas, inatingíveis pelas demais resinas termoendurecíveis existentes. Tais



características fazem com estes polímeros sejam amplamente utilizados nos mais variados materiais estruturais e em preparação de aplicações de compósitos. Elas despertam muito interesse no campo da engenharia, por apresentarem um excelente equilíbrio entre as propriedades mecânicas e a sua extrema versatilidade <sup>[2], [38], [39]</sup>.

A localização do grupo epóxido, que é identificado como grupo funcional terminal do DGEBA (figura 2.9.) numa molécula, pode determinar as diferenças de estrutura e reatividade entre as várias classes de resinas epóxicas.

A reatividade do grupo epóxi com outros compostos químicos, promove a abertura do anel, levando à formação de ligações de reticulação, que fazem com que o polímero endureça e solidifique como produto polimerizado. Estas resinas antes da reação de solidificação apresentam-se como materiais líquidos viscosos que passam a ser um plástico termoendurecíveis aquando da reticulação, sendo mais usuais as que se obtêm através da reação entre epícloridrina e o bisfenol A (diglicidil éter de bisfenol A - DGEBA) <sup>[2], [39]</sup> (ver exemplo/equação da reação da figura 2.9.).

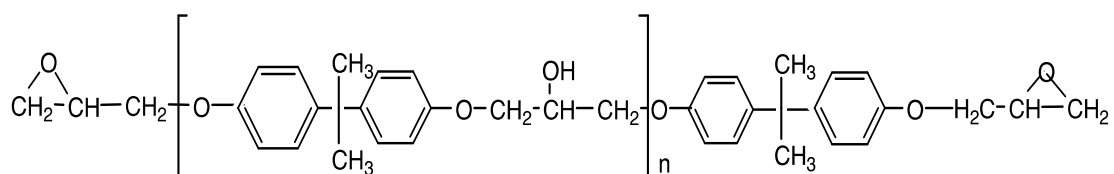


Figura 2.9. Cadeia estrutural de DGEBA <sup>[39]</sup>

As EP pertencem ao grupo dos polímeros termoendurecíveis, sendo amarelados e translúcidos. Estes polímeros são muito aplicados como adesivos, revestimentos e matrizes de compósitos de alta performance.

O facto de apresentarem características como boa resistência mecânica à abrasão, química, alta tenacidade, boa adesividade e baixa contração após cura, permite que estas sejam incluídas em materiais sujeitos a altas taxas de deformação, como são as aplicações aeronáuticas e aeroespaciais.

Elas são também aplicadas em componentes de equipamentos elétricos, circuitos impressos, encapsulamento de componentes electrónicos, revestimento de superfícies, adesivos para metal, cerâmica e vidro, moldes e matrizes para ferramentas industriais, manequins e esqueletos, e reparação e colagem de elementos de betão <sup>[34], [39]-[42]</sup>.

Estas resinas apresentam no entanto um comportamento frágil em relação a materiais como os metais, sendo por esse motivo necessário melhorar as suas propriedades, através por exemplo da incorporação de cargas (*fillers*), que servem de agentes de reforço e determinados agentes de cura <sup>[38], [39], [42]</sup>.

Rosu *e tal* propõe a otimização desta resina, modificando a sua viscosidade, no sentido de contrariar a sua fragilidade e fraca resistência mecânica, que seja misturada com agentes modificadores (polímeros com baixa massa molecular, compostos oligoméricos reativos, plasticizantes, *fillers*, diluentes reativos, etc.), melhorando a sua processabilidade <sup>[43]</sup>.

As propriedades físicas destas resinas, ainda de acordo com estes autores, dependem da estrutura da resina, da extensão de cura da resina, das condições de cura e do tempo e temperatura de cura da resina.

De entre os agentes de cura existentes, o mais utilizado na curadas resinas epóxicas são as aminas alifáticas lineares, que são compostos altamente reativos, que permitem uma reação de cura rápida à temperatura ambiente, permitindo obter polímeros com elevada resistência química, melhores propriedades físicas com o aumento de ligações cruzadas (redes tridimensionais), forte adesividade e excelentes propriedades termomecânicas <sup>[5], [39]</sup> (na figura 2.10. apresenta-se a estrutura polimérica obtida da reação de DGEBA com tetraetilenopentamina).

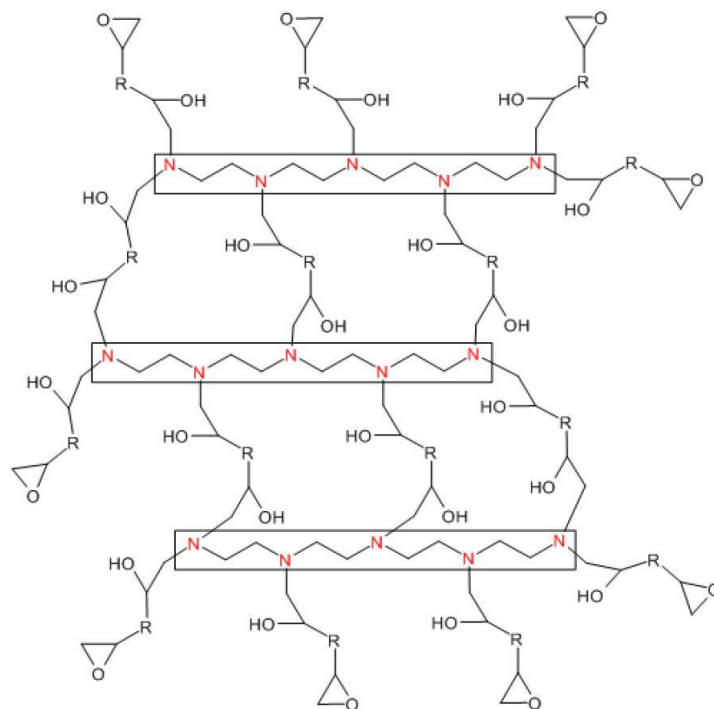


Figura 2.10. Esquema da estrutura reticulada obtida da polimerização de DGEBA com tetraetilenopentamina (TEPA) <sup>[6]</sup>

### 5.3. Resinas Fenóxicas

Estas resinas diferem das convencionais epóxicas, por serem obtidas por condensação de fenóis e comportarem-se como termoplásticos e possuírem massas moleculares superiores.

Estas resinas podem ser classificadas como poli-hidroxiésteres <sup>[2]</sup>.

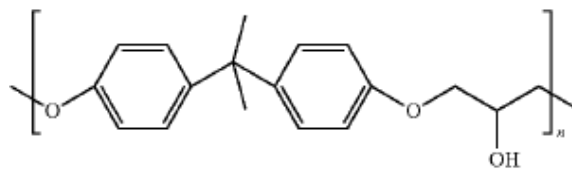


Figura 2.11. Cadeia estrutural de fenóxi <sup>[44]</sup>

Os polímeros fenóxicos são materiais que apresentam elevada ductilidade e resistência mecânica, independentemente da temperatura, que os tornam muito atrativos para diversas aplicações.

As resinas fenóxicas são compatíveis com muitos polímeros, sendo eficientes como

flexibilizantes para reticulações fenólicas e formulações com resinas epóxicas para a preparação de adesivos, revestimentos e compósitos.

As resinas fenóxicas, ao contrário das resinas ditas normais, apresentam excelentes propriedades hidrofóbicas e anti-oxidação e uma excelente compatibilidade com materiais polares e com superfícies como poliuretanos, poliésteres e poliamidas.

As matrizes poliméricas fenóxicas são materiais extremamente polares e por isso têm fraca resistência a solventes polares como as cetonas. A sua estrutura amorfa também infere negativamente na fraca resistência que apresentam a solventes polares, sendo contudo estáveis perante ácidos e alquilos.

Estas resinas possuem, em geral, uma massa molecular mais elevada que as resinas epóxicas e como não possuem um grupo epóxido terminal reacional são materiais mais estáveis e com tempo de vida mais longo, como é esperado para os termoplásticos. São muito úteis como adesivos mas ao invés dos materiais baseados em matrizes epóxido, não requerem qualquer conversão química adicional, ou seja, não necessitam de catalisadores, agentes de cura ou endurecedores para os tornar plastizantes.

A presença dos grupos hidroxilo secundários no "precursor" fenóxico/ fenol permite-lhes realizar reticulações (*crosslinkings*) com grupos de poliisocianatos, aminos e resinas fenólicas, permitindo que estes melhorem as suas performances de revestimento, dureza e resistência térmica. Estes grupos hidroxilo permitem também realizar esterificação [2], [44]-[47].

Wu *et al*/misturou resinas fenólicas do tipo resol com resina fenóxida na presença de um ácido orgânico (catalisador). Este verificou que com o aumento da quantidade de catalisador a interação entre as cadeias de fenol e fenóxi aumenta, diminuindo assim a viscosidade das resinas fenólicas e promovendo melhorias significativas nas propriedades mecânicas das resinas fenólicas do tipo resol [48].

Estas resinas são adequados para revestimentos de madeira e chão. Estas podendo ou não ser modificadas ou reticuladas, apresentam boas performances de resistência à humidade e exibem elevado brilho, com recurso a pigmentação, e elevada resistência à abrasão [2], [45], [46].

As resinas fenóxi estão a ser utilizadas como substrato de plástico transparente, material patenteado pela empresa *Toray Advanced Materials Korea Inc*, que permite substituir o substrato de vidro convencional. Este substrato fino e flexível é utilizado como *display* flexível na fabricação de ecrãs de exibição de informação em *smartphones*, *PDA*s, televisores, etc.,

pois apresenta uma excelente resistência química e térmica, elevada adesividade, baixa permeabilidade à água e um pequeno coeficiente de dilatação térmica linear <sup>[44]</sup>.

#### 5.4. Resinas de Silicone (SI)

Os polímeros de silicone possuem características orgânicas e inorgânicas com elevada massa molecular são formados essencialmente por cadeias longas de átomos alternados de silício e oxigénio, com monómeros compostos por outros elementos, como por exemplo o carbono e o hidrogénio <sup>[2], [49]</sup> (ver exemplo da figura 2.12.).

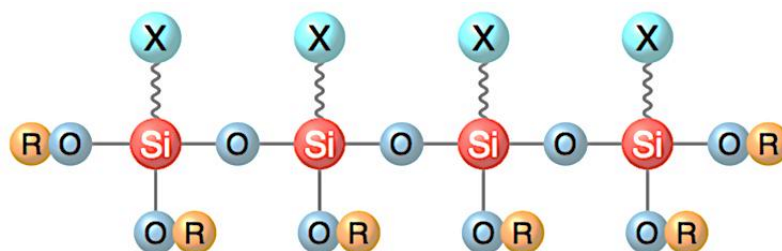


Figura 2.12. Estrutura dos oligómeros de silicone <sup>[49]</sup>. Legenda: X – grupos metilo, fenil, reativos, etc e OR – grupos epóxidos, hidroxilo, amina, etc.

Os silicones também designados por poliorganosiloxanos, ocupam uma posição híbrida entre os compostos orgânicos e inorgânicos, nomeadamente entre silicatos e polímeros orgânicos, devido à incorporação de grupos orgânicos que alteram a sua funcionalidade orgânico *versus* inorgânico.

A ligação entre os átomos de silício e oxigénio (Si-O-Si), a unidade de siloxano, é responsável pelo carácter inorgânico, enquanto que a ligação entre os átomos de silício e carbono, é responsável pelas propriedades orgânicas.

A composição e o número de unidades estruturais e grupos funcionais ligados ao átomo de silício determinam a estrutura, o processamento e as propriedades complexas das resinas de silicone <sup>[49]-[52]</sup>.

As resinas de silicone possuem estruturas moleculares ramificadas e são constituídas essencialmente por grupos trifuncionais (*T units*) ou grupos tetrafuncionais (*Q units*). No

entanto as estruturas moleculares também podem ser constituídas por grupos monofuncionais (*M units*) e disfuncionais (*D units*)<sup>[49]</sup> (ver figura 2.13.).

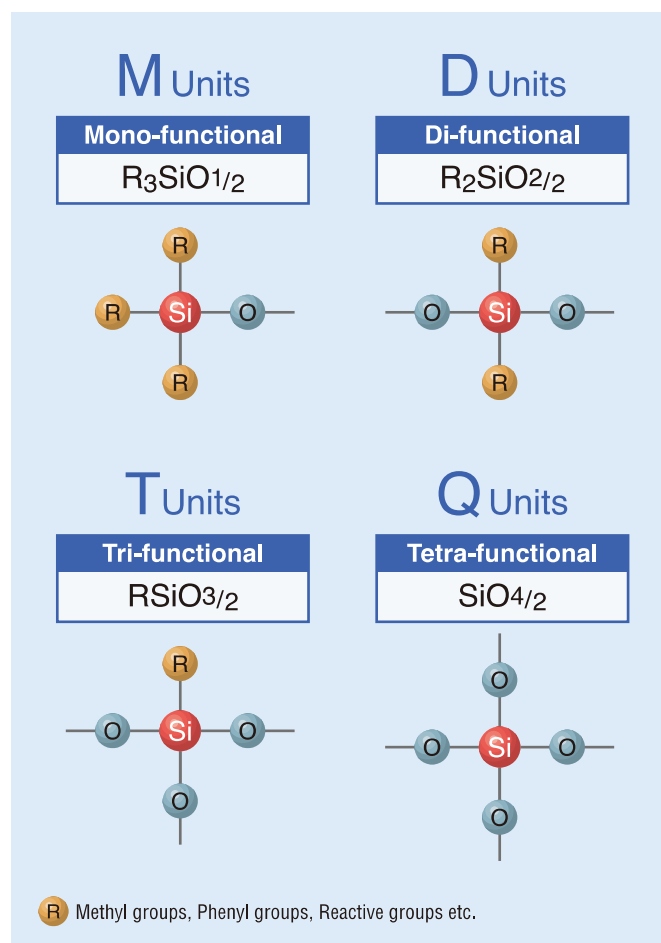


Figura 2.13. Diferenças de funcionalidade de estruturas moleculares de silicone<sup>[49]</sup>

As resinas de silicone podem subdividir-se em três categorias: resinas metil silicone, resinas metil/ fenil silicone e resinas orgânicas modificadas de silicone.

Os polímeros destas resinas podem ser preparados em várias formas, tais como: óleo, resina, elastômero, líquido de elastômero, ou silano<sup>[49]</sup>.

Estas resinas apresentam uma estabilidade térmica superior a todas as outras resinas, são excelentes isolantes elétricos, resistentes à intempérie, possuem baixa tensão superficial e mantêm a elasticidade mesmo a baixas temperaturas. Estas características fazem destas resinas uma atração, sendo por isso aplicadas em equipamento elétricos (por exemplo na aeronáutica), em tintas, impermeabilização de materiais, tornando-os hidrófugos, mas também resistentes a altas temperaturas e às mais variadas condições climáticas, indústria

do pão (moldes para panificação), na impregnação de betão, e na área dos compósitos (implantes dentários) e dos abrasivos.

As aplicações no desenvolvimento de abrasivos desenvolvem-se por via da copolimerização com resinas epóxicas, tornando-as mecanicamente mais resistentes para além da sua comprovada excelente estabilidade térmica e isolante. O seu reforço com aditivos/ *fillers* é realizada na etapa de pré-cura, pode-se também incluir a adição de fibra de vidro, amianto e mica.

A aplicação dos polímero de silicone na área da medicina tem especial relevo, pois estes são inertes a fluidos fisiológicos e termicamente estáveis <sup>[53]-[56]</sup>.

### 5.5. Resinas Melamina-Formaldeído (MF)

As resinas de melamina-formaldeído ou resina melamínica, são polímeros termoendurecíveis, brancos, opacos e ligeiramente solúveis em água. Os polímeros desta resina apresentam alta resistência mecânica, térmica e química, boa estabilidade dimensional, elevada dureza, boa resistência ao risco e à abrasão.

Estessão aplicados geralmente em peças duras moldadas resistentes ao risco e ao impacto, em substituição à loiça (por exemplo). Podem ser utilizados também como uma camada decorativa dos laminados fenólicos e ainda em vernizes, tintas, adesivos, pó de moldagem, resinas para têxteis e papel, largamente empregado na indústria de material elétrico e de artigos domésticos <sup>[34], [36]</sup>.

Na área dos abrasivos, a empresa Saint-GobainAbrasives, Inc., patenteou duas formas distintas de produtos abrasivos revestidos, utilizando para o efeito uma resina à base de melanina-metilol <sup>[57]</sup>.

Hu *et al*/ criaram com sucesso microcápsulas de “*auto-cura*” que permitem reparar fissuras em materiais à base de uma película superficial de melaminae assim recuperar o material fraturado. Este processo consiste na incorporação de um material que permite selar fissuras em materiais, restaurando-os, fazendo com que estes possam manter a sua resistência mecânica <sup>[58]</sup>.

A obtenção de roupas perfumadas, é outra aplicação tecnológica das microcápsulas à base de melaminas. Hong e Park criaram cápsulas onde inseriram óleo perfumado no seu interior,

incorporando-as posteriormente na constituição de tecidos de algodão. Perante o uso progressivo das roupas, estas cápsulas vão rebentando e libertam os aromas perfumados dos óleos sob as mesmas, permitindo que estas fiquem perfumadas <sup>[59]</sup>.

## 5.6. Resinas Poliéster

As resinas poliéster são resinas constituídas por grupos éster e podem ser obtidas mediante a reação de condensação entre um poliálcool e um ácido policarboxílico <sup>[60]</sup> (ver figura 2.14.).

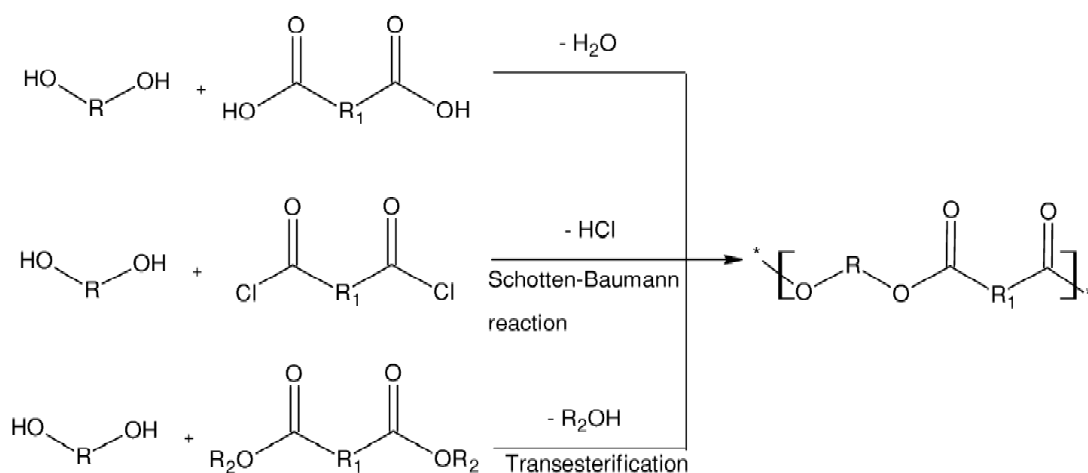


Figura 2.14. Esquema das reações de preparação de poliésteres por policondensação <sup>[60]</sup>

Dependendo do tipo de ácido utilizado na reação de condensação o poliéster pode ser saturado (termoplástico) ou insaturado (termoendurecível) <sup>[61], [62]</sup>.

Consequentemente os materiais podem apresentar-se como poliésteres saturados, insaturados e líquido-cristalinos.

Os poliésteres saturados são obtidos através da reação entre um poliálcool e um diácido saturado e possuem moléculas longas e lineares não reticuladas. Estes materiais com características termoplásticas encontram-se normalmente sob a forma de fibras ou filmes <sup>[61]</sup>.

Um exemplo da aplicação destes materiais patenteado, é a fabricação de garrafas de poliéster saturado, apresentado pela empresa *Yoshino Kogyosho Co, Ltd* <sup>[63]</sup>.

Os polímeros das resinas de poliéster insaturado apresentam características termoendurecíveis, amarelados e translúcidos.

Estes polímeros são muito usados em compósitos com fibra de vidro, por permitirem processar com muita facilidade peças pequenas e de grandes dimensões e obter estabilidade



dimensional, alta resistência ao impacto, boas propriedades elétricas, boa resistência química às intempéries e ao calor, boa transmissão de luz e boa dureza superficial <sup>[34], [62]</sup>.

Normalmente estes polímeros são aplicados em compósitos de fibra de vidro, que são aplicados em cascos de barcos (indústria marinha), carrocerias de carros desportivos, artigos luminosos decorativos, telhas, tanques, piscinas, móveis, silos, tubos para esgoto industrial, painéis e bandejas <sup>[64]-[66]</sup>.

Os poliésteres de cristais líquidos, também conhecidos por polímeros termotrópicos (LCP), possuem massas moleculares entre 25000 e 60000 g/mol, uma temperatura de fusão ( $T_m$ ) na ordem dos 280°C, alta cristalinidade mesmo fundidos (termotrópico) e são considerados termoplásticos.

Estes materiais de cor amarelada e opaca apresentam boa resistência ao calor, capacidade de retardar o processo de chama, boa estabilidade dimensional (mesmo a temperaturas elevadas), baixa absorção de água, alta resistência à oxidação, alta resistência mecânica, excepcional resistência química, baixa permeabilidade a gases e líquidos, excelentes propriedades dielétricas e fáceis de processar.

Estes polímeros são aplicados em substituição de partes complexas de cerâmica ou metal, nas indústrias elétrica e eletrônica, aeroespacial, química, automobilística, em fibras óticas e em fornos de micro-ondas <sup>[34], [67]</sup>.

Os poliésteres de cristais líquidos, recentemente patenteados pela empresa *JX Nippon Oil & Energy Corporation*, são utilizados em módulos de câmaras de telemóveis, câmaras de computadores portáteis, câmaras digitais, etc. <sup>[68]</sup> mas também em alguns aparelhos médicos (como cateteres) <sup>[69]</sup>.

## 5.7. Resinas de Poliamidas (PA)

Estas resinas são considerados termoplásticos e popularmente conhecidos sob a designação de "nylon".

A estrutura geral destas resinas consiste na alternância de grupos hidrocarbonados (grupos metilénicos) e grupo imida (-NH.CO-).

Os *nylons* são produzidos, em geral, na forma de partículas duras e espessas, mais ou menos translúcidas de cor creme <sup>[2]</sup>.

Na área dos abrasivos estas resinas são utilizadas como revestimento de grãos abrasivos que permitem o polimento por exemplo de lentes de óculos [70].

As resinas poliamidas podem ser alifáticas ou aromáticas [34].

Os polímeros de resinas alifáticas apresentam massas moleculares entre 1000 e 30000 g/mol, temperatura de fusão ( $T_m$ ) entre 215 e 220°C e de transição vítrea ( $T_g$ ) de 50°C, possuindo uma cristalinidade até 60%, são termoplásticos amarelados translúcidos. Possuem boa resistência mecânica, à fadiga, a impacto repetido e à abrasão; boa resistência a escoamento sob carga e química a solventes não ácidos, possuem baixo coeficiente de fricção e alta absorção de humidade [34].

As resinas de poliamidas aromáticas apresentam massas moleculares mais elevadas, cerca de 70000 g/mol, temperatura de fusão entre 400 e 550°C e de transição vítrea entre 250 e 400°C, alta cristalinidade (mesmo em solução – liotrópico), são considerados termoplásticos amarelados opacos. Como propriedades possuem excepcional resistência ao calor até cerca de 550°C, auto retardantes de chama, sensível a radiação ultravioleta e excelentes propriedades dielétricas.

Estes polímeros são aplicados como fibra de reforço em compósitos em material de elevada resistência mecânica, como em vestuário, isolamento e tubagem. Também são muito usadas para fabrico de material desportivo, depósitos de alta pressão, casacos e capacetes à prova de bala, na indústria aeroespacial, no isolamento elétrico de motores, em substituição ao asbesto em roupas para bombeiros, na indústria petrolífera, em cabos e tubulação submarina [34], [71].

## 5.8. Cargas (*Fillers*), corantes e aditivos especiais

*Fillers* ou cargas são materiais utilizados com intuito de reforçar e melhorar as propriedades e características de um polímero.

Na preparação dos materiais abrasivos é necessário que os *fillers* apresentem entre outras características: baixo custo, estabilidade ao calor, obtenção fácil e pronta, neutralidade (não deve ácido nem alcalino), fácil de manusear, baixa absorção de água e óleo, fácil incorporação ao polímero, etc.

Estes reforços devem conferir ao produto final, entre muitas vantagens, boa resistência ao calor e estabilidade térmica, boa estabilidade dimensional e resistência mecânica.

Devem também apresentar boas técnicas de processamento, encolhimento na moldagem e tendências ao enrugamento após moldagem e acabamento superficial do produto moldado e boa resistência química e expansão térmica e possuir propriedades elétricas e magnéticas, etc.

Os *fillers* orgânicos são normalmente aplicados em materiais elétricos como eletrodomésticos, botões e dispositivos elétricos tais como interruptores, tomadas e disjuntores. Estes *fillers* são materiais com baixa gravidade específica e bastante baratos, sendo normalmente utilizados na composição de determinados materiais para moldagem. Os *fillers* mais utilizados são: as várias farinhas de madeira e de cascas e fibras de celulose (algodão e papel). As fibras de celulose, especialmente algodão e papel, por exemplo, são utilizados para melhorar a resistência ao impacto.

A incorporação de *fillers* inorgânicos, mais baratos em geral, permite obter materiais normalmente mais reforçados, nomeadamente em termos de resistência ao calor, à água e à eletricidade. Tais vantagens devem ao facto dos materiais finais apresentarem melhor estabilidade dimensional e em alguns casos maior resistência química, flamabilidade, menor rigidez e menor encolhimento no processo de moldagem. Exemplos de alguns *fillers* inorgânicos são: a fibra de vidro, esferas de vidro, carbonato de cálcio, argila, mica, sílica, talco, *wollastonite*, e hidróxidos de metal <sup>[2], [37], [39]</sup>.

Para aumentar a força de ligação, a resistência ao calor e dureza de abrasivos à base de resinas fenólicas utilizam-se *fillers* como o carbonato de cálcio, enquanto que para promover o reforço e sucesso abrasivo se utilizam outros *fillers* como: a *cryolite*, o sulfureto de ferro, o sulfureto de zinco, o sulfato de cálcio e o cloreto de cálcio. Durante o processo de abrasão, o calor gerado não degrada o material abrasivo pois estes materiais reagem com a superfície de trabalho e auxiliam a eficiência de desbaste, protegendo o grão.

Para acelerar a cura de resinas fenólicas, absorve-se a água gerada durante a reação fenólica, utilizam-se como *fillers* os óxido de metal alcalino, como óxido de cálcio e óxido de magnésio.

A renovação de grãos abrasivos (diamante, CBN, etc.) pode ser conseguida através da introdução de “micro-balões”, que promovem uma maior porosidade ao material abrasivo e assim expõem as partículas abrasivas em maior quantidade, para um melhor desbaste/polimento. No caso das resinas fenólicas estes “micro-balões” designam-se por “*phenolic bubbles*”.

Existem ainda outros *fillers* específicos, que permitem melhorar as propriedades mecânicas, elétricas e menor coeficiente dinâmico de fricção (a grafite), melhorias significativas na resistência dos materiais (o acetato de polivinilo (PVA)), alterações profundas na aparência, na força e na moldabilidade dos materiais (os lubrificantes), melhor aparência de moldes (os corantes), e os aditivos especiais, como é o caso dos retardadores de chama (que permitem retardar o desenvolvimento da chama) <sup>[2], [37], [39], [72]</sup>.



## Capítulo III. Materiais e Métodos

## 1. Reagentes

Para obter a resina com o desempenho mecânico e térmico desejado pela empresa, foram utilizadas as resinas da empresa misturadas com resinas de silicone específicas, provenientes de diferentes fabricantes/ fornecedores em diferentes proporções.

Na Tabela 3.1. apresentam-se as informações inerentes ao tipo de reagentes utilizados, o nome do fabricante/ fornecedor e a respetiva designação a utilizar ao longo do relatório.

De salientar que devido ao facto de ser necessário garantir a confidencialidade dos materiais, não irão ser descritas quaisquer características, propriedades, cuidados e segurança, bem como o respetivo fornecedor, de nenhum dos reagentes utilizados, bem como das quantidades utilizadas.

Tabela 3.1. Fornecedores, reagentes/componentes e codificação dos reagentes utilizados

Fornecedor	Reagente/ componente	Codificação
KGS	Resina Fenólica	<i>PR – KGS 1</i>
	Resina Fenólica com catalisador incorporado	<i>PR – KGS 2</i>
	Resina Epóxida	<i>EP – KGS</i>
	Catalisador	<i>CAT – KGS</i>
	Aditivos/ <i>Fillers</i>	<i>AD – KGS 1 a AD – KGS 10</i>
Empresa A	Resina de Silicone	<i>SRA – 1 a SRA – 3</i>
Empresa B	Resina de Silicone	<i>SRB – 1 a SRB – 4</i>
Empresa C	Resina de Silicone	<i>SRC – 1 a SRC – 3</i>
Empresa D	Resina de Silicone	<i>SRD – 1 a SRD – 8</i>

## 2. Processo de Preparação e Teste das Amostras

A preparação das amostras e a avaliação das suas propriedades englobaram três etapas sequenciais distintas (ver figura 3.1.).

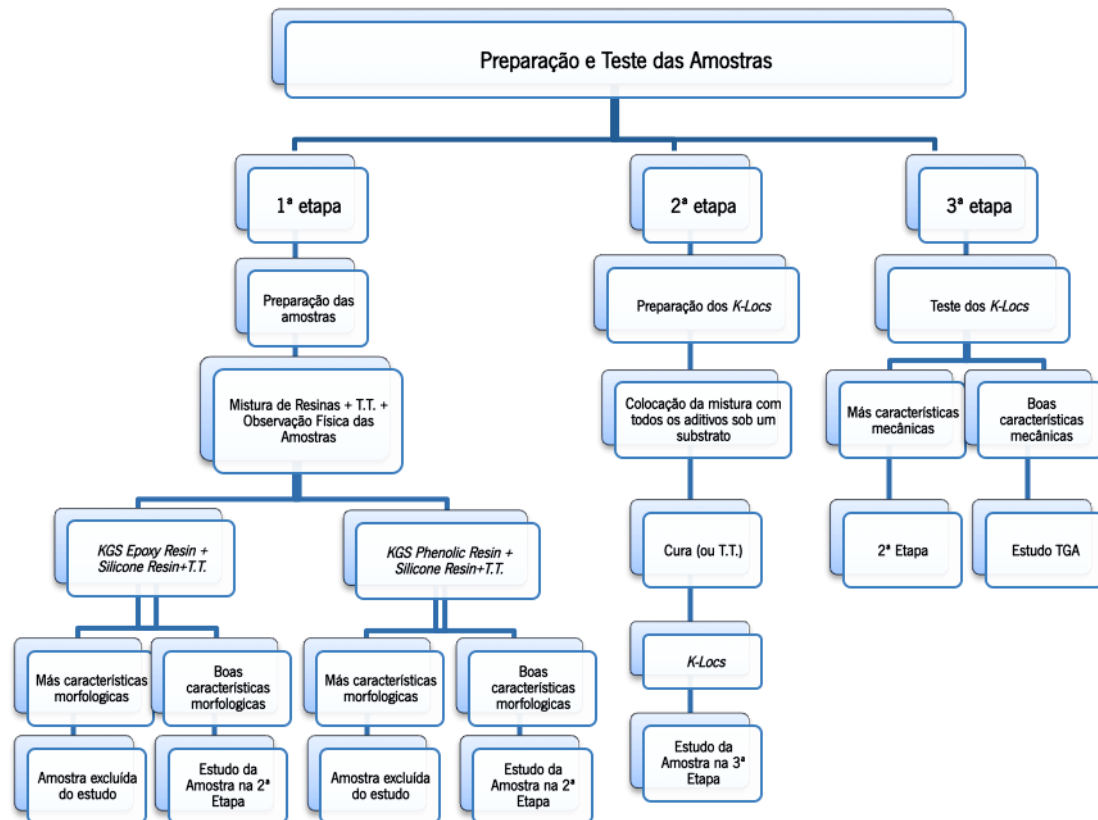


Figura 3.1. Identificação das etapas e sub-etapas do processo de preparação e teste das amostras de abrasivos preparadas (*K-Locs*)

Na primeira etapa (1ª etapa) as resinas de silicone (*SR*) foram utilizadas em adição com as resinas *EP - KGS* e *PR - KGS 1* em diferentes percentagens e foram sujeitas a um determinado tratamento térmico, de forma a promover a sua cura. Após a sua cura, as resinas são alvo de análise visual e caso apresentem a morfologia desejada, passam à segunda etapa. Esta morfologia passa pela resina apresentar boa resistência mecânica perante a quebra manual, ausência total ou parcial de bolhas na sua superfície e interior, ausência de gaseificação, ausência de não cura correta e de material frágil.

Na segunda etapa (2ª etapa), as resinas que obtiveram os melhores resultados na primeira etapa, são alteradas através da inclusão de outros materiais, (aditivos, cargas ou *fillers*), no intuito de melhorar as suas performances mecânicas. Esses materiais podem ser o diamante, o óxido de titânio ( $TiO_2$ ), o óxido de alumínio ou alumina ( $Al_2O_3$ ), a safira, o óxido de estanho ( $SnO_2$ ), as bolhas fenólicas, e como base de suporte para a sustentação do material abrasivo na resina, sem deposição deste, a sílica.



A introdução destes aditivos faz com que a estrutura da amostra fique mais comprimida, ou seja, “fecha-se” a estrutura da amostra, bem como o melhor e maior contacto dos grãos de diamante com o material a desbastar, uma vez que os aditivos se desgastam mais facilmente e promovem uma maior exposição das partículas abrasivas e por isso um maior desgaste das peças, melhorando as performances de desbaste por parte do diamante.

Na descrição das etapas não iremos descrever as quantidades volúmicas ou mássicas, apenas iremos identificar as partículas abrasivas utilizadas na elaboração dos *K-Locs* – o diamante – e todos os outros aditivos iremos designar por *AD KGS 1* a *AD KGS 10*, em virtude de tal como já foi manifestado respeitarmos a confidencialidade no processo.

As amostras foram posteriormente colocadas sob um substrato específico de algodão e poliéster, que serve de base à preparação dos *K-Locs* e permite a posterior realização dos ensaios de comportamento e procede-se ao seu tratamento térmico. Nesta etapa foi avaliada visualmente a sua adesão.

De seguida, foram cortadas com auxílio de um cortante sob uma prensa, em formato circular com um diâmetro 50 mm. Posteriormente foi colado um suporte em formato de rosca nas costas com supercola e obtém-se o *K-Loc* pretendido para ser estudado na sala de testes.

Na última etapa (3ª etapa), o teste dos *K-Locs*, é avaliada a resistência mecânica das peças, a quantidade de massa de DEKTON (material bastante resistente fabricado à base de uma tecnologia sintetizadas de partículas que lhe permite resistir à abrasão, riscos, manchas, calor, frio e raios UV <sup>[73]</sup>) desbastado e a temperatura do *K-Loc*, num intervalo de 10 minutos, procedendo ao registo da temperatura do *K-Loc* e à massa da mesa de testes a cada minuto.

### 3. Técnicas de caracterização

Os diversos materiais/compósitos obtidos e o material “*alvo*” foram analisados mediante as técnicas de Espectroscopia de Infravermelho (FTIR), Análise Termogravimétrica (TGA) e por Espectroscopia Quantitativa de Energia Dispersiva de Raios-X (EDS). A sua morfologia foi avaliada por Microscopia de Varrimento Electrónica (SEM). Todas estas análises foram realizadas na Universidade do Minho.

A resistência mecânica dos materiais foi estudada na empresa KGS, com recurso a uma mesa de testes de DEKTON com um pequeno testador de *K-Locs* (ou *Air-Driven Angle Grinder*).

### 3.1. Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)

Esta técnica foi utilizada no intuito de caracterizar os grupos funcionais que estão presentes nas unidades monoméricas das amostras através da frequência de vibração dos átomos.

Para obter os espectros por FTIR foram realizadas pastilhas com KBr das respectivas amostras, tendo sido utilizado para o efeito um espectrómetro de infravermelho com a transformada de Fourier da marca *PERKIN ELMER*. Foi realizado para análise uma pequena quantidade de massa (aproximadamente 5 mg) de cada amostra a analisar foi triturada num almofariz de ágata e ao qual se adicionou aproximadamente 0,2 mg de KBr seco e a mistura homogeneizada. Transferiu-se a massa para um molde de prensagem SPECAC e colocada numa prensa manual, obtiveram-se discos translúcidos com cerca de 1 mm de espessura que foram armazenados em frascos fechados. Estas amostras foram alvo de análise na região entre 500 e 4000  $\text{cm}^{-1}$  com um varrimento médio de 16 scans.

### 3.2. Análise Termogravimétrica (TGA)

A Análise Termogravimétrica (TGA) mede a alteração de peso de uma amostra em função da temperatura ou do tempo a uma determinada temperatura.

Esta técnica é utilizada para determinar a estabilidade térmica, bem como a temperatura de degradação dos materiais.

Nesta técnica a amostra é colocada num cadinho sobre uma microbalança que se encontra localizada dentro de pequeno forno, e estabelece-se um programa de aquecimento. Neste programa é definido um intervalo de aquecimento, uma taxa de aquecimento e o fluxo de gás inerente à atmosfera sob a qual este irá decorrer.

Os resultados da análise são apresentados sob a forma da curva Termogravimétrica (TG), onde se verifica a mudança de peso em função da temperatura e da curva derivada da análise Termogravimétrica, que apresenta a curva relativa a primeira derivada da curva TGA em função da temperatura.

Na nossa análise realizou-se o estudo termogravimétrico num *TA INSTRUMENTS*, modelo *TGA Q 500*.

As amostras foram colocadas num cadinho de platina e estudadas num intervalo entre uma região entre os 50°C e os 900°C, a uma taxa de aquecimento temporal de 20°C/min, numa atmosfera inerte de azoto, com fluxo de 60 mL/min.

### **3.3. Microscopia de Varrimento Electrónica com Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X (SEM/EDS)**

A morfologia das superfícies das amostras foram examinadas com recurso a um Microscópio Electrónico de Varrimento de Ultra Alta Resolução com Emissão de Campo (SEM), marca *FEI NOVA 200*, com sistema integrado de microanálise por raios-X (EDS – *Energy Dispersive Spectrometer*), marca *EDAX- Pegasus X4M*.

As amostras de resina estudadas foram partidas com o auxílio de nitrogénio líquido, de forma a se obter uma secção transversal para realizar a análise química e morfológica. As amostras foram cobertas por um filme fino de 10 nm de uma mistura de ouro-paládio (80-20%), no intuito de otimizar o relevo das amostras e se obterem melhores contrastes destas nos fotomicrogramas.

### **3.4. Testes do Comportamento Mecânico dos Abrasivos**

As amostras de produtos fabricados (*K-Locs*) foram colocados num suporte apropriado (pequeno testador de *K-Locs*) na sala de testes, sobre uma mesa de testes em DEKTON, registando-se as informações relativas à temperatura do *K-Loc* após cada minuto de desbaste e a massa de DEKTON da mesa de testes, onde esta foi desbastada após cada minuto num intervalo total de 10 minutos. A quantidade de massa desbastada foi obtida através da diferença entre a massa da mesa inicial e após um minuto, entre o primeiro minuto e o segundo minuto, etc até aos 10 minutos. É realizada posteriormente uma média ponderada do desbaste obtido após 5 minutos e após 10 minutos.

No final de cada ensaio avalia-se não só se o *K-Loc* realizou um bom desbaste, mas também se este durante o processo de desbaste manteve a sua integridade, a sua estabilidade térmica e mecânica e se não deixou marcas ou queimou (*staining's*), característica totalmente rejeitada devido à finalidade do *K-Loc*.

De salientar que a mesa de testes utilizada foi em DEKTON, pois este material apresenta elevada resistência, maior ou igual ao material “alvo” a que se destinam os *K-Locs* fabricados, de forma a termos um avaliação mais fidedigna das potencialidades destes (figura 3.2.).

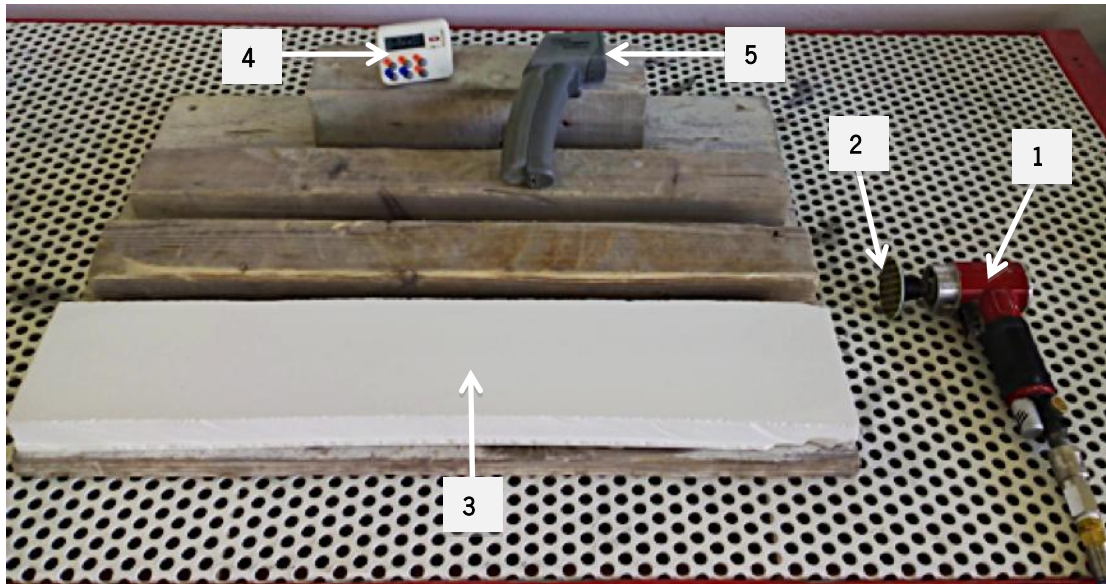


Figura 3.2. Imagem de testador de *K-Locs* (1) com um *K-Loc* colocado (2), mesa de testes em DEKTON (3), cronómetro (4), termómetro electrónico (5) e mesa com sistema de aspiração de pó



## Capítulo IV. Análise e Discussão dos Resultados

## 1. Resultados obtidos

### 1.1. Procedimento de avaliação do desempenho dos abrasivos

Tomou-se um bloco de DEKTON (mesa de testes), e registou-se a sua massa inicial com o auxílio de uma balança digital.

Colocou-se o bloco sobre um suporte em cima da mesa de aspiração de forma a garantir que o bloco durante o processo de desbaste não se deslocava e aplicou-se o *K-Loc*, utilizando para o efeito um pequeno testador de *K-Locs*, com controlos predefinidos, durante um minuto.

Após o minuto de desbaste, registou-se a temperatura do *K-Loc* com o auxílio do termómetro digital e limpou-se e registou-se a massa do bloco na mesma balança utilizada para a medição da massa inicial.

Repetiu-se este procedimento por mais 9 vezes, de forma a perfazer os 10 minutos.

A variação de massa do bloco desbastada após cada minuto ( $\Delta m$ ), que traduz a quantidade de massa de DEKTON que é removida pelo *K-Loc* durante esse minuto, foi obtida através da diferença sequencial entre as massas do bloco registados minuto após minuto (ver tabela 4.1.).

O melhor desempenho do abrasivo foi avaliado através da melhor combinação da maior variação média de massa do bloco desbastada após 5 ( $\Delta m_{\text{média}} - 5 \text{ min}$ ) e 10 minutos ( $\Delta m_{\text{média}} - 10 \text{ min}$ ), da melhor resistência mecânica apresentada pelo *K-Loc* após os 10 minutos de teste, observada através da integridade e durabilidade da amostra e da ausência de quaisquer marcas deixadas pelo *K-Loc* no bloco durante todo o teste.

### 1.2. Caracterização do material “alvo”

A análise da resina extraída da amostra “alvo” (resina “alvo”), através das técnicas de Análise Termogravimétrica (TGA), Espectroscopia de Infravermelho (FTIR) e Espectroscopia Qualitativa de Energia Dispersiva de Raios X (EDS) (figuras 4.1., 4.2. a 4.4. e 4.5., respectivamente), permitiram verificar que a resina apresentava dois compostos, que de acordo com as técnicas utilizadas são inerentes a compostos com bandas específicas relativas a presença de grupos de um organosilicato e de uma resina epóxida.

De acordo com a Análise Termogravimétrica da resina “alvo” (figura 4.1.) verifica-se que a amostra começa a apresentar o seu início de desgaste de massa a uma temperatura ( $T_{ONSET}$ ) de aproximadamente 321°C e que apresenta dois compostos e resíduo. Os dois compostos são verificáveis através dos dois picos da derivada da percentagem de perda de massa, onde se verifica a maior velocidade de desgaste de massa, às temperaturas de aproximadamente 358°C e 406°C, respetivamente.

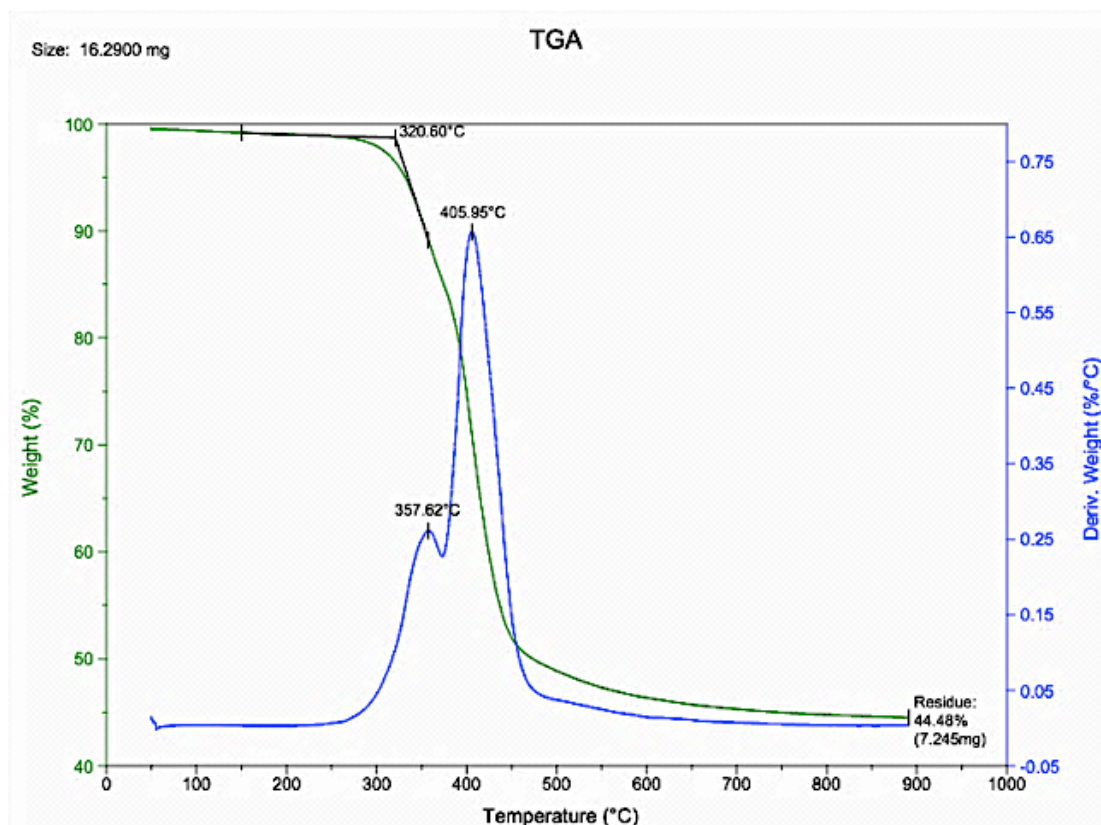


Figura 4.1. Análise Termogravimétrica da resina extraída da amostra “alvo”

De acordo com os espectros de FTIR comparativos realizados da resina “alvo” com a: *PR – KGS 1*, a *EP – KGS* e a *PR – KGS 2*, figuras 4.2., 4.3. e 4.4., respetivamente, verifica-se que existe uma correspondência entre as bandas de vibração características da *EP – KGS* e da resina “alvo”, na figura 4.3., tal como se pode confirmar pela projeção das linhas tracejadas a vermelho entre o espectro da resina “alvo” e o espectro da resina epóxida para a bandas características.

Esta correspondência está de acordo com os estudos realizados por *González et al* e *Cholake et al* para a resina epóxida (DGEBA), que segundo estes autores apresenta bandas características de vibração a 3500  $\text{cm}^{-1}$  (O-H dos grupos hidroxilo), 3057  $\text{cm}^{-1}$  (C-O no grupo oxirano terminal), 1608  $\text{cm}^{-1}$  (C=C dos anéis aromáticos), 1509  $\text{cm}^{-1}$  (C-C dos anéis



aromáticos), 1036  $\text{cm}^{-1}$  (C-O-C dos éteres), 915  $\text{cm}^{-1}$  (C-O do grupo oxirano) e 831  $\text{cm}^{-1}$  (C-O-C do grupo oxirano), e uma banda de torção *rocking*  $\text{CH}_2$  a 772  $\text{cm}^{-1}$  [74],[75].

Esta concordância, no entanto, não se verifica para as bandas de maior relevo/ dominância que se situam entre os 800 e os 900  $\text{cm}^{-1}$  e acima de 1100  $\text{cm}^{-1}$ . Estas bandas de acordo com um estudo realizado por *Launer* estão subjacentes à presença de um composto à base de silício (silicato) [76].

*Launer* identificou como bandas de relevo para este tipo de compostos de silício, uma banda de vibração de torção da ligação Si-C em  $\text{Si}(\text{CH}_3)_n$  por volta dos 1250  $\text{cm}^{-1}$ , no entanto e mediante o valor de  $n$ , podem surgir três outras bandas a 765  $\text{cm}^{-1}$  ( $n= 1$ ), entre os 800-850  $\text{cm}^{-1}$  ( $n = 2$ ) ou entre os 765-840  $\text{cm}^{-1}$  ( $n = 3$ ); uma banda de vibração da ligação Si-O em Si-O-Si e Si-O-C por volta dos 1050  $\text{cm}^{-1}$ ; e uma banda de vibração da ligação Si-H, em que a sua torção surge por volta dos 800-950  $\text{cm}^{-1}$ .

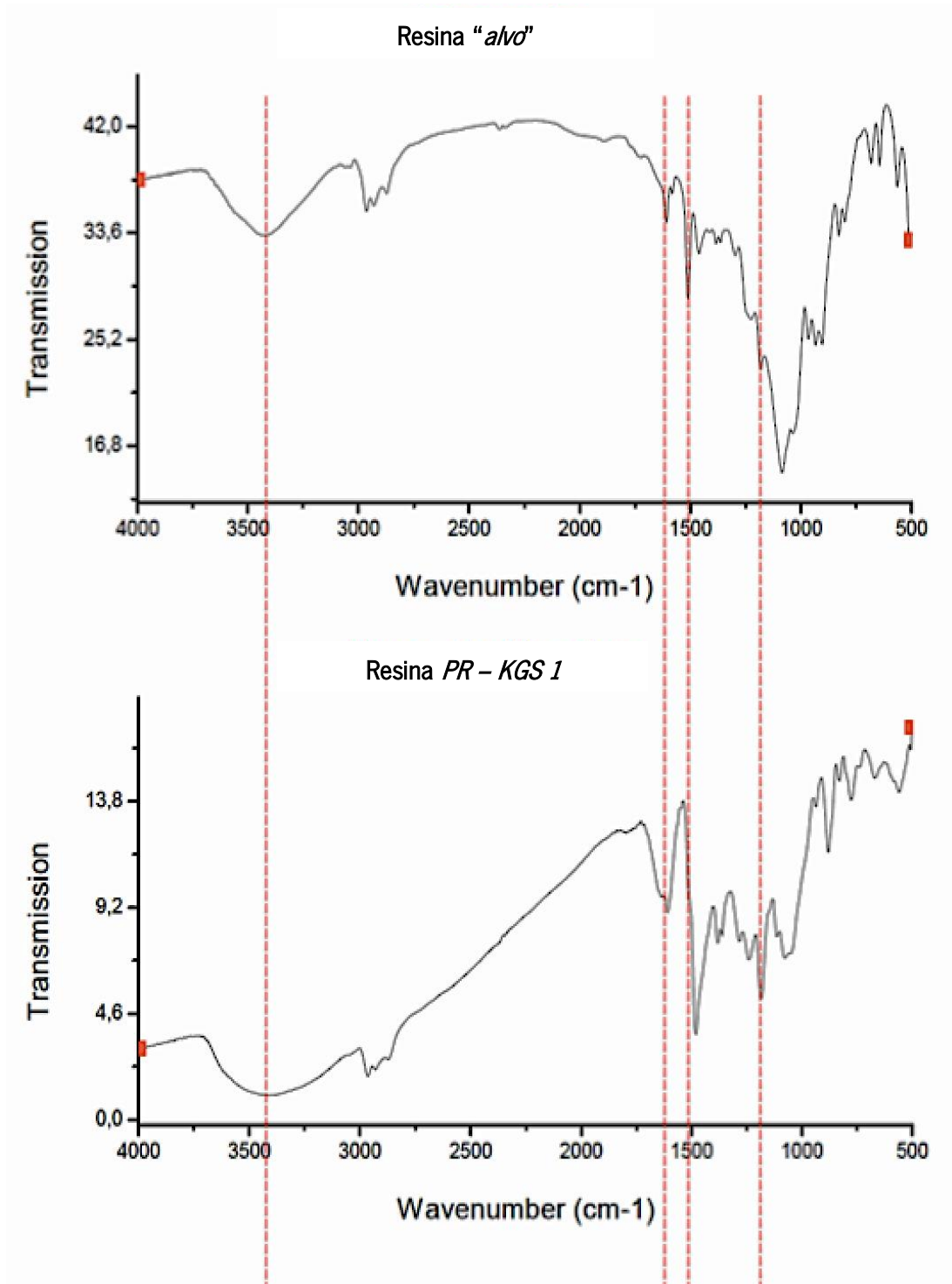


Figura 4.2. Análise comparativa dos espectros de FTIR da resina "alvo" e da PR - KGS 1

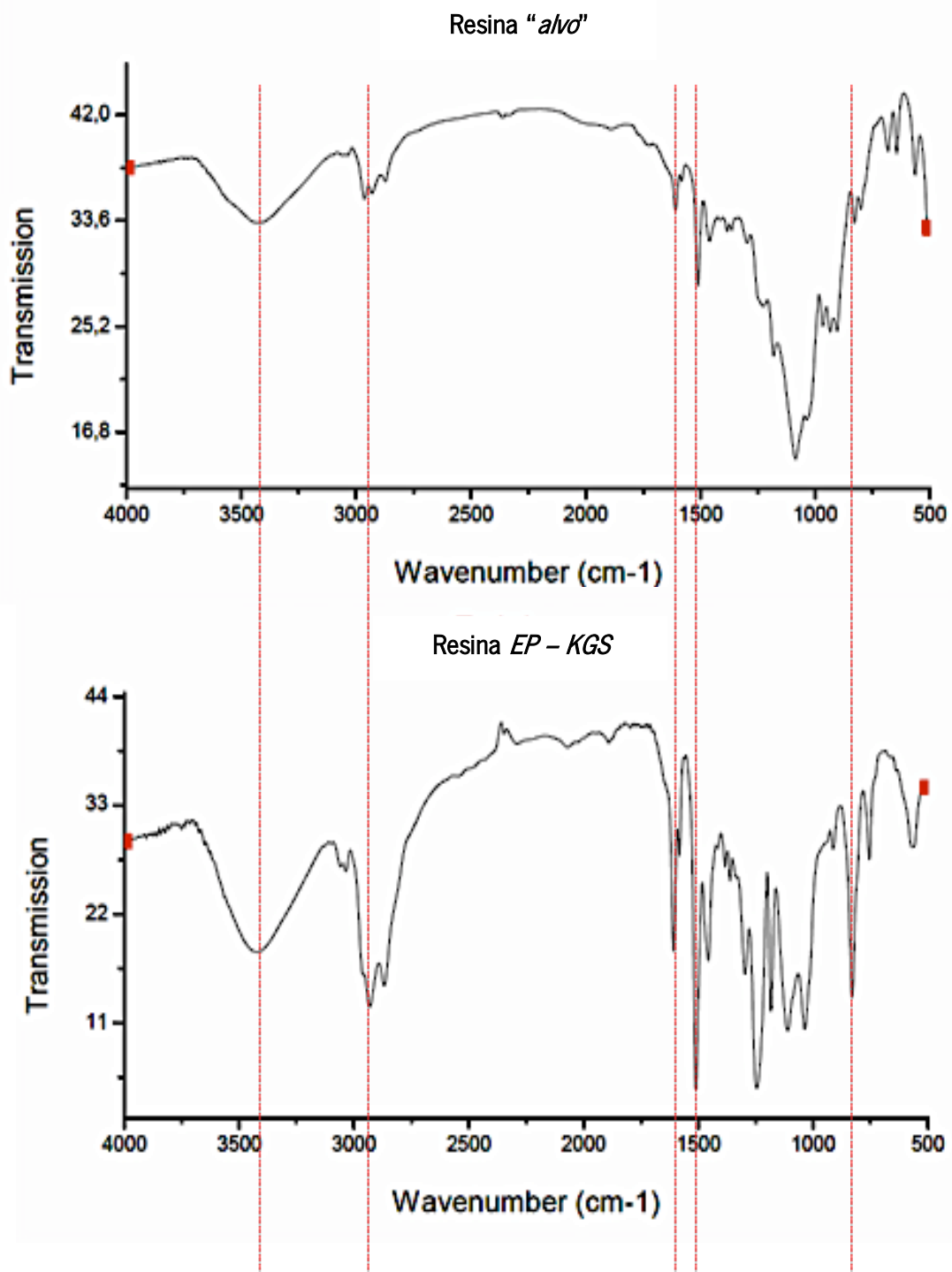


Figura 4.3. Análise comparativa dos espectros de FTIR da resina "alvo" e da EP - KGS

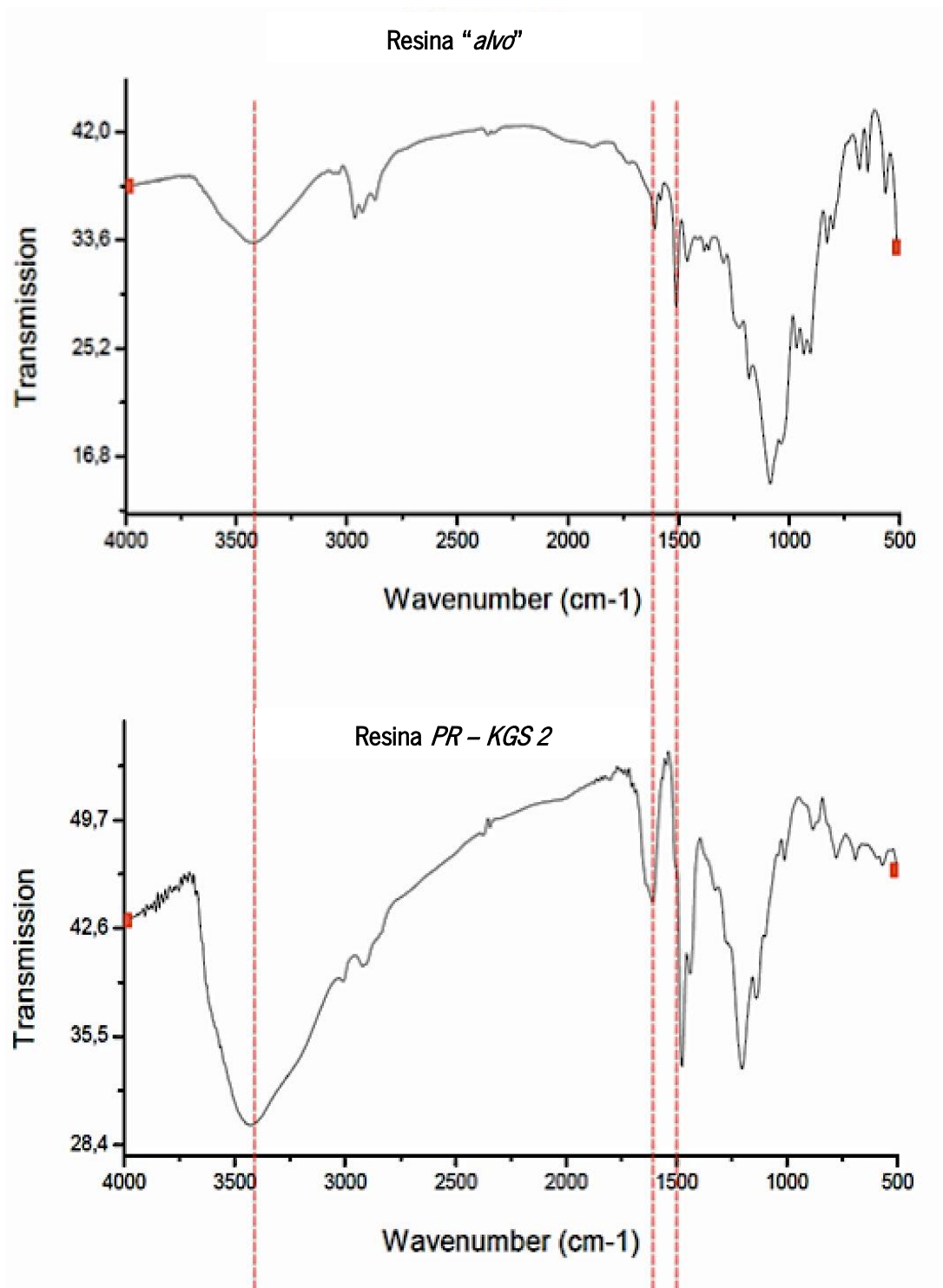


Figura 4.4. Análise comparativa dos espectros de FTIR da resina "alvo" e da PR - KGS 2

A informação obtida por FTIR foi corroborada pelo Espectro Qualitativo de Energia Dispersiva de Raios X (EDS) da figura 4.5., onde se verifica a presença de picos de silício e oxigênio, relativos ao composto de silício, bem como picos de carbono associados à resina epóxida e possivelmente também ao silicato.

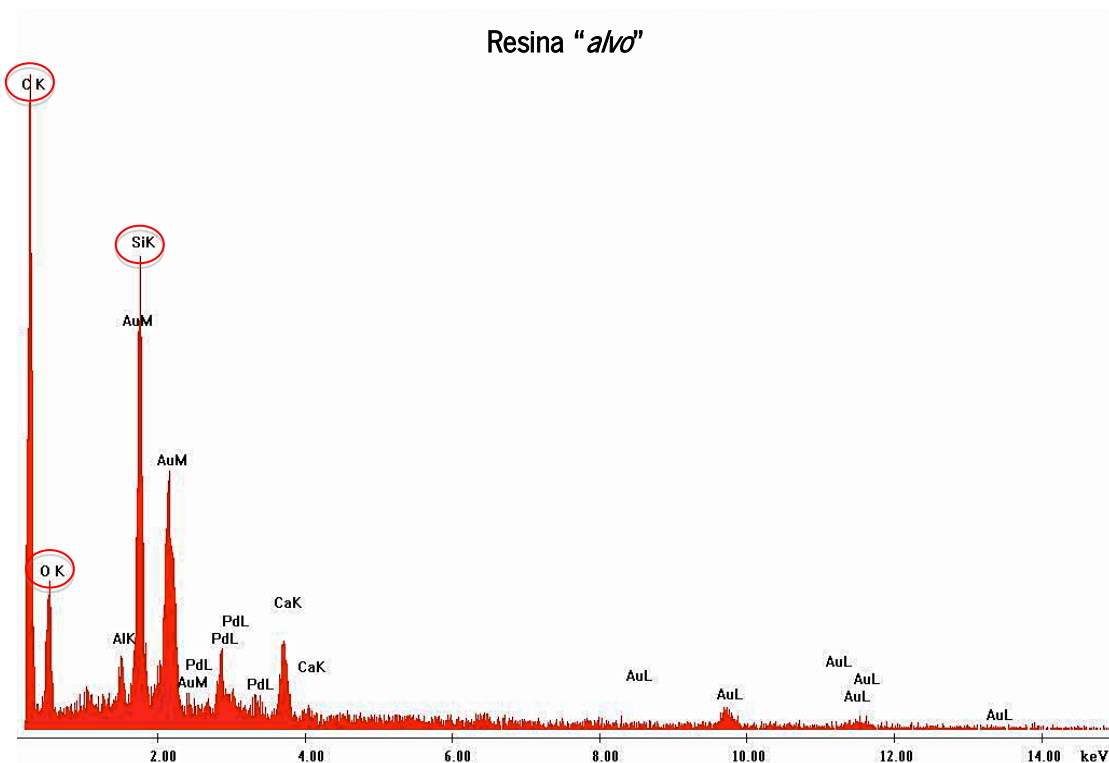


Figura 4.5. Análise quantitativa da espectroscopia de energia dispersiva de raios X da resina "alvo"

## 1.2. Resultados obtidos no teste mecânico de *K-Locs* da amostra "alvo"

A análise do *K-Loc* "alvo", permitiu constatar que este apresenta uma boa resistência mecânica, não deixa qualquer tipo de marcas durante o teste na mesa de testes e que apresenta uma quantidade de massa média de DEKTON desbastada ( $\Delta m_{média}$ ) de 1,12 gramas, após cinco minutos de ensaio (5 min), e 0,86 gramas após o término do teste de *K-Locs*, 10 minutos de ensaio (10 min). Verifica-se ainda que a amostra apresenta uma temperatura mínima ( $T_{mínima}$ ) de cerca de 84 °C e máxima ( $T_{máxima}$ ) de 105 °C (ver figuras 4.6. e 4.7. e tabela 4.1.).



Figura 4.6. Imagem do *K-Loc* da amostra “alvo” depois do teste de desgaste

Tabela 4.1. Registo da temperatura ( $T$ ) do *K-Loc*, da massa da mesa de testes após cada minuto ( $m$ ) de desgaste, do cálculo da variação de massa da mesa de testes desbastada de minuto em minuto ( $\Delta m$ ) e da massa média desbastada ( $\Delta m_{média}$ ) ao fim de cada intervalo de tempo

$m_i$ (g)	$t$ (min)	$T$ (°C)	$m$ (g)	$\Delta m$ (g)
4970,8	1	94	4969,2	1,6
	2	84	4968,0	1,2
	3	92	4967,0	1
	4	102	4966,2	0,8
	5	103	4965,2	1
	6	91	4964,6	0,6
	7	105	4963,8	0,8
	8	93	4963,2	0,6
	9	99	4962,8	0,4
	10	85	4962,2	0,6
		$T_{média}$ (°C)		$\Delta m_{média} - 5 \text{ min}$ (g)
		84		1,12
		$T_{média}$ (°C)		$\Delta m_{média} - 10 \text{ min}$ (g)
		105		0,86

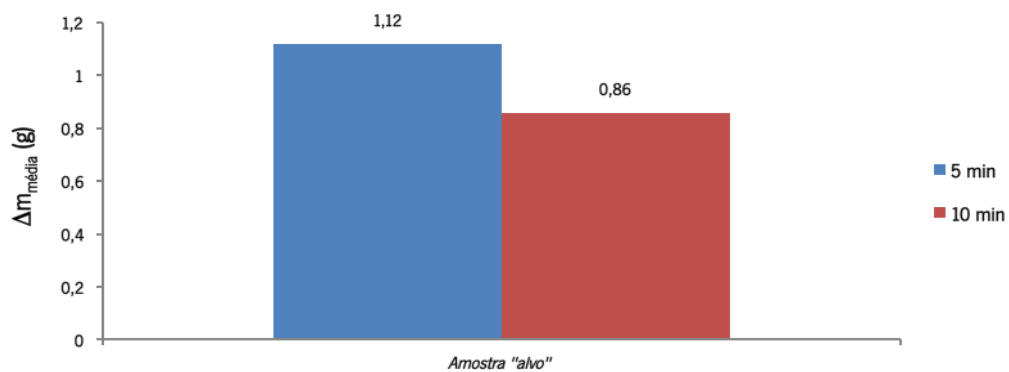


Figura 4.7. Variação média de massa de DEKTON desbastada pela amostra “alvo” ao fim de 5 e 10 minutos

## 2. Preparação e Testes das Amostras de *K-Locs* preparados

### 2.1. Abrasivos produzidos utilizando os reagentes do fornecedor da Empresa A e resultados da análise dos testes das amostras

A análise física das amostras preparadas (*AK - 1* a *AK - 24*), após mistura das resinas provenientes da Empresa A em determinadas percentagens com as resinas da empresa e posterior cura, permitiu verificar que apenas as *SRA - 1* misturadas com a *PR - KGS 1* (*AK - 1*, *AK - 2* e *AK - 3*), apresentavam as características desejadas, sendo por isso as únicas a serem alvo de estudo na 2ª etapa.

Todas as amostras obtidas entre as três resinas de silicone da Empresa A misturadas com a *EP - KGS*, quer na presença ou ausência do *CAT - KGS* (*AK - 10* a *AK - 24*), após tratamento térmico, não apresentaram a resistência mecânica devida, no caso as amostras apresentavam ausência de cura, isto é, ausência de reação de reticulação devida, motivo pelo qual foram excluídas de estudo. A ausência devida de cura deveu-se ao facto de não haver a reticulação entre a *EP - KGS* e as demais resinas de silicone.

As amostras *AK - 4* a *AK - 9* apresentavam-se gaseificadas/ estragadas e por esse motivo foram também descartadas de estudo.

Na 2ª etapa e quando colocadas sobre o substrato, verificou-se que as amostra *AK - 2* e *AK - 3* apresentavam elevado índice de quebra, nomeadamente a *AK - 3* e por esse motivo apenas se realizou o estudo das amostra dos *K-Locs* das amostras *AK - 1* e *AK - 2* (3ª etapa). Às amostras adicionaram-se os aditivos, diamante e *AD - KGS 1*, para otimizarem as performances da resistência mecânica e térmica.

O teste dos *K-Locs* das duas amostras, permitiu observação a degradação total de ambas as amostras, revelando desta forma que as amostras não apresentavam a resistência mecânica desejada (ver tabelas 4.2. e 4.3. e figura 4.8.).

Tabela 4.2. Preparação das amostras e dos *K-Locs* com base em resinas de silicone da Empresa A

Amostras	1ª Etapa							2ª Etapa			3ª Etapa	
	<i>PR-KGS 1</i>	<i>EP-KGS</i>	<i>CAT-KGS</i>	% (m/m) <sup>®</sup> <i>CAT-KGS</i>	<i>SR</i>	% (m/m) <i>SR</i>	T.T. (°C/ h)	Obs.	Aditivos	T.T. (°C/ h)	Obs.	Obs.
<i>AK - 1</i>	×	_____	_____	_____	<i>SRA - 1</i>	5	100 °C/ 2 h + 150 °C/ 2h	Amostras com boas características morfológicas.	Diamante + AD-KGS 1	100 °C/ 2 h + 150 °C/ 2h	Boa adesão.	K-Locs totalmente destruídos após o teste. Não apresentam a resistência mecânica desejada.
<i>AK - 2</i>	×	_____	_____	10								
<i>AK - 3</i>	×	_____	_____	15		Amostra frágil. Rejeitada.					_____	
<i>AK - 4</i>	×	_____	_____	_____	<i>SRA - 2</i>	5	100 °C/ 2 h + 150 °C/ 2h	Amostras gaseificadas/ estragadas.	_____	_____	_____	_____
<i>AK - 5</i>	×	_____	_____	10								
<i>AK - 6</i>	×	_____	_____	15								



Tabela 4.3. Preparação das amostras e dos *K-Locs* com base em resinas de silicone da Empresa A (continuação)

Amostras	1ª Etapa						2ª Etapa			3ª Etapa				
	<i>PR-KGS 1</i>	<i>EP-KGS</i>	<i>CAT-KGS</i>	% (m/m) <sup>(a)</sup> <i>CAT-KGS</i>	<i>SR</i>	% (m/m) <i>SR</i>	T.T. (°C/ h)	Obs.	Aditivos	T.T. (°C/ h)	Obs.	Obs.		
<i>AK - 7</i>	x	_____	_____	_____	<i>SRA - 3</i>	5	100 °C/ 2 h + 150 °C/ 2h	Amostras gaseificadas/ estragadas.	_____	_____	_____	_____		
<i>AK - 8</i>	x	_____	_____	_____		10			_____	_____	_____			
<i>AK - 9</i>	x	_____	_____	_____		15			_____	_____	_____			
<i>AK - 10</i>	_____	x	_____	_____	<i>SRA - 1</i>	5	100 °C/ 2 h + 150 °C/ 2h	Amostras não curadas.	_____	_____	_____	_____		
<i>AK - 11</i>	_____	x	_____	_____		10			_____	_____				
<i>AK - 12</i>	_____	x	_____	_____		15			_____	_____				
<i>AK - 13</i>	_____	x	_____	_____	<i>SRA - 2</i>	5			_____	_____				
<i>AK - 14</i>	_____	x	_____	_____		10			_____	_____				
<i>AK - 15</i>	_____	x	_____	_____		15			_____	_____				
<i>AK - 16</i>	_____	x	_____	_____	<i>SRA - 3</i>	5			_____	_____				
<i>AK - 17</i>	_____	x	_____	_____		10			_____	_____				
<i>AK - 18</i>	_____	x	_____	_____		15			_____	_____				
<i>AK - 19</i>	_____	x	x	10	<i>SRA - 1</i>	10			100 °C/ 2 h + 150 °C/ 2h	Amostras não curadas.	_____	_____	_____	_____
<i>AK - 20</i>	_____	x	x			15					_____	_____		
<i>AK - 21</i>	_____	x	x		<i>SRA - 2</i>	10					_____	_____		
<i>AK - 22</i>	_____	x	x			15	_____	_____						
<i>AK - 23</i>	_____	x	x		<i>SRA - 3</i>	10	_____	_____						
<i>AK - 24</i>	_____	x	x			15	_____	_____						

<sup>(a)</sup> percentagem de massa de *CAT-KGS* em relação à massa de EP - KGS

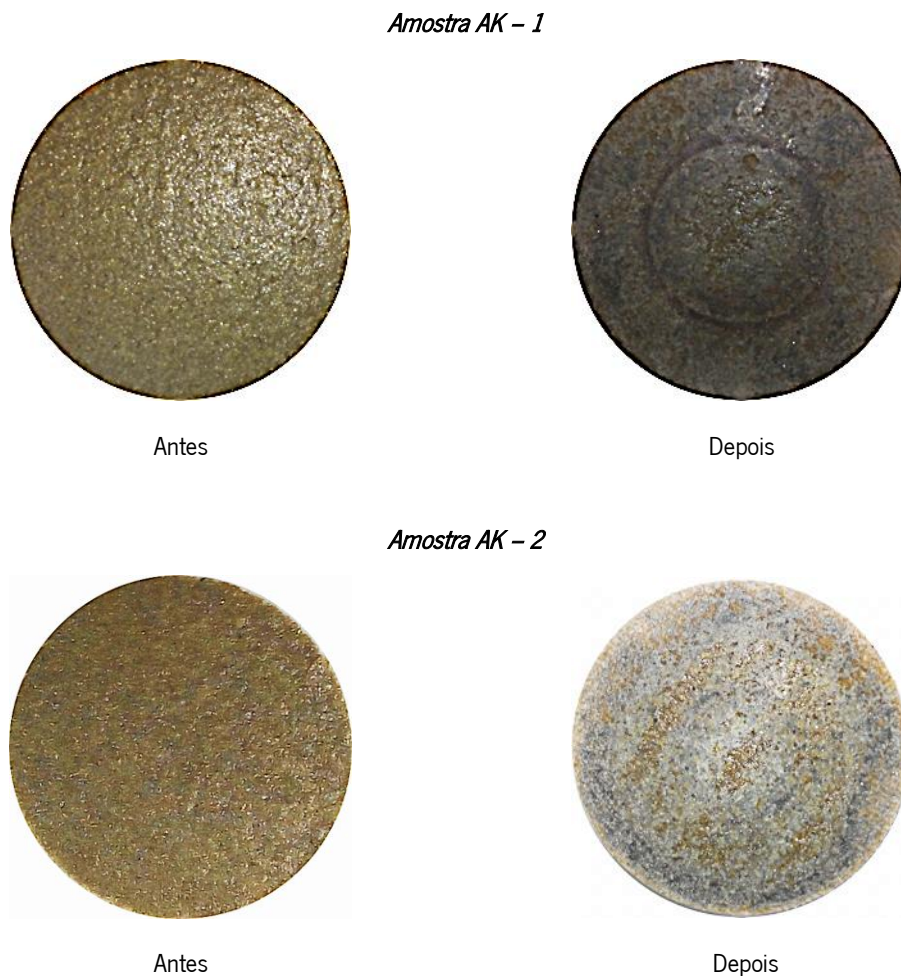


Figura 4.8. Imagens dos *K-Locs* preparados através das resinas provenientes da Empresa A, antes e depois do teste de desbaste. Amostras: *AK – 1* e *AK – 2*

## 2.2. Abrasivos produzidos utilizando os reagentes do fornecedor da Empresa B e resultados da análise dos testes das amostras

Seguindo o procedimento experimental realizado na preparação das amostras anteriores da Empresa A, foi realizado o estudo das amostras das resinas de silicone líquidas, *SR B – 1* e *SR B – 2*, em mistura com as resinas da empresa *PR – KGS 1* e *EP – KGS*.

A análise das amostras após cura, revelou que as amostras *BK – 1*, *BK – 2* e *BK – 3* apresentavam-se totalmente gaseificadas/ estragadas e as amostras *BK – 4*, *BK – 5* e *BK – 6* não se curaram devidamente, pelo que foram descartadas imediatamente da segunda etapa.

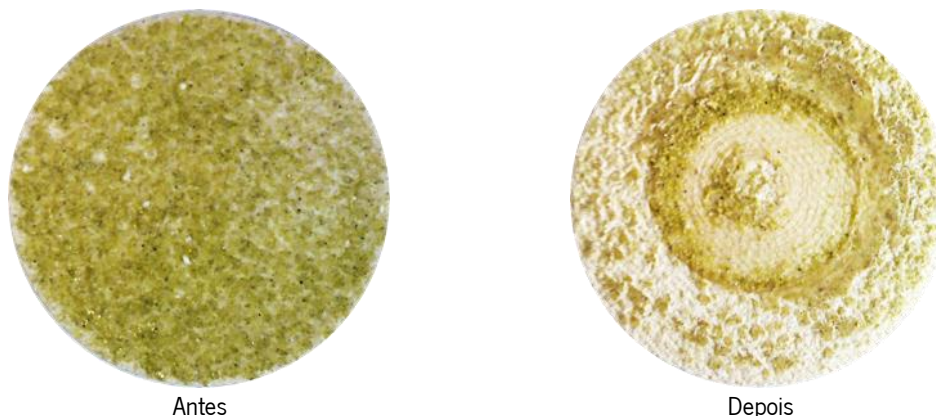
Já as resinas sólidas, *SRB - 3* e *SRB - 4*, foram colocadas puras, sob o substrato de algodão e poliéster que serve de base para a realização dos *K-Locs*, tendo-se-lhe adicionado mais um novo aditivo (*AD - KGS 3*) de forma a melhorar as suas performances de resistência. Apesar disso, o teste dos *K-Locs* revelou que as amostras *BK - 7* e *BK - 8* eram muito frágeis, pois degradaram-se logo no primeiro minuto de desbaste. Por esse motivo não tinham qualquer motivo de interesse e foram também descartadas de eventuais melhorias (ver tabela 4.4. e figura 4.9.).

Tabela 4.4. Preparação das amostras e dos *K-Locs* com base em resinas de silicone da Empresa B

Amostras	1ª Etapa						2ª Etapa			3ª Etapa		
	<i>PR-KGS 1</i>	<i>EP-KGS</i>	<i>CAT-KGS</i>	% (m/m) <sup>a)</sup> <i>CAT-KGS</i>	<i>SR</i>	% (m/m) <i>SR</i>	T.T. (°C/ h)	Obs.	Aditivos	T.T. (°C/ h)	Obs.	Obs.
<i>BK - 1</i>	×	_____	_____	_____	<i>SR B - 1</i>	30	100 °C/ 3 h + 150 °C/ 3 h	Amostras gaseificadas/ estragadas.	_____	_____	_____	_____
<i>BK - 2</i>	×	_____	_____	_____		50			_____	_____	_____	_____
<i>BK - 3</i>	×	_____	_____	_____		70			_____	_____	_____	_____
<i>BK - 4</i>	_____	×	_____	_____	<i>SR B - 2</i>	30		Amostras não curadas.	_____	_____	_____	_____
<i>BK - 5</i>	_____	×	_____	_____		50			_____	_____	_____	_____
<i>BK - 6</i>	_____	×	_____	_____		70			_____	_____	_____	_____
<i>BK - 7</i>	_____	_____	_____	_____	<i>SR B - 3</i>	100			Diamante + AD-KGS 1 + AD-KGS 3	100 °C/ 3 h + 150 °C/ 3 h	Amostras muito frágeis.	K-Locs totalmente destruídos após o primeiro minuto de teste. Não apresentam a resistência mecânica desejada.
<i>BK - 8</i>	_____	_____	_____	_____	<i>SR B - 4</i>	100						

<sup>a)</sup> percentagem de massa de *CAT-KGS* em relação à massa de EP - KGS

***Amostra BK – 7***



***Amostra BK – 8***

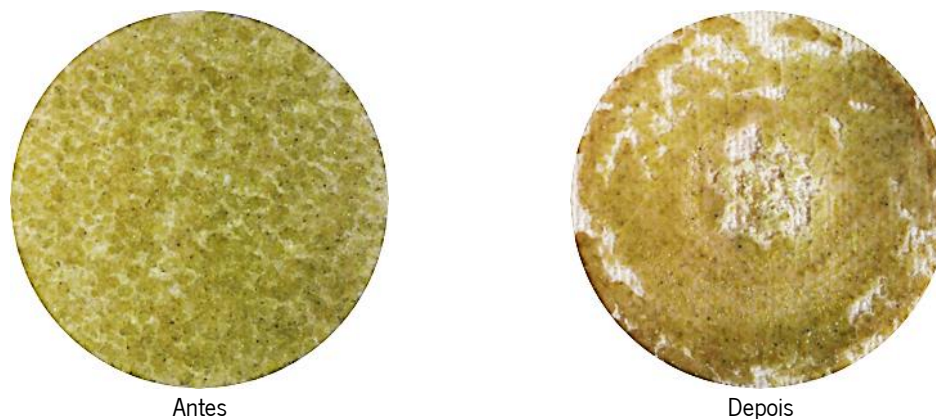


Figura 4.9. Imagens dos *K-Locs* preparados através das resinas provenientes da Empresa B, antes e depois do teste de desbaste. Amostras: *BK – 7* e *BK – 8*

### **2.3. Abrasivos produzidos utilizando os reagentes do fornecedor da Empresa C e resultados da análise dos testes das amostras**

O estudo das amostras das resinas de silicone da Empresa C foi realizado em sintonia com o estudo para as amostras de resinas dos fornecedores anteriores.

As amostras *CK – 1* a *CK – 9* foram descartadas da 2ª etapa, pois apresentaram-se todas gaseificadas/ estragadas após tratamento térmico.

Já as amostras *CK – 10* a *CK – 13* e *CK – 10* a *CK – 13* não apresentaram a cura desejada, motivo pelo qual também foram descartadas de estudo.

As amostras *CK – 14* e *CK – 15* apresentaram boas características morfológicas associadas a uma boa maleabilidade e resistência, sendo por isso alvo da segunda etapa do estudo.

Face às boas características das amostras *CK - 14* e *CK - 15*, foram preparados para além destes dois *K-Locs*, outras duas amostras que possuíam uma percentagem de *SR - 1* superior à amostra *CK - 14* (*CK - 22*) e superior à amostra *CK - 15* (*CK - 23*). O teste de *K-Locs* destas amostras mostrou-se mais uma vez infrutífero, uma vez que os *K-Locs* das amostras ficaram completamente destruídos no decorrer do teste.

Num segundo teste, face à falta de resistência mecânica apresentada pelas amostras *CK - 14*, *CK - 15*, *CK - 22* e *CK - 23*, prepararam-se outras três amostras: *CK - 24*, *CK - 25* e *CK - 26*. Nestas três amostras foram acrescentados mais dois aditivos (*AD - KGS 2* e *AD - KGS 3*) face à composição dos anteriores no intuito de promover uma melhoria na sua resistência mecânica, mas mais uma vez o resultado final foi igual, ou seja, os *K-Locs* ficaram totalmente destruídos, revelando a falta de resistência desejada (ver tabelas 4.5. a 4.7. e figuras 4.10. a 4.12.).

Tabela 4.5. Preparação das amostras e dos *K-Locs* com base em resinas de silicone da Empresa C

Amostras	1ª Etapa							2ª Etapa			3ª Etapa				
	<i>PR-KGS 1</i>	<i>EP-KGS</i>	<i>CAT-KGS</i>	% (m/m) <sup>m</sup> <i>CAT-KGS</i>	<i>SR</i>	% (m/m) <i>SR</i>	T.T. (°C/ h)	Obs.	Aditivos	T.T. (°C/ h)	Obs.	Obs.			
<i>CK - 1</i>	×	_____	_____	_____	<i>SR C - 1</i>	5	100 °C/ 3 h + 150 °C/ 3 h	Amostras gaseificadas/ estragadas.	_____	_____	_____	_____			
<i>CK - 2</i>	×	_____	_____	_____		10			_____	_____	_____	_____			
<i>CK - 3</i>	×	_____	_____	_____		15			_____	_____	_____	_____			
<i>CK - 4</i>	×	_____	_____	_____	<i>SR C - 2</i>	5		100 °C/ 3 h + 150 °C/ 3 h	Amostras gaseificadas/ estragadas.	_____	_____	_____	_____		
<i>CK - 5</i>	×	_____	_____	_____		10				_____	_____	_____	_____		
<i>CK - 6</i>	×	_____	_____	_____		15				_____	_____	_____	_____		
<i>CK - 7</i>	×	_____	_____	_____	<i>SR C - 3</i>	30			100 °C/ 3 h + 150 °C/ 3 h	Amostras gaseificadas/ estragadas.	_____	_____	_____	_____	
<i>CK - 8</i>	×	_____	_____	_____		50					_____	_____	_____	_____	
<i>CK - 9</i>	×	_____	_____	_____		70					_____	_____	_____	_____	
<i>CK - 10</i>	_____	×	_____	_____	<i>SR C - 1</i>	5				100 °C/ 3 h + 150 °C/ 3 h	Amostras não curadas.	_____	_____	_____	_____
<i>CK - 11</i>	_____	×	_____	_____		10						_____	_____	_____	_____
<i>CK - 12</i>	_____	×	_____	_____		15						_____	_____	_____	_____
<i>CK - 13</i>	_____	×	_____	_____		30		_____				_____	_____	_____	

Tabela 4.6. Preparação das amostras e dos *K-Locs* com base em resinas de silicone da Empresa C (continuação)

Amostras	1ª Etapa							2ª Etapa			3ª Etapa		
	<i>PR-KGS 1</i>	<i>EP-KGS</i>	<i>CAT-KGS</i>	% (m/m) <sup>m</sup> <i>CAT-KGS</i>	<i>SR</i>	% (m/m) <i>SR</i>	T.T. (°C/ h)	Obs.	Aditivos	T.T. (°C/ h)	Obs.	Obs.	
<i>CK - 14</i>	_____	x	_____	_____	<i>SR C - 1</i>	50	100 °C/ 3 h + 150 °C/ 3 h	Amostras com boas características morfológicas.	Diamante + AD-KGS 1	100 °C/ 3 h + 150 °C/ 3 h	Amostras um pouco frágeis.	K-Locs totalmente destruídos após o primeiro minuto de teste. Não apresentam a resistência mecânica desejada.	
<i>CK - 15</i>	_____	x	_____	_____		70							
<i>CK - 16</i>	_____	x	_____	_____	<i>SR C - 2</i>	30	100 °C/ 3 h + 150 °C/ 3 h	Amostras não curadas.	_____	_____	_____	_____	
<i>CK - 17</i>	_____	x	_____	_____		50			_____	_____	_____	_____	
<i>CK - 18</i>	_____	x	_____	_____		70			_____	_____	_____	_____	
<i>CK - 19</i>	_____	x	_____	_____	<i>SR C - 3</i>	30			_____	_____	_____	_____	_____
<i>CK - 20</i>	_____	x	_____	_____		50			_____	_____	_____	_____	
<i>CK - 21</i>	_____	x	_____	_____		70			_____	_____	_____	_____	



Tabela 4.7. Preparação das amostras e dos *K-Locs* com base em resinas de silicone da Empresa C (continuação)

Amostras	1ª Etapa								2ª Etapa			3ª Etapa
	<i>PR-KGS 1</i>	<i>EP-KGS</i>	<i>CAT-KGS</i>	% (m/m) <sup>(a)</sup> <i>CAT-KGS</i>	<i>SR</i>	% (m/m) <i>SR</i>	T.T. (°C/ h)	Obs.	Aditivos	T.T. (°C/ h)	Obs.	Obs.
<i>CK - 22</i>	_____	×	_____	_____	<i>SR C - 1</i>	60	_____	_____	Diamante + AD-KGS 1	100 °C/ 3 h + 150 °C/ 3 h	Amostras um pouco frágeis.	K-Locs totalmente destruídos após o primeiro minuto de teste. Não apresentam a resistência mecânica desejada.
<i>CK - 23</i>	_____	×	_____	_____		80	_____	_____				
<i>CK - 24</i>	_____	×	_____	_____	<i>SR C - 1</i>	80	_____	_____	Diamante + AD-KGS 1 + AD-KGS 2 + AD-KGS 3	100 °C/ 3 h + 150 °C/ 3 h	Boa adesão.	K-Locs totalmente destruídos após o primeiro minuto de teste. Não apresentam a resistência mecânica desejada.
<i>CK - 25</i>	_____	×	_____	_____		90	_____	_____				
<i>CK - 26</i>	_____	_____	_____	_____	_____	100	_____	_____				

<sup>(a)</sup> percentagem de massa de *CAT-KGS* em relação à massa de EP - KGS

*Amostra CK - 14*



Antes



Depois

*Amostra CK - 15*

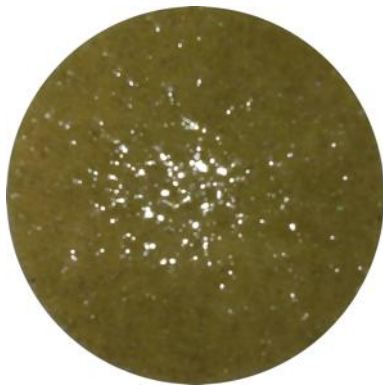


Antes



Depois

*Amostra CK - 22*



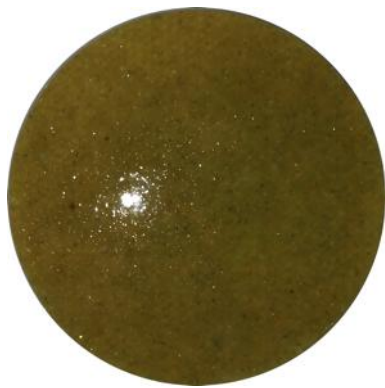
Antes



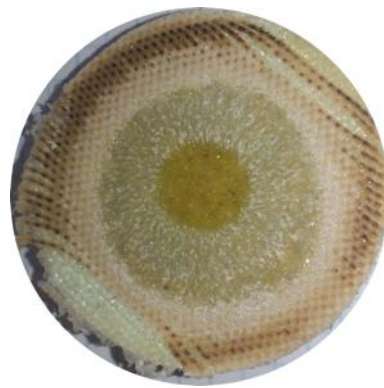
Depois

Figura 4.10. Imagens dos *K-Locs* preparados através das resinas provenientes da Empresa C, antes e depois do teste de desbaste. Amostras: *CK - 14*, *CK - 15* e *CK - 22*

*Amostra CK - 23*



Antes



Depois

*Amostra CK - 24*



Antes



Depois

*Amostra CK - 25*



Antes



Depois

Figura 4.11. Imagens dos *K-Locs* preparados através das resinas provenientes da Empresa C, antes e depois do teste de desbaste. Amostras: *CK - 23*, *CK - 24* e *CK - 25*

*Amostra CK – 26*



Figura 4.12. Imagens do *K-Loc* preparado através das resinas provenientes da Empresa C, antes e depois do teste de desbaste. Amostra: *CK – 26*

#### **2.4. Abrasivos produzidos utilizando os reagentes do fornecedor da Empresa D e resultados da análise dos testes das amostras**

A análise morfológica visual permitiu verificar que as amostras *DK – 37* a *DK – 59* e *DK – 71* a *DK – 76*, após tratamento térmico, não apresentavam a reação de cura devida, pelo que foram desde logo excluídas do estudo.

As amostras *DK – 2*, *DK – 3*, *DK – 14*, *DK – 15*, *DK – 60* e *DK – 61*, apresentavam boas características morfológicas, enquanto que todas as outras amostras foram descartadas pois apresentavam algumas ou muitas bolhas, eram muito quebradiças e na maior parte dos casos completamente gaseificadas, tais anomalias devem-se ao facto de haver falta de compatibilidade entre as resinas e ocorrer a degradação da estrutura das resinas, deteriorando o esqueleto base da resina (*backbone*).

A *SR D – 6* foi também alvo de estudo misturada com a *SR C – 1*, devido às suas características, e mostraram ser amostras promissoras.

Tal como se fez anteriormente na preparação dos *K-Locs* das amostras dos outros fornecedores, as amostras com boas características foram modificadas exatamente como as anteriores, com a introdução de partículas abrasivas (diamante) e com o *AD – KGS 1*, para promoverem a resistência mecânica desejada na resina. Devido ao facto de amostra *DK – 15*

apresentar um elevado estado de quebra sobre o substrato, não foi realizado o estudo do respetivo *K-Loc*.

Foram criados assim três *K-Locs* a partir das amostras *DK - 2*, *DK - 3* e *DK - 14*, pois foram as primeiras amostras a revelarem boas características mecânicas.

Após a realização dos testes dos *K-Locs*, em geral todas as amostras apresentaram um bom trabalho de desbaste, no entanto a amostra *DK - 2* apresentou a melhor estabilidade, durabilidade e as melhores características em relação às outras após o trabalho, sendo por isso considerada a melhor opção (ver tabelas 4.8 a 4.12. e figura 4.13.).

As amostras obtidas a partir das *SR D - 7* e *SR D - 8* por terem sido recebidas numa fase mais avançada do trabalho, apenas foram alvo de estudo com *PR - KGS 1* e *EP - KGS* numa fase em que já se tinha começado a realizar melhorias na amostra *DK - 2*.

Tabela 4.8. Preparação das amostras e dos *K-Locs* com base em resinas de silicone da Empresa D

Amostras	1ª Etapa						2ª Etapa			3ª Etapa		
	<i>PR-KGS 1</i>	<i>EP-KGS</i>	<i>CAT-KGS</i>	% (m/m) <sup>#</sup> <i>CAT-KGS</i>	<i>SR</i>	% (m/m) <i>SR</i>	T.T. (°C/ h)	Obs.	Aditivos	T.T. (°C/ h)	Obs.	Obs.
<i>DK - 1</i>	x	_____	_____	_____	<i>SR D - 1</i>	5	100 °C/ 3 h + 150 °C/ 3 h	Amostra gaseificada/estragada.	_____	_____	_____	_____
<i>DK - 2</i>	x	_____	_____	_____		10		Amostras com boas características morfológicas.	Diamante + AD-KGS 1	100 °C/ 3 h + 150 °C/ 3 h	Boa adesão.	Boa resistência mecânica, mas performances de desbaste inferiores às desejadas.  Melhores performances da amostra <i>DK - 2</i> .
<i>DK - 3</i>	x	_____	_____	_____		15						
<i>DK - 4</i>	x	_____	_____	_____		30						
<i>DK - 5</i>	x	_____	_____	_____		50		Amostras gaseificadas/estragadas.	_____	_____	_____	_____
<i>DK - 6</i>	x	_____	_____	_____		70			_____	_____	_____	_____

Tabela 4.9. Preparação das amostras e dos *K-Locs* com base em resinas de silicone da Empresa D (continuação)

Amostras	1ª Etapa					2ª Etapa			3ª Etapa			
	<i>PR-KGS 1</i>	<i>EP-KGS</i>	<i>CAT-KGS</i>	% (m/m) <sup>#</sup> <i>CAT-KGS</i>	<i>SR</i>	% (m/m) <i>SR</i>	T.T. (°C/ h)	Obs.	Aditivos	T.T. (°C/ h)	Obs.	Obs.
<i>DK - 7</i>	×	_____	_____	_____	<i>SR D - 2</i>	5	100 °C/ 3 h + 150 °C/ 3 h	Amostras gaseificadas/ estragadas.	_____	_____	_____	_____
<i>DK - 8</i>	×	_____	_____	_____		10			_____	_____	_____	_____
<i>DK - 9</i>	×	_____	_____	_____		15			_____	_____	_____	_____
<i>DK - 10</i>	×	_____	_____	_____		30			_____	_____	_____	_____
<i>DK - 11</i>	×	_____	_____	_____		50			_____	_____	_____	_____
<i>DK - 12</i>	×	_____	_____	_____		70			_____	_____	_____	_____
<i>DK - 13</i>	×	_____	_____	_____	<i>SR D - 3</i>	5	100 °C/ 3 h + 150 °C/ 3 h	Amostra gaseificada/ estragada.	_____	_____	_____	_____
<i>DK - 14</i>	×	_____	_____	_____		10		Amostras com boas características morfológicas.	Diamante + AD-KGS 1	100 °C/ 3 h + 150 °C/ 3 h	Boa resistência mecânica, mas performances de desbaste inferiores às desejadas.	
<i>DK - 15</i>	×	_____	_____	_____		15				Amostra frágil. Rejeitada.	_____	
<i>DK - 16</i>	×	_____	_____	_____		30		Amostras gaseificadas/ estragadas.	_____	_____	_____	_____
<i>DK - 17</i>	×	_____	_____	_____		50			_____	_____	_____	_____
<i>DK - 18</i>	×	_____	_____	_____		70			_____	_____	_____	_____

Tabela 4.10. Preparação das amostras e dos *K-Locs* com base em resinas de silicone da Empresa D (continuação)

Amostras	1ª Etapa						2ª Etapa			3ª Etapa		
	<i>PR-KGS 1</i>	<i>EP-KGS</i>	<i>CAT-KGS</i>	% (m/m) <sup>#</sup> <i>CAT-KGS</i>	<i>SR</i>	% (m/m) <i>SR</i>	T.T. (°C/ h)	Obs.	Aditivos	T.T. (°C/ h)	Obs.	Obs.
<i>DK - 19</i>	×	_____	_____	_____	<i>SR D - 4</i>	5	100 °C/ 3 h + 150 °C/ 3 h	Amostras gaseificadas/ estragadas.	_____	_____	_____	_____
<i>DK - 20</i>	×	_____	_____	_____		10			_____	_____	_____	
<i>DK - 21</i>	×	_____	_____	_____		15			_____	_____	_____	
<i>DK - 22</i>	×	_____	_____	_____		30			_____	_____	_____	
<i>DK - 23</i>	×	_____	_____	_____		50			_____	_____	_____	
<i>DK - 24</i>	×	_____	_____	_____		70			_____	_____	_____	
<i>DK - 25</i>	×	_____	_____	_____	<i>SR D - 5</i>	5	100 °C/ 3 h + 150 °C/ 3 h	Amostras gaseificadas/ estragadas.	_____	_____	_____	_____
<i>DK - 26</i>	×	_____	_____	_____		10			_____	_____	_____	
<i>DK - 27</i>	×	_____	_____	_____		15			_____	_____	_____	
<i>DK - 28</i>	×	_____	_____	_____		30			_____	_____	_____	
<i>DK - 29</i>	×	_____	_____	_____		50			_____	_____	_____	
<i>DK - 30</i>	×	_____	_____	_____		70			_____	_____	_____	
<i>DK - 31</i>	×	_____	_____	_____	<i>SR D - 6</i>	5	100 °C/ 3 h + 150 °C/ 3 h	Amostras gaseificadas/ estragadas.	_____	_____	_____	_____
<i>DK - 32</i>	×	_____	_____	_____		10			_____	_____	_____	
<i>DK - 33</i>	×	_____	_____	_____		15			_____	_____	_____	
<i>DK - 34</i>	×	_____	_____	_____		30			_____	_____	_____	
<i>DK - 35</i>	×	_____	_____	_____		50			_____	_____	_____	
<i>DK - 36</i>	×	_____	_____	_____		70			_____	_____	_____	
<i>DK - 37</i>	_____	×	_____	_____	<i>SR D - 1</i>	10	100 °C/ 3 h + 150 °C/ 3 h	Amostras não curadas.	_____	_____	_____	_____
<i>DK - 38</i>	_____	×	_____	_____		15			_____	_____	_____	
<i>DK - 39</i>	_____	×	_____	_____	<i>SR D - 2</i>	10			_____	_____	_____	_____
<i>DK - 40</i>	_____	×	_____	_____		15			_____	_____	_____	



Tabela 4.11. Preparação das amostras e dos *K-Locs* com base em resinas de silicone da Empresa D (continuação)

Amostras	1ª Etapa						2ª Etapa			3ª Etapa		
	<i>PR-KGS 1</i>	<i>EP-KGS</i>	<i>CAT-KGS</i>	% (m/m) <sup>m</sup> <i>CAT-KGS</i>	<i>SR</i>	% (m/m) <i>SR</i>	T.T. (°C/ h)	Obs.	Aditivos	T.T. (°C/ h)	Obs.	Obs.
<i>DK - 41</i>	_____	×	_____	_____	<i>SR D - 3</i>	10	100 °C/ 3 h + 150 °C/ 3 h	Amostras não curadas.	_____	_____	_____	_____
<i>DK - 42</i>	_____	×	_____	_____		15			_____	_____	_____	_____
<i>DK - 43</i>	_____	×	_____	_____	<i>SR D - 4</i>	10			_____	_____	_____	_____
<i>DK - 44</i>	_____	×	_____	_____		15			_____	_____	_____	_____
<i>DK - 45</i>	_____	×	_____	_____	<i>SR D - 5</i>	10			_____	_____	_____	_____
<i>DK - 46</i>	_____	×	_____	_____		15			_____	_____	_____	_____
<i>DK - 47</i>	_____	×	_____	_____	<i>SR D - 6</i>	30	100 °C/ 3 h + 150 °C/ 3 h	Amostras não curadas.	_____	_____	_____	_____
<i>DK - 48</i>	_____	×	_____	_____		50			_____	_____	_____	
<i>DK - 49</i>	_____	×	_____	_____		70			_____	_____	_____	
<i>DK - 50</i>	_____	×	_____	_____		80			_____	_____	_____	
<i>DK - 51</i>	_____	×	_____	_____		90			_____	_____	_____	
<i>DK - 52</i>	_____	×	×	10	<i>SR D - 1</i>	10	100 °C/ 3 h + 150 °C/ 3 h	Amostras não curadas.	_____	_____	_____	_____
<i>DK - 53</i>	_____	×	×			15			_____	_____	_____	
<i>DK - 54</i>	_____	×	×		<i>SR D - 3</i>	10			_____	_____	_____	
<i>DK - 55</i>	_____	×	×			15			_____	_____	_____	
<i>DK - 56</i>	_____	×	×		<i>SR D - 4</i>	10			_____	_____	_____	
<i>DK - 57</i>	_____	×	×			15			_____	_____	_____	
<i>DK - 58</i>	_____	×	×		<i>SR D - 5</i>	10			_____	_____	_____	
<i>DK - 59</i>	_____	×	×			15			_____	_____	_____	
<i>DK - 60</i>	×	_____	_____		<i>SR D - 7</i>	1	100 °C/ 3 h + 150 °C/ 3 h	Boas características morfológicas.	_____	_____	_____	_____
<i>DK - 61</i>	×	_____	_____			2,5			_____	_____	_____	

Tabela 4.12. Preparação das amostras e dos *K-Locs* com base em resinas de silicone da Empresa D (continuação)

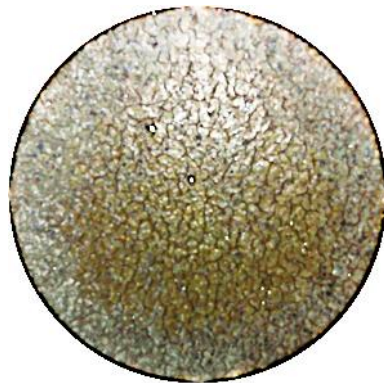
Amostras	1ª Etapa							2ª Etapa			3ª Etapa	
	<i>PR-KGS 1</i>	<i>EP-KGS</i>	<i>CAT-KGS</i>	% (m/m) <sup>a)</sup> <i>CAT-KGS</i>	<i>SR</i>	% (m/m) <i>SR</i>	T.T. (°C/ h)	Obs.	Aditivos	T.T. (°C/ h)	Obs.	Obs.
<i>DK - 62</i>	×	_____	_____	_____	<i>SR D - 7</i>	5	100 °C/ 3 h + 150 °C/ 3 h	Razoáveis características morfológicas das amostras <i>DK - 62 a DK - 64</i> e más características morfológicas da amostra <i>DK - 65</i> .	_____	_____	_____	_____
<i>DK - 63</i>	×	_____	_____	_____		7,5			_____	_____	_____	_____
<i>DK - 64</i>	×	_____	_____	_____		10			_____	_____	_____	
<i>DK - 65</i>	×	_____	_____	_____		15			_____	_____	_____	
<i>DK - 66</i>	×	_____	_____	_____	<i>SR D - 8</i>	1	100 °C/ 3 h + 150 °C/ 3 h	Amostras gaseificadas/ estragadas.	_____	_____	_____	_____
<i>DK - 67</i>	×	_____	_____	_____		2,5			_____	_____		
<i>DK - 68</i>	×	_____	_____	_____		5			_____	_____		
<i>DK - 69</i>	×	_____	_____	_____		10			_____	_____		
<i>DK - 70</i>	×	_____	_____	_____		15			_____	_____		
<i>DK - 71</i>	_____	×	_____	_____	<i>SR D - 7</i>	5	100 °C/ 3 h + 150 °C/ 3 h	Amostras não curadas.	_____	_____	_____	_____
<i>DK - 72</i>	_____	×	_____	_____		10			_____	_____		
<i>DK - 73</i>	_____	×	_____	_____		15			_____	_____		
<i>DK - 74</i>	_____	×	_____	_____	<i>SR D - 8</i>	5			_____	_____		
<i>DK - 75</i>	_____	×	_____	_____		10			_____	_____		
<i>DK - 76</i>	_____	×	_____	_____		15			_____	_____		

<sup>(a)</sup> percentagem de massa de *CAT-KGS* em relação à massa de *EP - KGS*

*Amostra DK - 2*



Antes



Depois

*Amostra DK - 3*



Antes



Depois

*Amostra DK - 14*



Antes



Depois

Figura 4.13. Imagens dos *K-Locs* preparados através das resinas provenientes da Empresa D, antes e depois do teste de desbaste. Amostras: *DK - 2*, *DK - 3* e *DK - 14*

O ponto de partida para o desenvolvimento adequado dos *K-Locs* assentou numa boa resistência mecânica e em boas performances de desbaste.

Assim e considerando que a amostra *DK – 2* apresentava as melhores performances em termos de resistência mecânica até então obtidas, no entanto ainda não suficientes, foram realizadas/ promovidas melhorias à mesma.

Prepararam-se para o efeito seis novas amostras (*I, II, III, IV, V e VI*) a partir da amostra *DK – 2* com um padrão mais “agressivo” que o anterior em termos abrasivos.

A constituição da amostra *I* manteve-se igual à realizada anteriormente, na amostra *II* aumentou-se a quantidade de diamante em relação à amostra *I* e nas amostras *III, IV, V e VI* mantiveram a mesma quantidade de diamante que a amostra *I*, mas foram incorporados novos aditivos.

Com o aumento da quantidade de diamante presente na amostra *II* em relação à amostra *I* pretendia-se que o diamante estivesse sempre à frente na peça de forma a proceder a um melhor desbaste.

Com a incorporação dos aditivos pretendia-se melhorar a resistência mecânica das amostras, promovendo o “fechar” da estrutura das peças e o desgaste mais rápido dos aditivos colocados na mistura, para assim expor uma maior quantidade de grãos de diamante de forma a potencializar o desbaste dos materiais com melhores performances, realizaram-se novas alterações quer no padrão das amostras quer nas quantidades de partículas abrasivas e de aditivos.

Todas as amostras apresentam boa resistência mecânica, mas pretendia-se que houvesse o melhor compromisso possível entre a melhor resistência mecânica e as melhores performances de massa de DEKTON desbastada durante o teste dos *K-Locs*.

Assim as amostras *I, II, IV e VI* foram as que apresentaram melhor desempenho ao desbaste, as amostras *I, II e VI* a melhor resistência mecânica, no entanto a amostra *VI* deixou marcas durante o processo de desbaste e a *VI* não permitiu que as partículas abrasivas (diamante) realizassem o processo de desbaste correto, pois o aditivo que lhe foi incorporado (*AD – KGS 6*) apresentava alguma rigidez, dificultando assim o seu desgaste e a “abertura” da estrutura da amostra (*open bond*) para expor uma maior quantidade de partículas de diamante para desbastar, sendo por isso excluídas (ver tabela 4.13., figuras 4.14 a 4.16.).

Tabela 4.13. Preparação e teste de novos *K-Locs* elaborados com base na amostra *DK – 2* com diferentes constituintes

2ª Etapa				3ª Etapa
Amostras	Aditivos	T.T.	Obs.	Obs.
I	Diamante + <i>AD – KGS 1</i>	100 °C/ 3h + 150 °C/ 3h	Amostras com boa adesão e boas características morfológicas.	Em geral apresentam todas boas características mecânicas após o teste , destacando-se como melhores as amostras I, II e IV em termos de performances de desgaste.
II	Diamante (maior quantidade) + <i>AD – KGS 1</i>			
III	Diamante + <i>AD – KGS 1</i> + <i>AD – KGS 2</i> + <i>AD – KGS 3</i>			
IV	Diamante + <i>AD – KGS 1</i> + <i>AD – KGS 4</i>			
V	Diamante + <i>AD – KGS 1</i> + <i>AD – KGS 5</i>			
VI	Diamante + <i>AD – KGS 1</i> + <i>AD – KGS 6</i>			

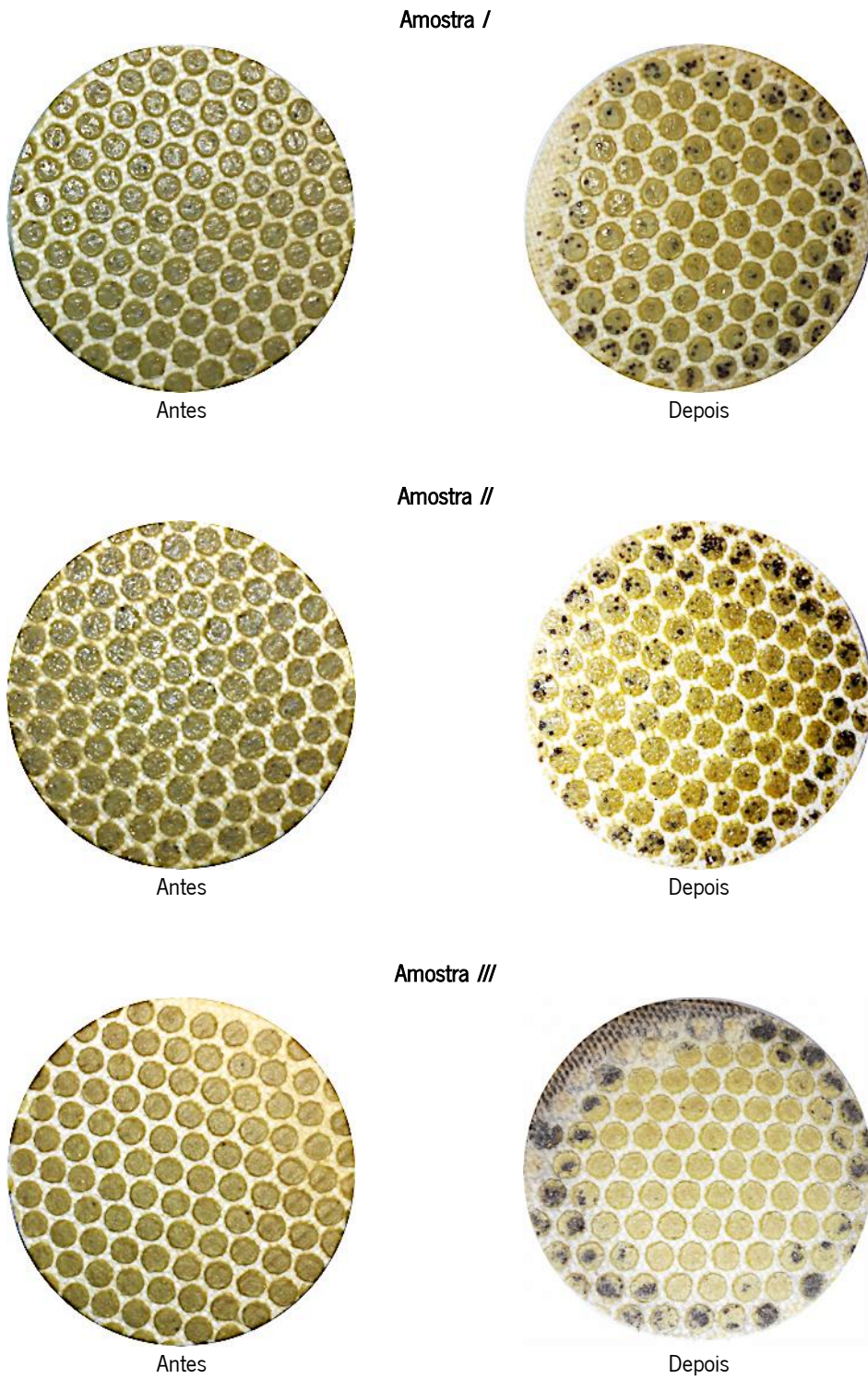
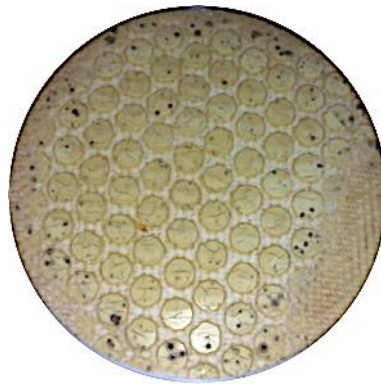


Figura 4.14. Imagens dos *K-Locs* preparados através das resinas provenientes da Empresa D, antes e depois do teste de desbaste. Amostras: /, // e ///

Amostra *IV*



Antes

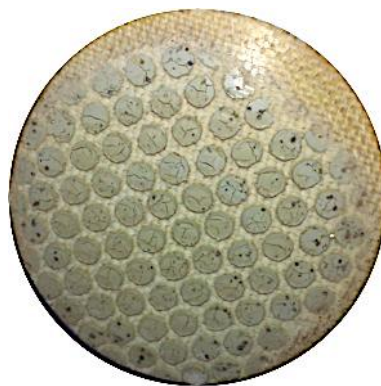


Depois

Amostra *V*

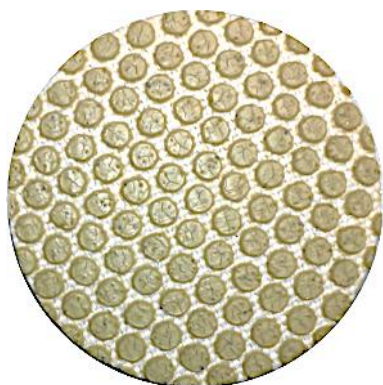


Antes



Depois

Amostra *VI*



Antes



Depois

Figura 4.15. Imagens dos *K-Locs* preparados através das resinas provenientes da Empresa D, antes e depois do teste de desbaste. Amostras: *IV*, *V* e *VI*

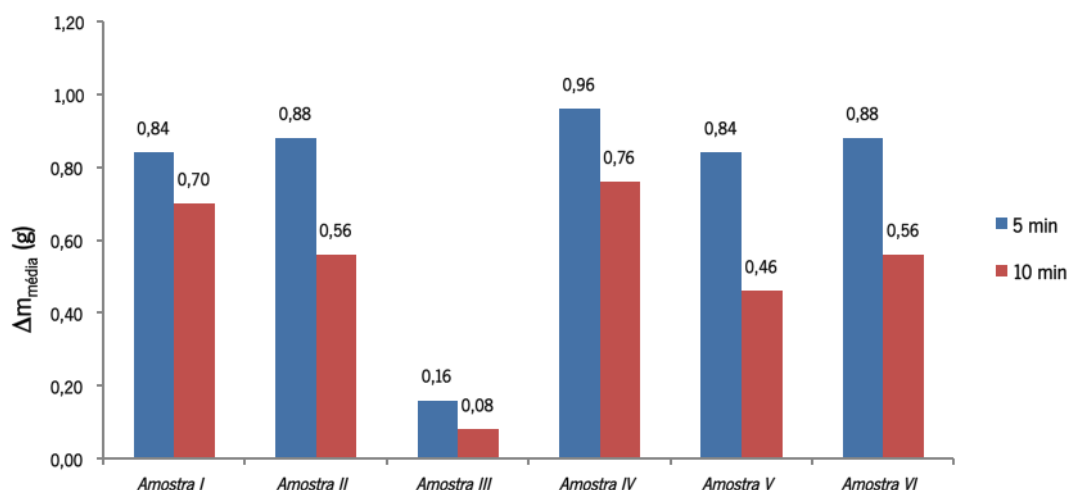


Figura 4.16. Variação média de massa de DEKTON desbastada pelas amostras I a VI, ao fim de 5 e 10 minutos

Os resultados obtidos permitiram concluir que embora se tivesse já conseguido obter uma resina com a resistência mecânica desejada ela ainda não apresentava as propriedades de desbaste requeridas.

Assim a amostra pretendida deveria ter características entre a amostra I e a amostra II, em termos de quantidade de partículas de diamante a usar. Para além disso, o sucesso pretendido do processo *pull-out* das partículas abrasivas não foi também conseguido devidamente, pois a matriz e as partículas abrasivas não atingiram o ponto crítico de desgaste pretendido, onde as partículas se desprendiam da matriz e promovessem o aparecimento de uma nova camada de partículas para prosseguir o processo de desbaste ou de polimento.

Para otimizar abertura da estrutura das amostras e promover uma maior quantidade de partículas abrasivas para poderem realizar com maior sucesso o desbaste pretendido, foram estudadas outras possibilidades, com a incorporação de novos aditivos (*AD - KGS 7, AD - KGS 8, AD - KGS 9 e AD - KGS 10*) e uma nova alteração do padrão para um padrão ainda mais agressivo.

Foram testadas várias amostras com a constituição da amostra I alterando a quantidade de massa de partículas de diamante até se obter as melhores performances de desbaste e posteriormente foram incorporados os novos aditivos de forma a se obter uma amostra que tivesse a resistência mecânica desejada e que promovesse as performances de desbaste pretendidas.

A amostra com as melhores performances em termos de resistência mecânica e desbaste, amostra *DK - 2 M (M - melhorada)*, foi conseguida com um novo padrão e com as



quantidades de partículas de diamante, de *AD – KGS 1* e de *AD – KGS 8* presentes na tabela 4.14. (ver figuras 4.17. e 4.18.).

Tabela 4.14. Preparação e teste do *K-Loc* da amostra *DK – 2 M*

2ª Etapa				3ª Etapa
Amostra	Aditivos	T.T.	Obs.	Obs.
<i>DK – 2 M</i>	X gramas de Diamante + Y gramas de <i>AD – KGS 1</i> + Z gramas de <i>AD – KGS 8</i>	100 °C/ 3h + 150 °C/ 3h	Amostra com boa adesão e boas características morfológicas.	A amostra apresenta boas características mecânicas e boas performances de desbaste após o teste.

Amostra *DK – 2 M*

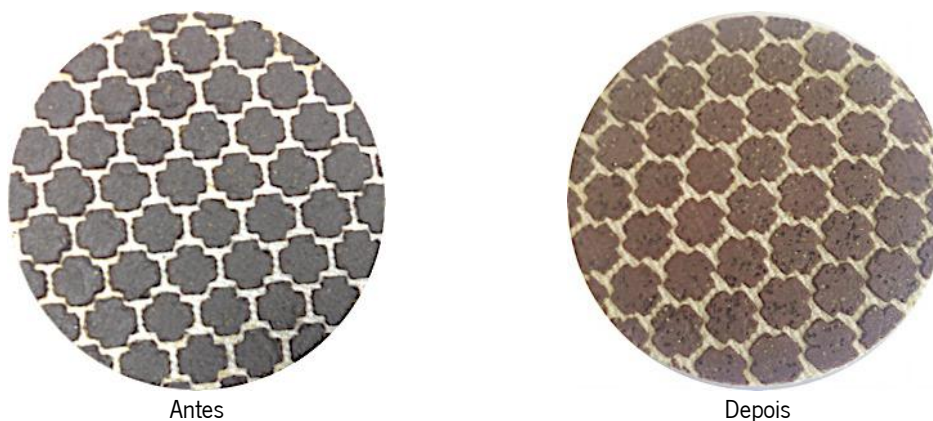


Figura 4.17. Imagens do *K-Loc* preparado através das resinas provenientes da Empresa D, antes e depois do teste de desbaste. Amostra: *DK – 2 M*

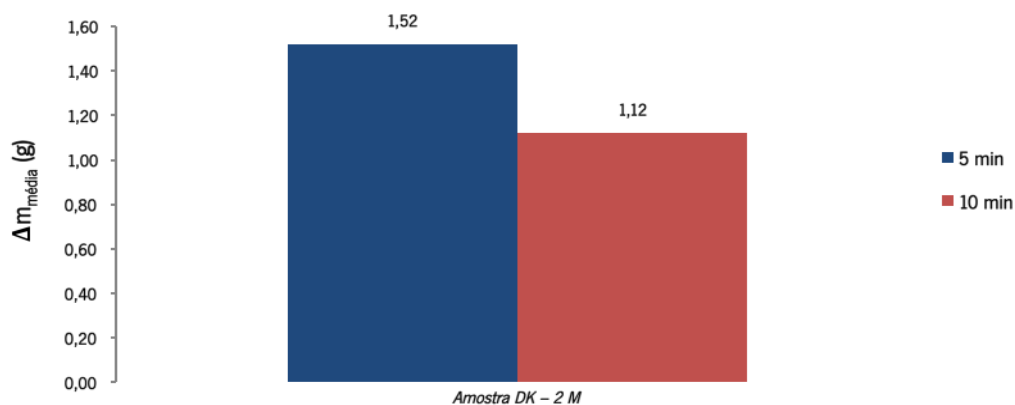


Figura 4.18. Variação média de massa de DEKTON desbastada pela amostra *DK – 2 M*, ao fim de 5 e 10 minutos

Os resultados obtidos pela amostra *DK – 2 M*, demonstraram ser muito bons, comparando com os da amostra do *K-Loc “alvo”*, pois apresenta melhores performances em termos de desgaste de DEKTON e uma boa resistência mecânica, tal como era pretendido.

Face a estes resultados foram realizados *K-Locs* com a mesma constituição em termos de partículas de diamante e aditivos, para assim avaliar se também as amostras *DK – 60 M*, *DK – 61 M* e *DC M (SR D – 6 + SR C – 1 M)* (*M* – melhoradas), seriam possíveis soluções.

Após o teste de *K-Locs* das potenciais amostras promissoras verificou-se que as amostras apresentavam boa resistência mecânica e que as amostras *DK – 60 M* e *DK – 61 M* apresentavam as melhores performances de desgaste que a amostra “*alvo*” e amostra de *DC M* apresentava valores de desgaste muito próximos da amostra “*alvo*”.

As amostras que apresentaram o melhor desempenho do abrasivo foram a *DK – 2 M* e *DK – 60 M*, pois apresentavam as melhores combinações da maior variação média de massa do bloco desbastada após 5 e 10 minutos e da melhor resistência mecânica apresentada pelo *K-Loc* após os 10 minutos de teste, observada através da integridade e durabilidade da amostra e da ausência de quaisquer marcas deixadas pelo *K-Loc* no bloco durante todo o teste.

Para confirmar a fidedignidade dos resultados foram realizados mais dois *K-Locs* de cada uma das amostras, perfazendo assim um total de três amostras. Verificou-se que após o teste dos mesmos os resultados eram fidedignos pois as quantidades de desgaste eram muito próximas/ similares.

Verificou-se, de acordo com a figura 4.19., que as amostras *DK – 2 M*, *DK – 60 M* e *DK – 61 M* em média após os 5 minutos de desgaste apresentam um aumento da massa de DEKTON desbastada superior em 26%, 35% e 24%, respetivamente, e após os 10 minutos superior em 26%, 47% e 39%, respetivamente, em relação à quantidade de massa de DEKTON desbastada pela amostra “*alvo*”.

Foi também realizada uma amostra “*Branco*”, com apenas a resina da empresa (*PR - KGS*) com *AD – KGS 1* (que serve de base de sustentação das partículas abrasivas) nas mesmas quantidades que as anteriores, com o intuito de avaliar a influência da *Silicone Resin* e do *AD – KGS 8* nas performances de desgaste das amostras. Verificou-se, como se pode constar na figura 4.19., que a introdução de novos compostos (aditivos) fez aumentar substancialmente as performances de desgaste.

Em relação à amostra “*Branco*” em média, verificou-se, de acordo com o gráfico 4.19., que as amostras *DK – 2 M*, *DK – 60 M*, *DK – 61 M* e *DC M* após os 5 minutos de desbaste apresentaram aumentos da massa de DEKTON desbastada superior em 54%, 64%, 51% e 13%, respectivamente, e após os 10 minutos superior em 87%, 118%, 106% e 41%, respectivamente, em relação à quantidade de massa de DEKTON desbastada pela amostra “*alvo*”.

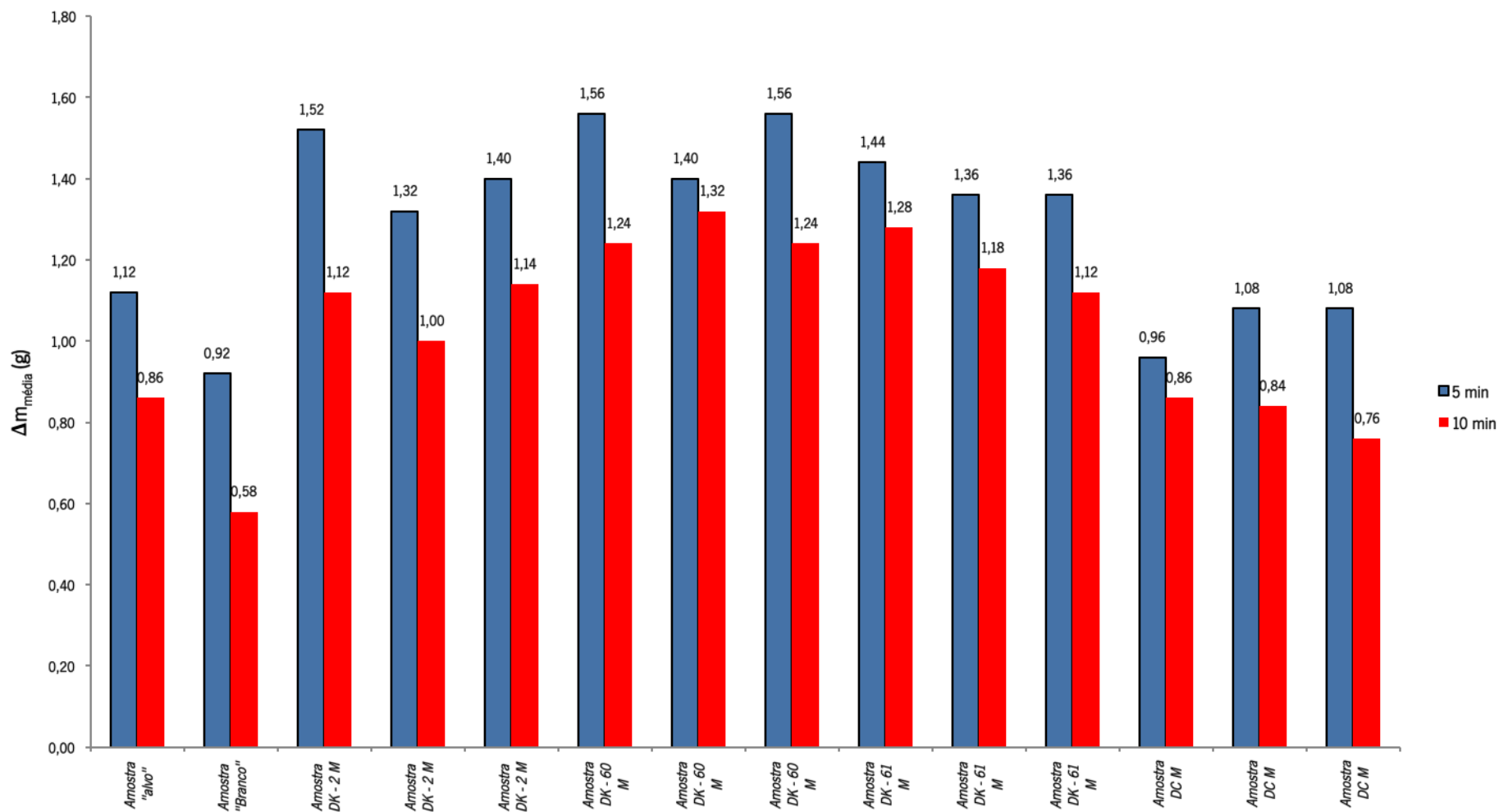


Figura 4.19. Variação média de massa de DEKTON desbastada pelos *K-Locs* das diferentes amostras estudadas, ao fim de 5 e 10 minutos



Verificou-se, conforme se pode constatar na figura 4.21., que ao introduzir maior rigidez ao *K-Loc*, nas amostras *DK - 2 M - CR* e *DK - 60 M - CR* após os 5 minutos de desbaste ocorria um aumento de massa de DEKTON desbastada de 16% e 17%, respetivamente, e após os 10 minutos um aumento de 12% e 31%, respetivamente, quando comparados os resultados obtidos pelos *K-Locs* sem (*SR*) e com reforço (*CR*) do substrato. No caso da amostra *DC M* não se verificava qualquer aumento ou diminuição quando comparadas as amostras sem e com reforço.

Apesar dos aumentos de massa desbastada obtidos com a utilização da placa de resina, considera-se esta solução inviável por os custos da placa de resina encarecerem em demasia a peça final do ponto de vista económico, motivo pelo qual esta opção foi descartada.

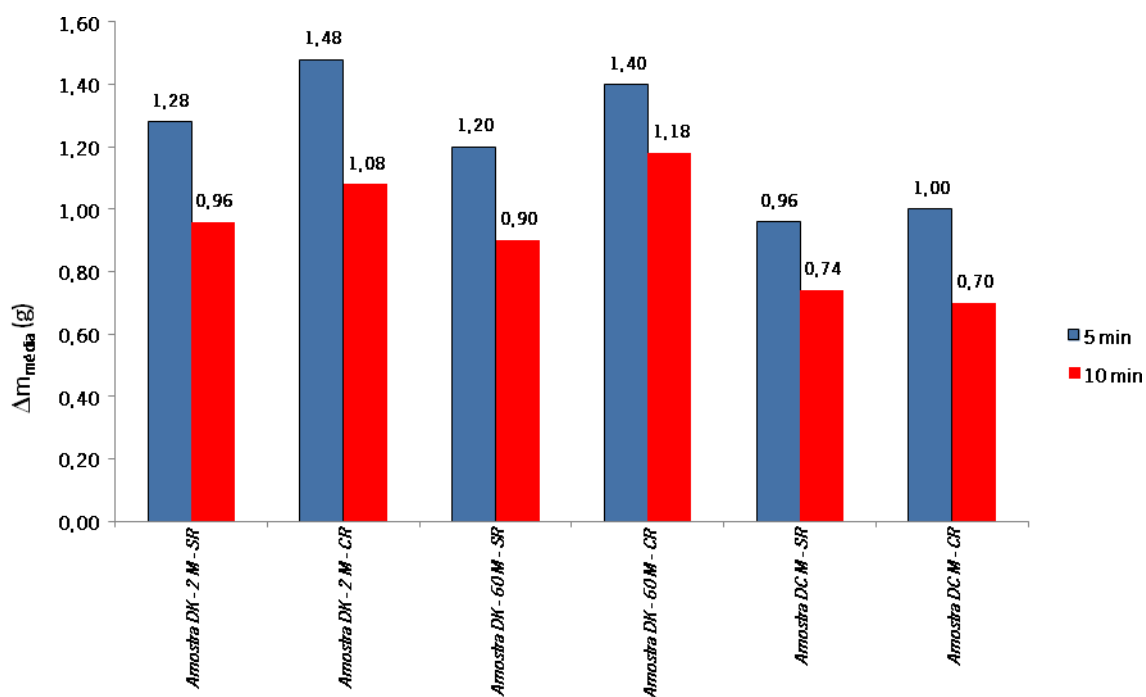


Figura 4.21. Variação média de massa de DEKTON desbastada pelas diferentes amostras com e sem reforço, ao fim de 5 e 10 minutos

### 2.5.2. Substituição das partículas de diamante por aglomerados de diamante

Os aglomerados de diamante (*AGL*), também conhecidas no meio científico e industrial como “*partículas super abrasivas*” ou *superabrasive particles*, tal como o diamante natural,

possuem elevada dureza e são resistentes à abrasão. Ao contrário do diamante natural, que possui uma estrutura irregular, os aglomerados de diamante possuem uma estrutura mais uniforme em todas as direções. Esta orientação uniforme permite-lhes otimizar a zona de desgaste, pois não só pode existir uma maior área de contacto como também não é necessário orientar a ferramenta com uma direção específica <sup>[77]</sup>.

Tendo em conta estas características seria de esperar que o desempenho ao desgaste pudesse ser ainda mais otimizado.

Para estudar este efeito foram realizadas duas amostras: a *DK - 2M - AGL* e a *DK - 60M - AGL*, para comparar posteriormente com a quantidade de massa que a mesma amostra com outras partículas abrasivas desbastaria.

Verificou-se, de acordo com a figura 4.22., um aumento da massa de DEKTON desbastada nas amostra *DK - 2 M - AGL* e *DK - 60 M - AGL* após os 5 minutos de desgaste de 28% e 47%, respetivamente, e após os 10 minutos de 50% e 62%, respetivamente, quando comparados os resultados obtidos pelos *K-Locs* com diamante e com aglomerados de diamante.

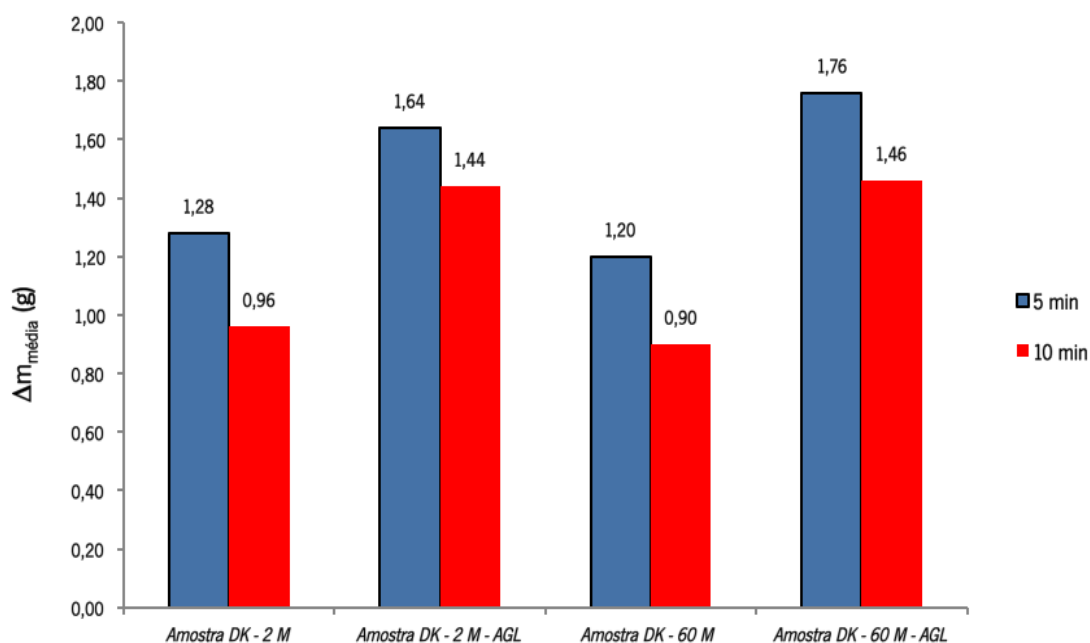


Figura 4.22. Quantidade média de massa de DEKTON desbastada pelas amostras *DK - 2 M* e *DK - 60 M* com diamante e aglomerados de diamante (*AGL*), ao fim de 5 e 10 minutos

### 2.5.3. Aumento da estabilidade do *K-Loc*, através da alteração da base do botão de suporte do substrato para as amostras com aglomerados de diamante

Um outro factor alvo de estudo consistiu em avaliar de que forma a maior ou menor estabilidade do *K-Loc* afetaria a variação de massa da mesa de testes desbastada.

Assim e para o efeito realizou-se a troca do botão de suporte normal (*NB*) por um botão com o mesmo diâmetro de rosca mas com o dobro de diâmetro da base (*BB*) que colava no substrato.

Para realizar este estudo foram realizadas as amostras de *K-Locs* da *DK - 2 M - AGL+BB* e *DK - 60 M - AGL+BB*.

Com base na figura 4.23., constatou-se que a maior estabilidade do *K-Loc* proporcionava um aumento da quantidade de massa de DEKTON desbastada, nomeadamente na amostra *DK - 2 M*, onde após os 5 minutos de desbaste ocorria um aumento de 22% e após os 10 minutos um aumento de 17%.

Na amostra *DK - 60 M - AGL+BB* apenas ocorria um ligeiro aumento de 2% após os primeiros 5 minutos de desbaste, mantendo-se praticamente igual após os 10 minutos de desbaste.

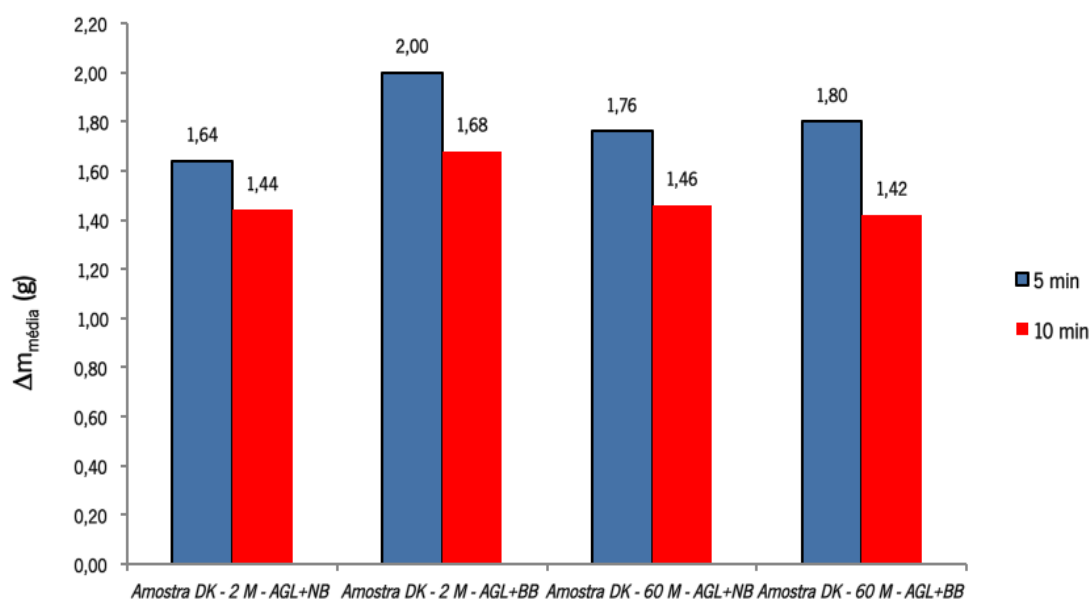


Figura 4.23. Variação média de massa de DEKTON desbastada pelas amostras *DK - 2 M* e *DK - 60 M* com aglomerados de diamante e diferentes tamanhos de botões de suporte do substrato, ao fim de 5 e 10 minutos



#### 2.5.4. Alteração da massa de *AD – KGS 8* presente na amostra de *K-Loc*

Um dos pontos pretendidos para a obtenção do *K-Loc* desejado consistia no facto de este durante o processo de desbaste não deixar qualquer tipo de marcas e de apresentar elevada performances de quantidade de massa de DEKTON desbastada.

A presença do *AD – KGS 8* nas amostras assentava sobretudo no facto deste aditivo promover a “abertura da amostra”, criando pequenos orifícios porosos na estrutura da amostra, de forma a facilitar o desgaste da amostra, isto é, de provocar um maior desgaste dos aditivos que promoviam a resistência mecânica às amostras e desta forma conseguir-se expor uma maior quantidade de partículas abrasivas para realizarem o desbaste do material.

Este estudo foi realizado com a amostra de *DK – 60 M – AGL+BB* (com aglomerados de diamante (AGL) e botão grande (BB) de suporte no substrato). Foram comparadas neste estudo a amostra de *K-Loc* já existente *DK – 60 M – AGL+BB*, uma amostra sem *AD – KGS 8* (*DK – 60 – AGL+BB+NA*) e outra com 30 % da quantidade inicial de *AD – KGS 8* (*DK – 60 – AGL+BB+30% AD – KGS 8*).

As três amostra apresentavam boa resistência mecânica e verificou-se, de acordo com os resultados obtidos da variação de massa desbastada, presentes na figura 4.24., que ao retiramos o *AD – KGS 8* da constituição da amostra, a quantidade de massa desbastada aumentava 33% ao fim de 5 min e 25% no final do teste. Já na amostra com 30% da quantidade inicial de *AD – KGS 8*, ao fim desses mesmos intervalos de tempo a quantidade de massa desbastada aumenta em 42% e 58%, respetivamente.

Em sintonia com os resultados obtidos verificou-se que a amostra com 30% da quantidade da massa de *AD – KGS 8* da amostra inicial apresentava as melhores performances em termos de variação de massa da mesa de testes desbastada e ausência de marcas.

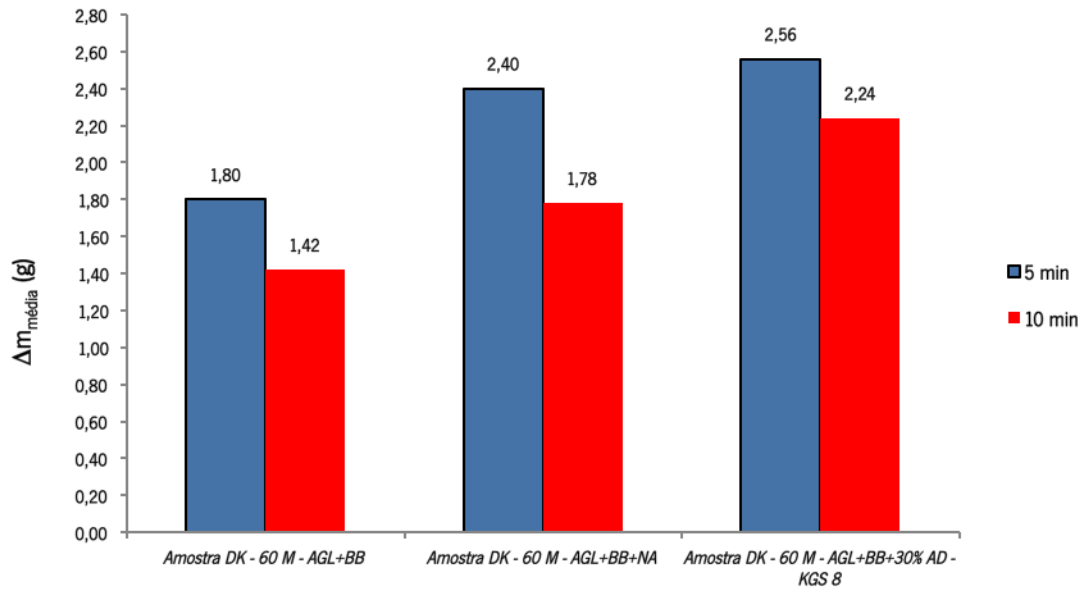


Figura 4.24. Variação de massa de DEKTON desbastada pelas amostras *DK - 60 M* com aglomerados de diamante e botão grande com diferentes quantidades de *AD - KGS 8*, ao fim de 5 e 10 minutos

### 3. Análise Termogravimétrica das amostras.

Os resultados da análise TGA são apresentados nas figuras 4.25. (curva Termogravimétrica) e 4.26. (curva derivada da análise Termogravimétrica).

De acordo com as figuras 4.25. e 4.26., constatou-se que as amostras “alvo”, a amostra *DK – 2 M* e as amostras *DK – 60 M* e *DK – 61 M* mantêm a sua estabilidade térmica até cerca dos 300 °C, enquanto que a amostra *DC M* apresentava estabilidade até uma temperatura mais elevada, cerca de 400 °C.

Para além disso verificou-se que a amostra “alvo” apresentava uma maior percentagem (55%) de degradação de material no intervalo de temperatura definido, 50 °C aos 900 °C, enquanto que as amostras *DK – 2 M*, *DK – 60 M* e *DK – 61 M*, apresentavam uma perda menor, na ordem dos 35% e 40%, respectivamente. A amostra *DC M* apresentava uma perda inferior às demais, cerca de 30%.

A degradação dos materiais, ou seja, os pontos onde se verificam as perdas mais acentuadas de material, 1º e 2º picos no gráfico da curva derivada da análise Termogravimétrica, presentes no gráfico 4.26., situavam-se próximas dos 450 °C, no caso da amostra *DC M* e dos 350 °C para todas as outras amostras (1º pico), e próxima dos 400 °C no caso da amostra “alvo” e dos 550 °C, aproximadamente, para as restantes amostras (2º pico).

Assim podemos concluir que as amostras *DK – 2 M*, *DK – 60 M*, *DK – 61 M* e *DC M* apresentam melhor resistência térmica que a amostra “alvo”, destacando-se a amostra *DC M* com a melhor resistência térmica de todas.

No que concerne à contribuição dos aditivos em relação à amostra “Branco”, verificou-se, tal como se consegue visualizar na figura 4.25. que estes não contribuem para a alteração da resistência térmica das amostras.

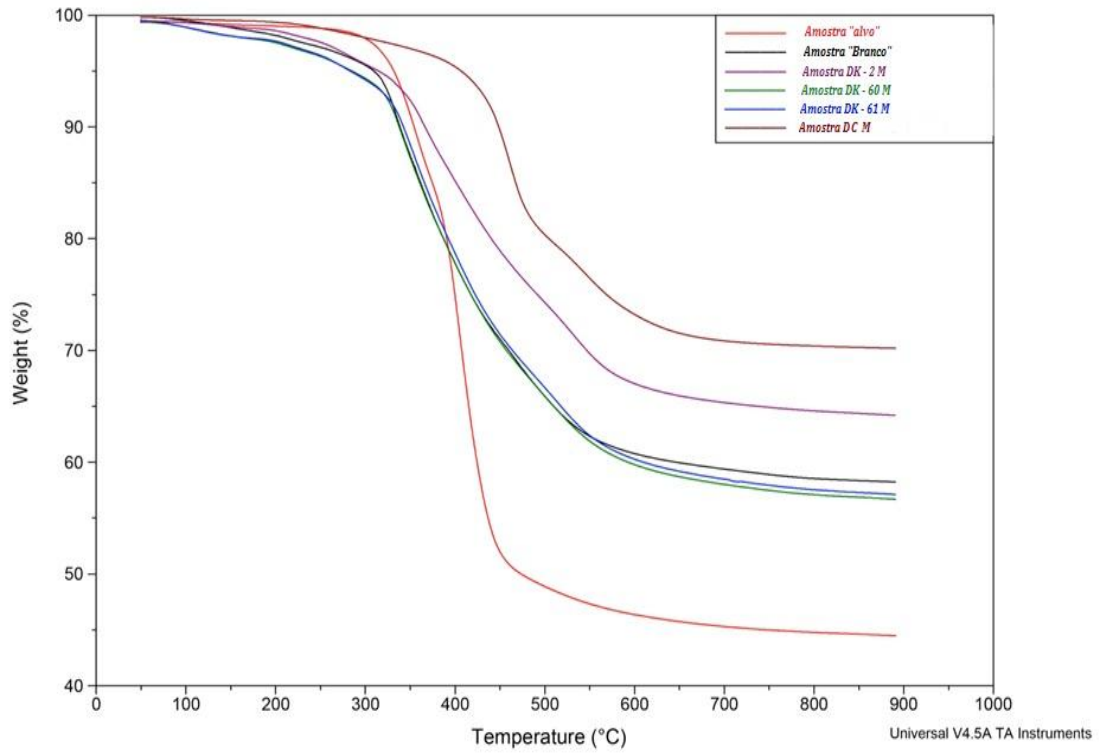


Figura 4.25. Curva Termogravimétrica das amostras estudadas

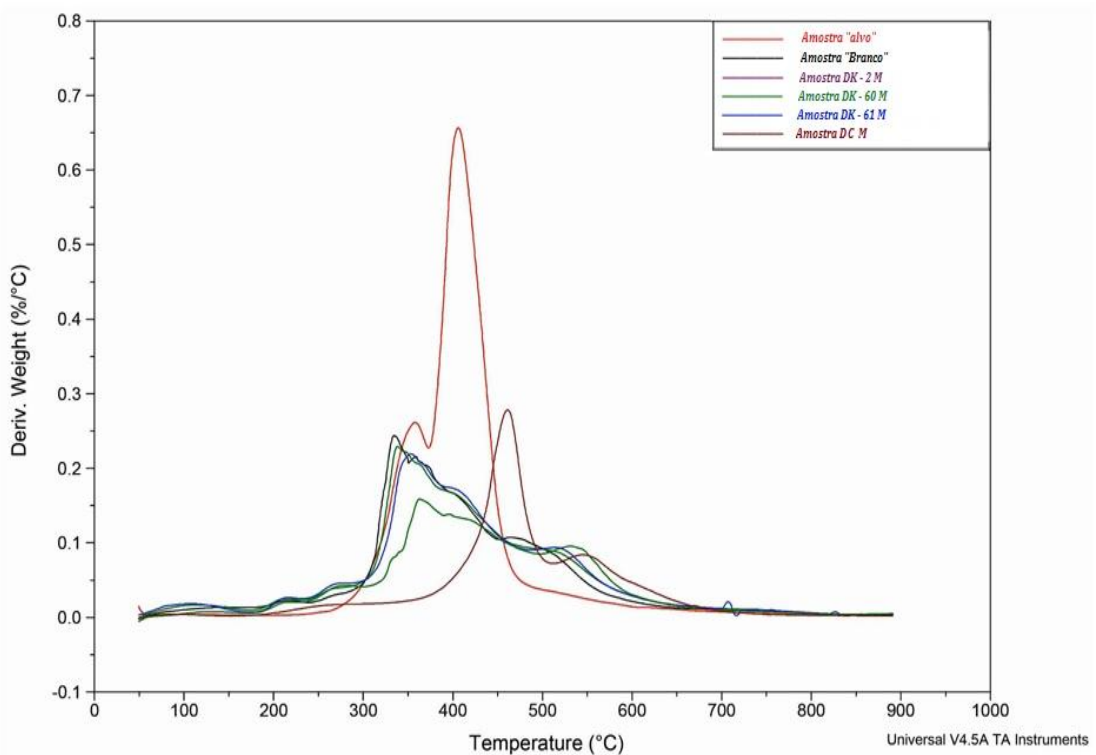


Figura 4.26. Derivada da Curva Termogravimétrica das amostras estudadas em função da temperatura



## Capítulo V. Conclusões

O objetivo do trabalho consistia na descoberta de uma nova resina para abrasivos diamantados, que a empresa pretendia aplicar a ferramentas já utilizadas e eventualmente em futuras ferramentas a desenvolver.

Este trabalho tinha por base analisar e procurar eventuais produtos concorrentes, realizar testes de validação das possíveis soluções encontradas e aplicar e testar o produto final validado, através de testes práticos, ou seja, o trabalho incidia no testar de várias opções/soluções que permitissem obter numa primeira etapa um produto com boas características mecânicas e posteriormente sujeitá-lo a testes de resistência mecânica (teste de *K-Locs*) e à avaliação da sua resistência térmica (análise Termogravimétrica).

Após a análise e avaliação das ferramentas presentes no mercado verificou-se a existência já de uma que foi alvo de análise. Da sua análise e após pesquisa rigorosa foram encontradas possíveis soluções que nos poderiam ajudar a obter a resina desejada.

A amostra *DK - 2 M* foi a primeira solução encontrada após os testes de validação e de teste, no entanto existe ainda outra solução viável: a *DK - 60 M*. As soluções *DK - 61 M* e a *DC M* podem também ser possibilidades. No caso da solução *DC M*, esta requer um estudo mais aprimorado, pois apresenta a melhor resistência térmica de todas, no entanto a sua estrutura é demasiado fechada para permitir o sucesso abrasivo durante o processo de desgaste. Já a solução *DK - 61 M* como apresentou performances menos boas do que a *DK - 60 M*, pode ser descartada pois é necessário uma maior percentagem de SR - 7, o que provoca um dispêndio superior a nível financeiro.

Todas as amostras demonstraram ter a resistência mecânica e térmica desejada, no entanto estas tiveram de ser alvo de estudo mais pormenorizado para melhorar as suas performances de desgaste/ polimento, sem deixarem marcas (queimarem) durante o teste mecânico.

Foram realizados vários testes no intuito de avaliar não só as diferenças de quantidade de matéria desgastada, em comparação com a ferramenta já existente no mercado, mas também para avaliar eventuais alterações na própria ferramenta encontrada no intuito de otimizar as suas performances.

Os testes de *K-Locs* comparativos entre a amostra "alvo", e as soluções encontradas (*DK - 2 M* e *DK - 60 M*) permitiram constatar que estas últimas apresentavam muito melhores performances de desgaste/polimento.

A quantidade de massa desbastada aumentou ligeiramente quando as duas amostras encontradas com diamante na sua constituição como partículas abrasivas, foram substituídas por aglomerados de diamante, tal como a amostra “alvo”.

A amostra final obtida após várias otimizações, a *DK – 60 M – AGL+30% de AD – KGS 8*, apresentou uma quantidade de massa de DEKTON desbastada com mais do dobro da quantidade de massa de DEKTON desbastada pelas amostras com diamante e a amostra “alvo”, aproximadamente 2,1 e 2,3 vezes maior, respetivamente, ao fim de 5 minutos e 2,5 e 2,6 vezes maior, respetivamente, ao fim dos 10 minutos.

A análise da resistência térmica através da Análise Termogravimétrica (TGA) permitiu constatar que as duas soluções obtidas (*DK – 2 M* e *DK – 60 M*) apresentavam uma estabilidade térmica muito similar à amostra “alvo”, ou seja, não ocorria perdas consideráveis de material até valores próximos dos 300 °C.

A amostra “alvo” contudo apresentava ao fim do ciclo de aquecimento uma perda mássica de cerca de 55% da matéria que possuía inicialmente, enquanto que as amostras *DK – 2 M* e *DK – 60 M* apresentavam perdas aproximadas de 35 e 40%, respetivamente, isto é, as amostras das soluções encontradas apresentavam maior resistência térmica do que a amostra “alvo” no intervalo de aquecimento definido, pois tinham menores perda de massa no ciclo de aquecimento.

No que concerne à evolução das amostras até obtenção da amostra “final” verificou-se que a alteração de padrão permitiu tornar a amostra mais agressiva e resistente e por isso com melhores performances de desbaste e a troca do botão normal por um maior promoveu uma maior estabilidade do *K-Loc*.

Já a incorporação dos aditivos permitiu otimizar as performances mecânicas em relação à amostra “Branco”.

A alteração da quantidade de *AD – KGS 8* nas amostras com diamante promoveu um melhor desbaste dos *K-Locs*, no entanto quando estas partículas abrasivas foram substituídas por aglomerados de diamante, devido ao facto de os aglomerados de diamante possuírem uma estrutura mais uniforme em todas as direções, que lhes permitia otimizar a zona de desbaste, necessitaram de uma menor quantidade deste aditivo para “abrir” a estrutura da amostra e promover o sucesso abrasivo do *K-Loc*.





## Referências Bibliográficas

- [1] L. Pilato, *Phenolic Resins: A Century of Progress*. Berlin: Springer, 2010.
- [2] D. C. Miles, *Polymer technology*. New York: Chemical Publishing Co, Inc., 1979.
- [3] "KGS Diamond." [Online]. Disponível em: <http://www.kgsdiamond.com>. [Acedido em: 03-Junho-2016].
- [4] G. Y. Lee, C. K. H. Dharan, and R. O. Ritchie, "A physically-based abrasive wear model for composite materials," *Wear*, vol. 252, no. 3–4, pp. 322–331, 2002.
- [5] C. R. Amaral, "Desenvolvimento e caracterização de compósito abrasivo em matriz epoxidica," Tese de doutoramento em Engenharia e Ciência dos Materiais, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro – UENF, 2014.
- [6] T. Uygunoglu, I. Gunes, W. Brostow, and E. Faculty, "Physical and mechanical properties of polymer composites with high content of wastes including Boron," *Mater. Res.*, vol. 18, no. 6, pp. 1188–1196, 2015.
- [7] S. Fu, X. Feng, B. Lauke, and Y. Mai, "Effects of particle size , particle/ matrix interface adhesion and particle loading on mechanical properties of particulate – polymer composites," *Compos. Parte B Eng.*, vol. 39, pp. 933–961, 2008.
- [8] R. Kitey and H. V Tippur, "Role of particle size and filler – matrix adhesion on dynamic fracture of glass-filled epoxy . I . Macromolecular measurements," *Acta Mater.*, vol. 53, pp. 1153–1165, 2005.
- [9] S. N. Monteiro, G. W. de Menezes, R. J. S. Rodriguez, G. S. Bobrovnichii, and A. L. D. Skury, "Technical characteristics of diamond reinforced epoxy composites," *Revista Matéria*, vol. 10, no. 4, pp. 564–570, 2005.
- [10] R. B. Aigueira and M. Filgueira, "Mecanismo e resistência à abrasão de compósitos à base de Poliéster-SiC para uso em coroas de polimento de rochas ornamentais," *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, vol. 16, no. 3, pp. 187–192, 2006.
- [11] R. E. Juárez, "La tecnología cerámica moderna y su oferta de cerámicos de uso mecánico," *Cerámica y Cristal*, vol. 144, pp. 1–4, 2011.
- [12] S. Vepřek, "The search for novel, superhard materials," *J. Vac. Sci. Technol. A Vacuum, Surfaces, Film.*, vol. 17, no. 5, pp. 2401–2420, 1999.

- [13] J. Musil, "Hard and superhard nanocomposite coatings," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 125, no. 1–3, pp. 322–330, 2000.
- [14] S. Veprek, M. G. J. Veprek-Heijman, P. Karvankova, and J. Prochazka, "Different approaches to superhard coatings and nanocomposites," *Thin Solid Films*, vol. 476, no. 1, pp. 1–29, 2005.
- [15] K. Miyoshi, "Structures and mechanical properties of natural and synthetic diamonds," *NASA/TM – National Aeronautics and Space Administration – Lewis Research Center*, Cleveland, 107249, Chapter 8, 1998.
- [16] J. E. Field and C. S. J. Pickles, "Strength, fracture and friction properties of diamond," *Diam. Relat. Mater.*, vol. 5, no. 6–8, pp. 625–634, 1996.
- [17] E. B. Mano and L. C. Mendes, *Introdução a polímeros*. São Paulo: Editora Edgard Blücher, 1999.
- [18] Y. Gnanou and M. Fontanille, *Organic and physical chemistry of polymers*. New Jersey: John Wiley & Sons, Inc., 2008.
- [19] A. L. B. B. e Silva and E. O. da Silva, *Conhecendo materiais poliméricos*, Universidade Federal de Mato Grosso – Instituto de Ciências Exatas e da Terra – Departamento de Física – Grupo de Pesquisa em Novos Materiais, Brasil, 2003.
- [20] "The Essencial Chemistry Industry online." [Online]. Disponível em: <http://www.essentialchemicalindustry.org/polymers.html>. [Acedido em: 03-Junho-2016].
- [21] F. L. Carrasquero, *Fundamentos de polímeros*. Universidad de Los Andes, Facultad de Ciencias, Departamento de Química, Laboratorio de Organometálicos La Hechicera, Colômbia, 2004.
- [22] W. D. C. Jr., *Fundamentals of materials science and engineering*, Fifth Edit. New York: John Wiley & Sons, Inc., 2001.
- [23] V. M. G. López, "Síntesis y caracterización de resinas de curado rápido para la elaboración de componentes herméticos de iluminación automotriz," Maestría en Ciencias de la Ingeniería Mecánica con Especialidad en Materiales, Universidad Autónoma de Nuevo León, 2013.

- [24] P. P. De Souza, G. G. Silva, and L. O. F. Amaral, "O Cotidiano é Meio Amorfo: Transição Vitrea," *Química Nova na Escola*, vol. 20, pp. 5, 2004.
- [25] J. E. Mark, *Physical properties of polymers handbook*. New York: AIP Press, 1996.
- [26] M. Narkis and N. Rosenzweig, *Polymer powder technology*. Chichester: John Wiley & Sons, Inc., 1995.
- [27] S.C. Lin, *High performance thermosets chemistry, properties, applications*. Munich: Hanser Publishers, 1994.
- [28] J. L. Leite, A. T. N. Pires, S. M. A. G. U. De Souza, and A. A. U. De Souza, "Characterisation of a phenolic resin and sugar cane pulp composite," in *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, vol. 21, no. 2, pp. 253–260, 2004.
- [29] D. Liu, H. Wang, H. Jiang, and D. Zhou, "Improving the heat-resistance and toughness performance of phenolic resins by adding a rigid aromatic hyperbranched polyester," *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 133, no. 4, pp. 1–7, 2016.
- [30] H. Kimura, A. Matsumoto, K. Hasegawa, and A. Fukuda, "New thermosetting resin from bisphenol A-based benzoxazine and bisoxazoline," *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 72, pp. 1551–1558, 1999.
- [31] L. Pilato, "Phenolic resins: 100 Years and still going strong," *Reactive and Functional Polymers*, vol. 73, no. 2, pp. 270–277, 2013.
- [32] K. Hirano and M. Asami, "Phenolic resins — 100 years of progress and their future," *Reactive and Functional Polymers*, vol. 73, pp. 256–269, 2013.
- [33] H. Ma, G. Wei, Y. Liu, X. Zhang, J. Gao, and F. Huang, "Effect of elastomeric nanoparticles on properties of phenolic resin," *Polymer*, vol. 46, pp. 10568–10573, 2005.
- [34] E. B. Mano, *Polímeros como materiais de engenharia*. São Paulo: Editora Edgard Blücher, 1991.
- [35] "Plenco." [Online]. Disponível em: <https://www.plenco.com/phenolic-novolac-resol-resins.htm>. [Acedido em: 05–Abril–2016].

- [36] S. G. Borges, “Síntese e caracterização de resinas fenólicas líquidas do tipo novolaca aplicáveis no processo de pultrusão,” Tese de mestrado em Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2004.
- [37] C. P. R. Nair, “Advances in addition-cure phenolic resins,” *Prog. Polym. Sci.*, vol. 29, no. 5, pp. 401–498, 2004.
- [38] V. D. Ramos and H. M. da Costa, “Estudo das propriedades de compósitos de resina epóxi e microesferas ocas de cinzas de carvão,” *Littera Docente & Discente*, pp. 1–18, 2008.
- [39] C. R. Amaral, “Estudo do impacto da estrutura do agente de entrecruzamento na resina DGEBA na produção de compósitos particulados,” Tese de mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais, Universidade Estadual do Norte Fluminense – UENF, 2009.
- [40] J. B. de Aguiar, “Aderência entre betão húmido e resinas epoxídicas,” Instituto Brasileiro do Concreto, vol. VI, no. 1, pp. 367–383, 2001.
- [41] F. G. Garcia, B. G. Soares, V. J. R. R. Pita, R. Sánchez, J. Rieumont, F. González Garcia, B. G. Soares, V. J. R. R. Pita, R. Sánchez, and J. Rieumont, “Mechanical properties of epoxy networks based on DGEBA and aliphatic amines,” *J Appl Polym Sci*, vol. 106, no. 3, pp. 2047–2055, 2007.
- [42] R. Kirithick, U. S. Lakshmipati, M. Ambarish, and K. V. Maharaaj, “Improvement of elastic modulus and thermal stability of epoxy resin using new curing agents,” *Polym. Technol. Eng.*, vol. 53, pp. 497–503, 2014.
- [43] D. Rosu, C. Cascaval, F. Mustata, and C. Cionabu, “Cure kinetics of epoxy resins studied by non-isothermal DSC data,” *Thermochim. Acta*, vol. 383, pp. 119–127, 2002.
- [44] C.-H. Sim, Y.-S. Kim, and M. Ki-Jeong, “Phenoxy resin composition for transparent plastic substrate and transparent plastic substrate using the same,” United States Patent n° 8945668 B2, 3 de Fevereiro de 2015.
- [45] T. Zumin, “Modified phenolic resin toughened by phenoxy resin,” United States Patent n° 5559197, 24 de Setembro de 1996.

- [46] “Gabriel Phenoxy Resin.” [Online]. Disponível em: <http://www.phenoxy.com>. [Acedido em: 04–Abril–2016].
- [47] V. Dixit, A. K. Nagpal, and R. Singhal, “Synthesis and characterization of phenoxy modified epoxy blends,” *Malaysian Polym. J.*, vol. 5, no. 2, pp. 69–83, 2010.
- [48] H. Wu, C. M. Ma, and J. Lin, “Processability and Properties of Phenoxy Resin Toughened Phenolic Resin Composites,” *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 63, pp. 911–917, 1997.
- [49] “Shin Etsu.” [Online]. Disponível em: <http://www.shinetsusilicone-global.com/products/type/resin/>. [Acedido em: 05–Abril–2016].
- [50] “Evonik.” [Online]. Disponível em: <http://adhesives-sealants.evonik.com/product/adhesives-sealants/en/products/polymers/silane-modified-polymers/pages/default.aspx>. [Acedido em: 05–Abril–2016].
- [51] M. Narisawa, “Silicone resin applications for ceramic precursors and composites,” *Materials (Basel)*, vol. 3, no. 6, pp. 3518–3536, 2010.
- [52] Vincentz, “Silicone Resin Networks : the structure the effect,” *Eur. Coat. J.*, vol. 132, no. 4, pp. 1–9, 2003.
- [53] “Dow Corning.” [Online]. Disponível em: <http://www.dowcorning.com/content/paintink/paintinkresin/default.aspx>. [Acedido em: 05–Abril–2016].
- [54] T. Yoslikawa and H. Suzuki, “Abrasive Grains Coated With a Ceramic And a Silicone Resin,” United States Patent n° 3525600, 25–Agosto–1970.
- [55] E. C. Yen and F. E. Stirn, “Silicone Resin Medicament Coating,” United States Patent n° 2512192, 20–Junho–1950.
- [56] L. Mathivanan, M. Selvaraj, S. Syed Azim, and K. Balakrishnan, “Evaluation of heat resistant properties of silicone based coatings by SEM and a.c. impedance techniques,” *Prog. Org. Coatings*, vol. 28, no. 2, pp. 113–116, 1996.
- [57] A. Pullichola, A. Seshu, and K. Das, “Melamine methylol for abrasive products melaminmethylol,” European Patent Specification n° EP 2203507 B1, 26–Junho–2013.

- [58] J. Hu, H. Chen, and Z. Zhang, "Mechanical properties of melamine formaldehyde microcapsules for self-healing materials," *Mater. Chem. Phys.*, vol. 118, pp. 63–70, 2009.
- [59] K. Hong and S. Park, "Melamine resin microcapsules containing fragrant oil : synthesis and characterization," *Mater. Chem. Phys.*, vol. 58, pp. 128–131, 1999.
- [60] U. Edlund and A. Albertsson, "Polyesters based on diacid monomers," *Adv. Drug Deliv. Rev.*, vol. 55, pp. 585–609, 2003.
- [61] W. S. Cavalcanti, "Compósitos poliéster/ tecidos tramados vegetal-vidro: caracterização mecânica e simulação da sorção de água," Tese de doutoramento em Engenharia de Processos, Universidade Federal de Campina Grande, 2006.
- [62] A. C. F. M. Duro, "Desenvolvimento e caracterização de compósitos reforçados com fibras de linho e sisal," Tese de mestrado integrado em Engenharia de Polímeros, Universidade do Minho, 2013.
- [63] H. Sugiura, Y. Onoda, and S. Shimada, "Saturated polyester resin bottle," United States Patent n° 4749092, 7–Junho–1988.
- [64] A. J. de Castro, "Resina poliéster : caracterização e estudo das condições de cura e propriedades mecânicas," Relatório de estágio de Bacharelato em Química, Florianópolis - SC, 2003.
- [65] S. H. Aziz, M. P. Ansell, S. J. Clarke, and S. R. Panteny, "Modified polyester resins for natural fibre composites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 65, pp. 525–535, 2005.
- [66] M. Davallo, H. Pasdar, and M. Mohseni, "Mechanical properties of unsaturated polyester resin," *Chemtech*, vol. 2, no. 4, pp. 2113–2117, 2010.
- [67] J. K. Fink, *High performance polymers*. Norwich: William Andrew, 2008.
- [68] S. Murouchi, T. Nakayama, and T. Kitai, "Liquid crystal polyester resin composition for camera module," United States Patent n° 8142683 B2, 27–Março–2012.
- [69] L. Wang, "Ballons made from liquid crystal polymer blends," United States Patent n° 6730377 B2, 4–Maio–2004.



- [70] L. L. Peterson, "Coated abrasive article," United States Patent n° 5669941, 23-Setembro-1997.
- [71] C. R. Ruffing, S. A. Gause, J. C. Botts, and H. E. Smith, "Resin impregnated aromatic polyamide covered glass based slot wedge for large dynamoelectric machines," United States Patent n° 4200818, 29-Abril-1980.
- [72] J. Mark, K. Ngai, W. Graessley, L. Mandelkern, E. Samulski, J. Koenig, and G. Wignall, *Physical properties of polymers*, 3rd Ed. Cambridge, 2003.
- [73] "DEKTON." [Online]. Disponível em: <http://www.dekton.com/pt/o-que-e-dekton/>. [Acedido em: 03-Junho-2016].
- [74] M. González-González, J. C. Cabanelas, and J. Baselga, "Applications of FTIR on epoxy resins – identification, monitoring the curing process, phase separation and water uptake," *Intech*, vol. 2, pp. 261-284, 2012.
- [75] S. T. Cholake, M. R. Mada, R. K. Singh Raman, Y. Bai, X. L. Zhao, S. Rizkalla, and S. Bandyopadhyay, "Quantitative analysis of curing mechanisms of epoxy resin by mid-and near-fourier transform infra red spectroscopy," *Def. Sci. J.*, vol. 64, no. 3, pp. 314-321, 2014.
- [76] P. J. Launer, "Infrared Analysis of organosilicon compounds: spectra-structure correlations," *Silicone Compounds Register and Review*, pp. 100-103, 1987.
- [77] R. Gonçalves, "Avaliação do desempenho de ferramentas com diferentes tipos de diamante policristalino," Tese de mestrado integrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade do Porto, 2008.