**UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE LORENA**

SANDRO GALISTEU LUIZ

**Preparação e caracterização térmica e mecânica de compósitos de matriz
polimérica de alumina e carbetto de silício para aplicação em ferramentas
abrasivas**

**Lorena - SP
2015**

SANDRO GALISTEU LUIZ

**Preparação e caracterização térmica e mecânica de compósitos de matriz
polimérica de alumina e carbetto de silício para aplicação em ferramentas
abrasivas**

Dissertação apresentada à Escola de Engenharia de Lorena, da Universidade de São Paulo, para obtenção do título de Mestre em Ciências área de concentração: materiais metálicos, cerâmicos e poliméricos.

Orientador: Prof. Dr. Carlos Yujiro Shigue

Edição reimpressa e corrigida

Lorena - SP
Outubro, 2015

AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema Automatizado
da Escola de Engenharia de Lorena,
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

Luíz, Sandro Galisteu

Preparação e caracterização térmica e mecânica de compósitos de matriz polimérica de alumina e carbetto de silício para aplicação em ferramentas abrasivas / Sandro Galisteu Luíz; orientador Carlos Yujiro Shigue - ed. reimp., corr. - Lorena, 2015.
81 p.

Dissertação (Mestrado em Ciências - Programa de Pós Graduação em Engenharia de Materiais na Área de Materiais Metálicos, Cerâmicos e Poliméricos) - Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo. 2015
Orientador: Carlos Yujiro Shigue

1. Abrasivos resinoides. 2. Compósitos. 3. Fabricação. 4. Propriedades mecânicas. 5. Microestrutura. I. Título. II. Shigue, Carlos Yujiro, orient.

Aos meus queridos pais, Norma Sueli
Galisteu Luiz e Jorge Elias Luiz, pelo
amor, carinho e esforço dispensado para
me proporcionar uma boa formação.
E à minha amada avó, Iolanda Reis Luiz,
 pilar da família Luiz, que tão cedo deixou
saudades.

Dedico este trabalho com todo meu
afeto.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente e especialmente a Deus, por ter me concedido saúde, disposição e capacidade para a realização desta pesquisa científica.

Ao Prof. Dr. Carlos Yujiro Shigue, pela excelente orientação fornecida durante a elaboração deste trabalho, pelas valiosas sugestões, pela paciência e ensinamentos transmitidos.

Ao corpo técnico da empresa Sivat Abrasivos Especiais Ltda. e seu proprietário, Dr. Abraham Furmanovich, pela abertura à parceria com a Escola de Engenharia de Lorena, concessão de materiais e tempo de trabalho, e pelo suporte ao bolsista, fundamentais para a execução do projeto.

À doutoranda Denise Hirayama e ao Prof. Dr. Clodoaldo Saron do Grupo de Polímeros do Departamento de Engenharia de Materiais da EEL USP pela realização dos ensaios de DMTA.

Ao Prof. Dr. Sérgio Montoro e ao Grupo de Fadiga e Materiais Aeronáuticos da Faculdade de Engenharia, *campus* Guaratinguetá da UNESP, pela realização dos ensaios de porosidade e picnometria de hélio.

Aos amigos Bruno Cortez, Sara Carvalho e Vinícius Salgado, pela amizade, carinho, pelos conselhos e pela valiosa ajuda dada durante toda caminhada.

Agradeço à CAPES pela concessão da bolsa de mestrado, o que foi de fundamental importância para o desenvolvimento desta pesquisa.

E a todos aqueles que de alguma maneira contribuíram, direta ou indiretamente, para a realização deste trabalho e que porventura eu possa ter esquecido de citar.

RESUMO

LUIZ, S. G. **Preparação e caracterização térmica e mecânica de compósitos de matriz polimérica de alumina e carbeto de silício para aplicação em ferramentas abrasivas**. 2015. 81 p. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2015.

As ferramentas abrasivas são largamente utilizadas na indústria, entretanto muito pouco de seu processo de fabricação é cientificamente estudado e publicado. Visando esclarecer a forma como são manufaturados os compósitos de abrasivos, neste trabalho foram realizados vários ensaios de caracterização térmica e mecânica destes materiais. O estudo térmico da cura das resinas fenólicas, utilizadas na produção de compósitos de alumina e carbeto de silício, foi realizado por DSC. As propriedades mecânicas foram analisadas por testes de resistência à flexão e ao impacto; as propriedades termo-mecânicas por DMTA e a estrutura destes compósitos por picnometria de gás hélio, porosimetria de mercúrio e MEV. Os resultados das análises térmicas mostraram eventos importantes durante a cura da resina em 60°C, 90°C, 150°C e 175°C, para os quais é necessário criar isoterma num tratamento térmico adequado aos compósitos. Os ensaios mecânicos apontaram uma tendência de maior resistência mecânica dos compósitos com grãos menores em função da maior quantidade de resina que contêm. E revelaram a transição vítrea da resina curada em torno dos 230 °C. As análises estruturais por microscopia demonstraram que a resina fenólica fratura de forma frágil em taxas de deformação altas (impacto) e baixas (flexão). E a medida da quantidade de poros apontou divergências entre o esperado e o produto final, indicando uma certa imprecisão no processo de prensagem. Com isso, é possível repensar no processo de produção de compósitos de abrasivos, a fim de melhorar a eficiência desse processo e a qualidade do produto final ao aplicá-lo como ferramenta abrasiva.

Palavras-chave: Abrasivos resinoides. Compósitos. Fabricação. Propriedades mecânicas. Microestrutura.

ABSTRACT

LUIZ, S. G. **Preparation and thermal and mechanical characterization of polymer matrix composites of alumina and silicon carbide for use in abrasive tools.** 2015. 81 p. Dissertation (Master of Science) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2015.

Abrasive tool are largely employed in industry, however its manufacturing process are poorly scientifically studied and published. In order to make the abrasive composites manufacturing process clearer, in this work we performed many thermal and mechanical characterization tests. The thermal study of cure of phenolic resins, used in the production of alumina and silicon carbide composites, was done by DSC. We evaluate the mechanical properties in flexural and impact tests, the thermo-mechanical properties by DMTA and the structure of these composites by pycnometry of helium gas, mercury porosimetry and SEM. The results of thermal analyzes showed significant events during the curing of the resin at 60 ° C, 90 ° C, 150 ° C and 175 ° C, for which it is necessary to create isotherms in a heat treatment to the composite. The mechanical tests showed a trend towards greater mechanical strength of composites with smaller grains due to the greater amount of resin they contain. And showed the glass transition of the cured resin around 230 ° C. Structural analysis by microscopy demonstrated that phenolic resin has a fragile fracture at high (impact) and low (flexion) strain rates. And as the amount of pores presented differences between the expected and the final product, indicating a certain inaccuracy in the pressing process. This work makes it possible to think better over the composite abrasive manufacturing process, in order to improve the efficiency of this process and the quality of the final product to apply it as abrasive tool.

Keywords: Resinoid abrasives. Composites. Manufacturing. Mechanical properties. Microestructure.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição dos corpos-de-prova de alumina marrom 24 mesh (A-24).	57
Tabela 2 - Composição dos corpos-de-prova de carbetto de silício com grãos 24 mesh (C-24).	58
Tabela 3 - Composição dos corpos-de-prova blendados com carbetto de silício e alumina marrom 24 mesh (CA-24).	58
Tabela 4 - Composição dos corpos-de-prova de alumina marrom 60 mesh (A-60).	58
Tabela 5 - Composição dos corpos-de-prova de carbetto de silício com grãos 60 mesh (C-60).	58
Tabela 6 - Composição dos corpos-de-prova blendados com carbetto de silício e alumina marrom 60 mesh (CA-60).	58
Tabela 7 - Resultado do teste preliminar mostrando as quantidades de resina líquida ajustadas.	59
Tabela 8 - Estrutura, densidade a verde aparente e verdadeira das amostras produzidas.....	60
Tabela 9 - Tratamento térmico para cura dos compósitos abrasivos.....	60
Tabela 10 - Valores de resistência à flexão e módulo de elasticidade médios das composições.	63
Tabela 11 – Valores das temperaturas dos picos exotérmicos e entalpias de reação aferidos por DSC.....	67
Tabela 12 - Valores das temperaturas de transição vítrea das composições obtidas por DMTA.....	70
Tabela 13 - Densidade dos corpos-de-prova obtida por picnometria de hélio.	71
Tabela 14 - Porosidade dos corpos-de-prova obtida por porosimetria de mercúrio.	72

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Diagrama de fases da composição dos rebolos (adaptado) [8].	23
Figura 3 - Desenho esquemático do forno Acheson [12].	28
Figura 4 - Desenho esquemático do forno Higgins [12].	31
Figura 5 - Classificação dos óxidos de alumínio segundo sua dureza e tenacidade.	35
Figura 6 - Reação de policondensação de fenóis em meio ácido.	39
Figura 7 - Reação de policondensação de fenóis em meio básico.	39
Figura 8 - Formação de pontes metilênicas.	40
Figura 9 - Reação de reticulação de resinas fenólicas.	40
Figura 10 - Reação de formação de pontes de éter dimetilênico.	41
Figura 11 - Reação conversão de pontes de éter dimetilênico em pontes metilênicas.	41
Figura 12 - Reação de redução da atividade dos grupos hidroximetila.	42
Figura 13 - Solicitação cíclica do tipo senoidal e dois tipos de resposta: (a) em fase ou elástica e (b) defasada de 90° característica de fluído.	53
Figura 14 - Resposta de um corpo visco elástico a uma solicitação cíclica do tipo senoidal.	54
Figura 15 - Diagrama de temperatura em função do tempo que descreve o tratamento térmico das amostras.	61
Figura 16 - Gráfico comparativo dos resultados de flexão, relacionando o limite de resistência à flexão e o módulo de elasticidade das diferentes amostras.	63
Figura 17 - Valores de resistência ao impacto obtidos para cada composição.	65
Figura 18 - Termogramas de DSC obtidos por aquecimento a razão constante de 10 °C/min em função da temperatura das amostras de compósitos abrasivos da Tabela 8.	66
Figura 19 - Curva de DSC do tratamento térmico aplicado à amostra A-24.	67
Figura 20 - Curvas de DSC isotérmicas do tratamento térmico aplicado à amostra A-24 em (a) 60 °C, (b) 85 °C, (c) 95 °C, (d) 105 °C, (e) 115 °C, (f) 125 °C, (g) 150 °C e (h) 175 °C.	68
Figura 24 - Gráfico mostrando o módulo de armazenamento (E'), o módulo de perda (E'') e a tangente de perda (tan δ).	70

Figura 25 - Comparativo gráfico dos valores de temperaturas de transição vítrea das composições.	71
Figura 26 - Micrografias da superfície de fratura das amostras A-24, fraturadas em flexão: (a) varredura em modo SE e (b) varredura em modo BSD. Magnificação de 100X.....	73
Figura 27 - Micrografias da superfície de fratura das amostras A-24, fraturadas em impacto: (a) varredura em modo SE e (b) varredura em modo BSD. Magnificação de 100 X.....	73
Figura 28 - Micrografias da superfície de fratura das amostras C-24, fraturadas em flexão: (a) varredura em modo SE e (b) varredura em modo BSD. Magnificação de 100 X.....	74
Figura 29 - Micrografias da superfície de fratura das amostras C-24, fraturadas em impacto: (a) varredura em modo SE e (b) varredura em modo BSD. Magnificação de 100 X.....	74
Figura 30 - Micrografias da superfície de fratura das amostras CA-24, fraturadas em flexão: (a) varredura em modo SE e (b) varredura em modo BSD. Magnificação de 100 X.....	74
Figura 31 - Micrografias da superfície de fratura das amostras CA-24, fraturadas em impacto: (a) varredura em modo SE e (b) varredura em modo BSD. Magnificação de 100 X.....	75
Figura 32 - Micrografias da superfície de fratura das amostras A-60, fraturadas em flexão: (a) varredura em modo SE e (b) varredura em modo BSD. Magnificação de 200 X.....	75
Figura 33 - Micrografias da superfície de fratura das amostras A-60, fraturadas em impacto: (a) varredura em modo SE e (b) varredura em modo BSD. Magnificação de 200 X.....	75
Figura 34 - Micrografias da superfície de fratura das amostras C-60, fraturadas em flexão: (a) varredura em modo SE e (b) varredura em modo BSD. Magnificação de 200 X.....	76
Figura 35 - Micrografias da superfície de fratura das amostras C-60, fraturadas em impacto: (a) varredura em modo SE e (b) varredura em modo BSD. Magnificação de 200 X.....	76

Figura 36 - Micrografias da superfície de fratura das amostras CA-60, fraturadas em flexão: (a) varredura em modo SE e (b) varredura em modo BSD. Magnificação de 200 X. 76

Figura 37 - Micrografias da superfície de fratura das amostras CA-60, fraturadas em impacto: (a) varredura em modo SE e (b) varredura em modo BSD. Magnificação de 200 X. 77

ABREVIACES E SMBOLOS

DSC	Calorimetria exploratria diferencial
TGA	Anlise termogravimtrica
DMTA	Anlise termomecnica dinmica
MEV	Microscopia eletrnica de varredura
SE	Eltrons secundrios
BSD	Eltrons retroespalhados
SiC	Carbeto de silcio
AlO	Alumina
CP	Corpo-de-prova

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	17
1.1. Definições	18
1.1.1. Compósitos	18
1.1.2. Ferramentas abrasivas.....	19
1.2. Objetivo	20
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	21
2.1. A operação de usinagem	21
2.2. A composição dos abrasivos de liga	22
2.2.1. Grãos abrasivos	24
2.2.2. Ligantes.....	36
2.2.3. Porosidade	43
2.3. Ensaio mecânicos	43
2.3.1. Resistência à flexão	43
2.3.2. Resistência ao impacto	48
2.4. Análises térmicas	52
2.4.1. Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)	52
2.4.2. Análise Térmica Dinâmico-Mecânica (DMTA).....	53
2.5. Picnometria de gás Hélio	55
2.6. Porosimetria de Mercúrio	56
3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	57
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	63
4.1. Ensaio mecânico de resistência à flexão	63
4.2. Ensaio mecânico de resistência ao impacto	64
4.3. Análise térmica por DSC	66
4.4. Análise térmica por DMTA	69
4.5. Análise estrutural por picnometria de gás hélio.....	71
4.6. Análise estrutural por porosimetria de mercúrio.....	72
4.7. Análise estrutural por MEV.....	72

5. CONCLUSÃO.....	78
6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	79
REFERÊNCIAS	80

1. INTRODUÇÃO

Ferramentas abrasivas são utilizadas há muito tempo. Inicialmente, as ferramentas abrasivas eram produzidas a partir de rochas e outros materiais naturais, como o esmeril. Ferramentas com formatos específicos eram necessariamente produzidos pela escultura de um fragmento da rocha de origem, o que não contemplava quaisquer modificações em sua composição.

Com o passar do tempo, a fabricação dessas ferramentas deixou de ser artesanal e passou a empregar grãos abrasivos e ligantes orgânicos e inorgânicos como matéria-prima. Tecnicamente, abrasivos de liga, formados pela união de grãos cerâmicos e um ligante resinoide, são considerados compósitos; mais especificamente, compósitos cerâmicos de matriz polimérica.

O desenvolvimento de novos compósitos, utilizando materiais de alta dureza como carga, como o carbetto de silício e a alumina; e ligantes tenazes, como as resinas fenólicas, colaborou para o aprimoramento dos abrasivos de liga, ampliando sua aplicabilidade e elevando seu desempenho a um patamar muito superior.

Nos dias de hoje, as ferramentas abrasivas são utilizadas em larga escala para operações de usinagem e retificação. Entretanto, as linhas de pesquisa sobre materiais compósitos de abrasivos atêm-se apenas a parâmetros de aplicação e desempenho do produto acabado, abstendo-se de discussões sobre o desenvolvimento de melhorias no processo de fabricação.

O cenário atual aponta que todo o avanço na ciência dos abrasivos de liga é empírico, foi sedimentado através da experiência na fabricação, está concentrado nas empresas produtoras e permanecem em segredo industrial. Todavia, o conhecimento científico que envolve a produção de uma ferramenta abrasiva não é dominado pela maioria dos fabricantes, apesar do longo tempo de utilização na indústria.

Ainda há muito para se desenvolver sobre a tecnologia de abrasivos, desde os métodos de fabricação, a ação da ferramenta sobre a peça-obra, o desempenho do abrasivo enquanto ferramenta, até o descarte e a reciclagem/reuso de seus componentes.

1.1. Definições

1.1.1. Compósitos

Os compósitos são definidos como uma combinação, a nível macroscópico, de pelo menos duas fases distintas, as quais denominam-se matriz e reforço [1]. A partir dessa premissa, é possível enumerar uma variedade de materiais que são, conceitualmente, compósitos, como a madeira (fibras de celulose + lignina), os ossos (apatita + colágeno), o concreto armado (vergalhões de aço + concreto) e o asfalto (cascalho + piche). É possível notar que os compósitos podem ser divididos em naturais ou sintéticos; mas ainda podem ser classificados em função dos tipos e arranjos dos reforços existentes [1].

Das diversas classes de materiais, os compósitos foram agrupados de acordo com o material do qual é feita sua matriz, isto é, dividem-se em compósitos de matriz polimérica (CMP), compósitos de matriz metálica (CMM) e compósitos de matriz cerâmica (CMC). Essa nomenclatura é ainda modificada em função do material utilizado como reforço. Por exemplo, compósitos formados por partículas cerâmicas dispersas em uma matriz resinoide são chamados, portanto, de compósitos cerâmicos de matriz polimérica.

Geralmente, os reforços apresentam-se na forma de fibras ou partículas. A aplicação de fibras em uma matriz pode ser feita de forma orientada, na qual elas ficam dispostas em feixes paralelos entre si, atuando como um reforço unidirecional; ou podem ser dispersas de forma aleatória, gerando um efeito isotrópico. Já uma carga particulada, por apresentar uma razão de aspecto muito elevada, não confere um efeito reforçante sobre a matriz na qual está inserida, uma vez que não altera o limite de resistência a tração da fase matriz, mas promove uma alteração em seu módulo elástico.

Há situações em que são exploradas principalmente as propriedades da matriz do compósito, enquanto que, em outras, as propriedades do reforço são mais interessantes na aplicação. Por exemplo, as ferramentas abrasivas, ou mais especificamente os abrasivos de liga resinoide, são compostos por partículas de material cerâmico abrasivo aglomeradas por uma fase-matriz de resina fenólica.

Neste caso, a resina é denominada matriz, pois é a fase contínua, mas tem a única função de reter os grãos abrasivos, enquanto que a fase majoritária é o particulado cerâmico, o qual, de fato, realizará o trabalho de abrasão.

1.1.2. Ferramentas abrasivas

A Associação Brasileira de Cerâmica, baseada nas definições apontadas pelo Sindicato da Indústria de Abrasivos dos Estados de São Paulo, Minas Gerais, Rio de Janeiro, Espírito Santo, Paraná, Santa Catarina e Pernambuco, classifica as ferramentas abrasivas como grãos abrasivos, lixas e abrasivos de liga [2].

Os grãos abrasivos podem ser feitos a partir de óxido de alumínio marrom, óxido de alumínio branco, carbeto de silício preto, carbeto de silício verde, compostos zirconados, diamantes naturais e artificiais e materiais especiais, como o nitreto de boro cúbico (CBN). Estes grãos podem ser empregados isoladamente como agente abrasivo em operações de lapidação, polimento e jateamento, podendo constar em suspensões em meio líquido ou em particulado seco, propelido por ar comprimido ou água. Eles também podem entrar como matéria-prima na fabricação das outras ferramentas abrasivas, como os rebolos, discos de corte e lixas [2].

As lixas, também conhecidas como abrasivos flexíveis, são fabricadas pela deposição dos grãos abrasivos em um substrato feito de papel, tecido ou fibra vulcanizada (popularmente chamado de “costado”) e afixados por um adesivo a base de resinas artificiais ou mesmo cola natural. Elas são encontradas em diversos formatos, cada um adequado à aplicação a que se destina, como as folhas padronizadas e especiais, correias de lixa (ou cintas), discos, cones, tubos e até rodas de “flaps” [2].

A categoria dos abrasivos de liga é composta pelos rebolos, discos de corte, discos de desbastes, pontas montadas, tijolos, limas, bastões, brunidores, serras diamantadas e segmentos. Eles são fabricados pela mistura de um elemento aglomerante (popularmente chamado de ligante) e grãos abrasivos. Os ligantes podem ser de natureza mineral, que originam as ligas vitrificadas, através da sinterização em altas temperaturas (1200 a 1400 °C, aproximadamente); ou de

ligas frias, compostas por materiais orgânicos curados em temperaturas relativamente baixas (entre 150 e 180 °C). Os elementos aglomerantes de natureza orgânica geralmente são compostos a base de resinas sintéticas que vão formar os abrasivos de liga chamados de resinoides. Existe ainda uma classe de abrasivos com ligantes de natureza metálica, utilizados na fabricação de alguns tipos muito especiais de discos diamantados e de CBN [2].

Os aglomerantes dos abrasivos de liga resinoide são, geralmente, compostos de resina fenólica. Entretanto, alguns tipos de resinas modificadas podem ser usados para melhorar o desempenho do rebolo em ocasiões específicas. Os tipos mais frequentes encontrados são as resinas modificadas com epóxi, polivinilbutiral e borracha. Tais modificações normalmente melhoram a resistência mecânica do rebolo ao impacto e afetam sua ação abrasiva, além de criar alterações no processo de fabricação da peça [3].

1.2. Objetivo

O objetivo geral deste trabalho é o estudo sistemático e científico da preparação de compósitos de matriz polimérica e grãos abrasivos, seguindo o procedimento adotado nas indústrias de fabricação de ferramentas abrasivas.

O objetivo específico é a preparação de compósitos de abrasivos de carbetto de silício e alumina, empregando resinas fenólicas resol e novolaca, variando-se o tipo de grão, a granulometria e a estrutura de poros para avaliar sua influência sobre as propriedades mecânicas finais deste material, tais como módulo de elasticidade, resistência ao impacto e resistência à flexão.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. A operação de usinagem

A usinagem é descrita como um processo que confere forma, dimensões ou acabamento à peça (ou um combinado dos três) pela remoção de material [4].

Os processos de usinagem são classificados de três formas: processos com ferramentas de geometria definida; processos com ferramentas de geometria não-definida; e processos especiais [5].

As ferramentas de geometria definida têm dimensão, forma e geometria bem definidas e podem ser reproduzidas em larga escala. A geometria dessas ferramentas é característica chave no processo, pode ser facilmente estudada e os parâmetros do processo são definidos de acordo com essa geometria. Como exemplo, podem-se citar as brocas, fresas, insertos, brocas de canhão e escareadores etc., as quais executam processos de usinagem denominados torneamento, furação, fresamento e mandrilamento [6].

Processos com ferramentas de geometria não-definida podem ser exemplificados pelas operações de brunimento, lapidação, eletroerosão e hidroerosão; e as ferramentas, em sua maioria formadas por materiais abrasivos, são os rebolos, brunidores, pasta de lapidação, eletrodos etc. Essas ferramentas têm inúmeros gumes de corte, cada um com forma, ângulos e geometrias diferentes, e atuam simultaneamente no material, formando infinitos pontos de formação de cavaco [6].

A estas operações de remoção de partículas de um material por atrito contra outro material, que será quase sempre mais duro que o primeiro, dá-se o nome de abrasão [7].

Além do corte e usinagem, as operações de abrasão mais comumente executadas na indústria metal-mecânica resumem-se a processos de retificação de peças, com diferentes magnitudes. Elas vão desde operações com altas taxas de remoção e grandes quantidades de material removido, sendo classificadas como desbaste; até operações de retificação fina, com correções micro ou nanométricas,

denominadas acabamento ou polimento. Atualmente, 20 a 25% dos custos das operações de usinagem são gerados pelo processo de retificação [8].

A retificação é utilizada principalmente quando são necessárias tolerâncias finas e superfícies com acabamento de baixa rugosidade. Por isso, essa operação ocorre no final da linha de produção. O processo ocorre pela retirada de material da peça-obra através da ferramenta nomeada rebolo [9].

A força que os grãos abrasivos exercem sobre a peça executa remoção de material, gerando cavaco, que quando comparado ao cavaco dos processos de usinagem com ferramentas de geometria definida têm dimensões muito menores, apesar de possuir forma e aspecto semelhantes [6].

Durante o processo de abrasão, os rebolos estão sujeitos à perda do poder de abrasão devido a uma série de fatores. Entre eles, o problema de não-renovação das arestas dos grãos abrasivos; o empastamento, causado pelo acúmulo de cavaco nos poros do rebolo; e problemas correlatos, como a queima do rebolo ou da peça-obra por atrito, gerado em função desta perda. Sempre que isso acontece, é necessário fazer a chamada “dressagem” do rebolo, para renovar os grãos expostos e corrigir o perfil da face de trabalho.

2.2. A composição dos abrasivos de liga

A composição dos rebolos se apoia sobre três variáveis interdependentes para formar seu volume. São elas: a quantidade de grãos, a quantidade de ligante e a porosidade. Outros parâmetros se relacionam a estas variáveis e têm efeitos específicos para cada aplicação, como a granulometria, o emprego de indutores de porosidade e de cargas minerais. Ao final, estas variáveis se resumem à densidade com a qual se deseja criar o rebolo e que servirá de parâmetro para certificar que a especificação estrutural da peça foi alcançada.

Se desprezarmos as possíveis adições de cargas minerais e outros auxiliares do processo de abrasão, pode-se considerar a composição de um rebolo como sendo um diagrama de fases ternário, descrito por:

$$Vp + Vg + Vb = 1 \quad (1)$$

na qual V_p , V_g e V_b são, respectivamente, as frações volumétricas de poros, de grãos e de aglomerante. Essa relação entre os componentes pode ser convenientemente apresentada na forma de um triângulo equilátero, no qual cada vértice representa 100% de cada componente, formando assim um diagrama de fases ternário, como o que é mostrado na Figura 1 [9].

Figura 1 - Diagrama de fases da composição dos rebolos (adaptado) [8].

Fonte: MALKIN, 2008.

A área destacada na Figura 1 delimita as composições com as quais é possível fabricar rebolos úteis. Composições fora desta região podem não resultar em uma peça com estrutura que a caracterize como uma ferramenta com poder de abrasão, ou simplesmente não formar uma peça íntegra.

Composições muito próximas ao vértice de porosidade, por exemplo, poderiam gerar peças sem resistência mecânica suficiente para mantê-las inteiras; junto ao vértice de grãos as peças não apresentariam característica abrasiva por serem demasiadamente compactas; e próximo ao vértice de ligante elas teriam apenas o poder de abrasão do ligante, também reduzido pela falta de porosidade.

Explorando a área demarcada é possível formar composições com diferentes características físicas, ou seja, pode-se compor peças de variadas dureza e poder de abrasão, com estrutura mais fechada para solicitações mecânicas mais severas ou mais aberta para melhor refrigeração no contato da peça-obra com o rebolo.

Além da estrutura ternária é possível criar arranjos com grãos e aglomerantes de materiais diferentes e modificar, dessa forma, a ação que a ferramenta abrasiva terá em trabalho.

2.2.1. Grãos abrasivos

A fabricação de rebolos de alta performance depende fortemente da escolha dos grãos abrasivos corretos em função da sua habilidade de corte, friabilidade, que é a capacidade de fragmentar-se, e do formato do grão, que controla a taxa de remoção de material, intervalo entre as dressagens do rebolo, condução do líquido refrigerante até a interface rebolo-peça-obra e a expulsão do cavaco [10].

Fator de forma

O formato do grão tem um impacto enorme sobre sua resistência, desempenho e empacotamento, características que influenciam na formulação e manufatura dos rebolos. A forma e o tamanho dos grãos são parâmetros interligados, sobretudo quando se trata de partículas de formato irregular. Geralmente, a forma de um grão está baseada na estrutura cristalina do material, com as variações de seus polimorfos, acrescida das combinações de policristais em uma partícula e das várias fraturas decorrentes da cominuição [10].

Um grão em formato de bloco arredondado em geral será muito mais resistente do que um grão moletado, com arestas afiadas. Porém, grãos com ângulos mais agudos apresentam maiores taxas de remoção. A taxa de abrasão de um rebolo é proporcional à agudeza dos ângulos das arestas, à convexidade e

à razão de aspecto dos grãos, sendo o primeiro parâmetro o que mostra o melhor coeficiente de correlação entre as variáveis [10].

O formato das partículas é fundamental na performance dos abrasivos, porém a integridade mecânica e térmica dos grãos pode ser tão importante quanto ao se trabalhar materiais tenazes.

Fator de desgaste por atrito

Durante o trabalho, os grãos abrasivos interagem intimamente com a peça-obra, tanto física como quimicamente. O atrito e a ruptura das ligações decorrentes da remoção de pequenas porções de material geram calor suficiente para ativar reações físico-químicas que apenas acontecem em altas temperaturas, como a fusão do material, difusão atômica, e ressoldagem [10].

A dureza do grão é fortemente influenciada quando se trata de desgaste por atrito, uma vez que esta propriedade é muito suscetível a variações de temperatura. Para servir como abrasivo, um material deve ser pelo menos 20% mais duro que o material o qual se deseja trabalhar. Temperaturas localizadas podem facilmente ultrapassar 1000 °C e, devido a isto, alguns materiais, como o óxido de alumínio, podem ter suas propriedades mecânicas prejudicadas [10].

Foi pensando nisso que desenvolveram os grãos de oxinitreto de alumínio para aplicação em abrasivos, uma vez que este material apresenta alta dureza em temperaturas elevadas e baixa molhabilidade pelo aço fundido, o que sugere um benefício adicional pela menor tendência do cavaco em aderir ao rebolo e empastar durante a operação [10].

O impacto da dureza pode ser visto na comparação da resistência ao desgaste de diversos materiais de engenharia ao serem trabalhados pelos abrasivos mais comuns. Quando em baixas velocidades, em que a geração de calor é muito pequena, pode-se evidenciar o efeito da dureza sobre o processo de abrasão. Ao trabalhar a alumina, o diamante, sendo o material de maior dureza (aproximadamente 9000 HV), apresenta uma razão de desgaste 100 vezes maior que o segundo material mais duro, o CBN, cuja dureza é aproximadamente metade (em torno de 4500 HV). Por sua vez, o CBN mostra uma taxa de desgaste 100

vezes maior que o carbeto de silício, com uma redução proporcional da dureza (2800 HV). E o abrasivo de alumina apresenta uma razão de desgaste muito pobre (<1), o que indica que ela não tem um efeito funcional como abrasivo nesta ocasião. A trabalhabilidade de outros materiais como o aço, o níquel e o titânio podem ser muito mais complexas, pois a interação entre o abrasivo e a peça-obra pode incluir numerosos mecanismos de desgaste, inclusive de ordem química, como difusão e adesão [10].

Tenacidade à fratura

A tenacidade à fratura (ou seu antônimo, a friabilidade) fornece uma medida da perda de abrasivo devido à desagregação por fratura ou por fragmentação do grão, tipicamente em nível micrométrico (micro-fraturas) ou superior (macro-fraturas) ao passo que a dureza indica uma tendência do grão em desgastar a peça-obra por atrito em escala atômica. O grau de fragmentação está fortemente ligado às propriedades do material como tamanho do cristal, morfologia, impurezas, inclusões, trincas pré-existentes e o formato do grão. Ela depende também de fatores externos como a magnitude e da natureza das forças aplicadas aos grãos durante a operação e choques térmicos que os grãos venham a sofrer quando entram em contato com o líquido refrigerante [10].

A tenacidade à fratura, particularmente de grãos abrasivos, normalmente é medida através de um teste de impacto, no qual uma amostra de grãos de granulometria conhecida é colocada em tubo com bolas de aço de rolamento e agitada com uma dada amplitude e frequência por um período de tempo. A distribuição granulométrica é então aferida novamente para avaliar o nível de fragmentação e, através da comparação com o valor inicial, o ensaio fornece o Índice de Tenacidade (IT).

Para a indústria de ferramentas abrasivas vitrificadas é comum levantar valores referentes ao dano gerado pela temperatura, também chamado de Índice de Tenacidade Térmico (ITT). Neste, os grãos são aquecidos em vácuo ou seguindo o mesmo tratamento térmico de produção das ferramentas. Eles podem ser até mesmo recobertos com o ligante (vidro), que é removido com um solvente

adequado após o tratamento. Geralmente o ITT será menor que o IT, pois a fragmentação será promovida pela expansão de inclusões, reações químicas com a atmosfera, e infiltrações do ligante em defeitos na superfície dos grãos [10].

Idealmente, os grãos deveriam se fraturar criando partículas micro ou submicrométricas (micro-fraturas); e a porção restante do grão deveria permanecer com arestas afiadas e cortantes até ser totalmente consumida pela fragmentação. Se os grãos forem demasiadamente resistentes para o ligante conseguir segurá-los, ou se as forças atuantes sobre os grãos forem muito elevadas, eles podem se desprender sem executar qualquer trabalho útil. Se o ligante for resistente o suficiente para reter os grãos, mas as forças atuantes sobre eles forem muito altas, ou mesmo se o tamanho dos cristais for muito grande, pode-se notar uma tendência maior de perda grosseira por macro-fraturas, sem, contudo, terem disposto todo o trabalho possível. De outra forma, se o grão for muito menos resistente que o ligante e suscetível ao desgaste por atrito devido ao ataque mecânico, químico e térmico, o rebolo pode perder seu poder de abrasão e superaquecer a região de contato. A maior extensão de área lisa aceitável na superfície do rebolo é controlada pela máxima geração de calor que não causa dano à peça-obra: para materiais ferrosos, por exemplo, este limite está entre 1 e 2% de área lisa em um rebolo de alumina ou carбето de silício; e entre 4 e 5% em rebolos de CBN e diamante devido à sua alta difusividade térmica ou habilidade de remover o calor da área de contato [10].

Carбето de silício

O carбето de silício (SiC) foi o primeiro abrasivo sintético que inaugurou a era produtiva do século XX. A primeira vez em que foi produzido em escala comercial, todavia em pequena quantidade, foi em 1891, pelo Dr. Edward G. Acheson, que lhe deu o nome de “carborundum”. A princípio foi utilizado como substituto do pó de diamante em operações de lapidação de pedras preciosas; e era vendido a um preço extremamente alto. Entretanto, com a diminuição do custo de produção, principalmente o da energia elétrica, o preço caiu muito e hoje ele é um dos mais usuais abrasivos da indústria [10].

O processo Acheson baseia-se na fusão das matérias-primas em um forno a arco, no qual se faz a reação de areia de sílica quartzosa com coque de petróleo em temperaturas em torno de 2400 °C. As reações parciais (2 e 3) e global (4) estão descritas pelas equações de redução carbotérmica seguintes.

O forno é preparado colocando-se os eletrodos de carbono em forma de haste, um contra o outro, sobre uma cama de reagentes e cobrindo-os com a mesma mistura, a qual inclui ainda serragem para adicionar porosidade e ajudar no escape dos gases; e sais para remover impurezas de ferro. O SiC é então obtido pela passagem de uma corrente elétrica através da mistura, formando ao redor dos eletrodos os cristais de carbeto de silício. O processo leva de 36 horas a 10 dias para se concluir e rende de 10 a 50 toneladas de produto [7, 10]. A Figura 2 mostra um esquema de montagem do forno Acheson.

Figura 2 - Desenho esquemático do forno Acheson [12].

Fonte: NUSSBAUM, 1988.

Em escala industrial, a produção ocorre em fornos elétricos de resistência e com carga básica constituída por argila branca (fonte de sílica) e coque de petróleo nas quantidades de 60 e 40%, respectivamente. A temperatura de produção oscila entre 1900 °C a 2400 °C, a duração do ciclo é de 36 a 40 horas [7].

A partir do momento em que se forma, o carbeto de silício não pode mais fundir-se; ele sublima em temperaturas em torno de 2700 °C. O SiC é incolor, mas em função das impurezas que retém, sua cor pode variar de verde claro a preto: o carbeto verde é o mais puro, produzido a partir de matérias-primas virgens; e o carbeto preto é produzido com material reciclado, incluindo SiC amorfo, de ciclos

anteriores. Ambos são também classificados em função da distância em relação ao eletrodo de carbono, na qual o carbeto verde é obtido na região mais próxima ao eletrodo, mesmo em corridas com material reciclado [10].

O maior produtor de carbeto de silício, atualmente, é a China, com mais da metade da produção mundial. Outros países com produção de grãos significativa são Brasil, Rússia e Vietnã. Mais recentemente, novos países como República Tcheca, Espanha e Butão também iniciaram a produção deste material logo após a pesquisa abrir campo para novas aplicações, além de abrasivos. O campo de aplicação do carbeto de silício se estendeu até às áreas estratégicas militares de blindagem balística pessoal para tanques de guerra, mobília refratária para fornos, dispositivos eletrônicos de alta temperatura e muitos outros, o que estimulou a pesquisa tanto sobre os processos de fabricação quanto no desenvolvimento de suas propriedades [10].

O carbeto de silício verde é o mais puro deles, fabricado tipicamente com mais de 98,5% de pureza. Este se apresenta em fase α , na forma de plaquetas hexagonais, é ligeiramente mais duro que o preto, mas mais friável e angular, e, por isso, é empregado na usinagem de metais duros como ferro fundido cinzento, titânio e ferramentas de metal e cerâmica. Já o carbeto de silício preto é de pureza inferior (95-98%), também ocorre em fase α , mas em estrutura romboédrica e hexagonal. É mais utilizado na usinagem de metais não ferrosos macios e não metálicos, como borracha, madeira, cerâmicas e vidros. Ambos os tipos são mais friáveis que a alumina fundida; são susceptíveis à oxidação em altas temperaturas; e apresentam reatividade ou solubilidade com ferro, o que limita seu emprego na usinagem de materiais ferrosos [10].

Óxido de alumínio fundido

A segunda grande inovação na tecnologia de abrasivos na virada do século XX, depois do processo Acheson para síntese do carbeto de silício, foi a invenção do forno a arco elétrico Higgins para produção da alumina eletrofundida (ou Alundum), por Aldo C. Higgins da Companhia Norton, em 1904. Antes disso, os produtores de rebolo utilizavam apenas os minerais naturais de óxido de alumínio

nas formas de coríndon e esmeril, mas as variações nas suas propriedades químicas e mecânicas dificultavam o controle da formulação dos abrasivos. Atualmente, o emprego destes minerais está limitado à fabricação de lixas [10].

A bauxita é o material de partida para todos os tipos de alumina. Ela consiste em até 60% de alumina nas formas dos minerais gibsita, boemita e diasporita, junto com óxidos de ferro na forma de goetita e hematita, mineral de argila caulinita e pequenas porções de anatásio e titânia. A Austrália é o maior produtor de bauxita, com quase um terço da produção mundial, seguida pela China, Brasil, Guiné e Jamaica [10].

Para produzir o óxido de alumínio marrom, uma família de abrasivos com até 4% de titânia, a bauxita é fundida diretamente com coque, ferro, titânio e magnésia em temperaturas de 1900 a 2000 °C. Porém, a bauxita pode ser purificada previamente através do processo Bayer, com o qual é possível extrair e converter a gibsita pura em óxido de alumínio calcinado, deixando apenas como impureza 0,1 a 0,4% de óxido de sódio. A alumina calcinada pode então ser fundida para formar o óxido de alumínio fundido branco e sua família de abrasivos, sendo aproximadamente cinco vezes mais caro que o marrom [10, 7].

O forno Higgins (Figura 3) consiste em uma casca fina de aço ou alumínio suportada externamente por uma estrutura de metal pesada. Uma camada de água flui entre a casca e a estrutura de forma a resfriar suficientemente a casca para manter sua integridade, em combinação com o isolamento térmico proporcionado por uma fina camada de óxido de alumínio com baixa condutividade térmica que se forma no seu interior. Historicamente, o aço era o metal mais comum com que se fabricavam as cascas devido ao seu relativamente alto ponto de fusão, mas, atualmente, o alumínio é preferível para esta situação, especialmente para a produção de alumina eletrofundida branca, pois previne a contaminação do produto com óxido de ferro. Para a fusão da matéria prima, o forno é carregado com uma pequena porção de material-base e os eletrodos de partida são colocados sobre ela. Os eletrodos de partida são consumidos rapidamente, mas a fusão prossegue, pois a bauxita fundida se torna um eletrólito. E o processo vai sendo alimentado continuamente com mais material por várias horas até completar o volume do forno [10].

Figura 3 - Desenho esquemático do forno Higgins [12].

Fonte: NUSSBAUM, 1988.

As condições de reação da fusão do óxido de alumínio marrom, como resultado da reação do coque com o oxigênio das impurezas para formar monóxido de carbono, reduz a sílica e o óxido de ferro, os quais se combinam com o ferro adicionado para formar uma fase pesada e bastante fluida de ferro-silício. A sílica também escapa na forma de fumaça devido às altas temperaturas. E, finalmente, a quantidade de titânia deve ser ajustada devido à redução do titânio, que precipita junto com o ferro-silício [10].

Tipicamente, a fusão de 30 toneladas de alumina pode durar até 20 horas até completar a capacidade do forno; e leva até quatro dias para resfriar toda a carga. O resfriamento é altamente direcional; a camada isolante mais externa que se forma na casca é resfriada rapidamente e, por isso, é altamente microcristalina. Há uma larga região cristalina de solidificação dendrítica que cresce radialmente em sentido ao centro, uma vez que a extração de calor ocorre no sentido da casca.

As impurezas se concentram na fase líquida do centro até a base do lingote em formação. Depois de resfriado, o lingote é quebrado e as impurezas mais grosseiras são retiradas por catação; impurezas de ferro e ferro-silício são posteriormente extraídas em um separador magnético [10].

A grande preocupação sobre as impurezas na produção de alumina eletrofundida branca está sobre a conversão do óxido de sódio residual do processo Bayer em sódio β -alumina, o qual cristaliza na forma de placas hexagonais no interior da alumina. Como o sódio β -alumina tem ponto de fusão inferior ao da alumina, ele vai se concentrar nas porções do lingote que se solidificam por último. Novos modelos de fornos Higgins têm a capacidade de reduzir a quantidade de sódio β -alumina em função de seu design, porém têm a estrutura de solidificação da carga também atrelada ao desenho do contêiner e à capacidade de extração de calor [10].

O projeto dos contêineres pode ter um grande impacto sobre a estrutura e composição química dos grãos. Em função da razão de aspecto, pode-se obter uma maior ou menor dispersão de β -alumina sódica dentro do bloco fundido; e tamanhos de cristalitos de α -alumina variados. O elevado gradiente térmico presente no arrefecimento de um lingote de pequena razão de aspecto (≈ 1) de alumina branca fundida provoca a cristalização da α -alumina em hábito dendrítico, composta por extensões de fase romboédrica interdendrítica ao longo do gradiente térmico. Esse tipo de cristal é o resultado do crescimento das arestas laterais muito mais rápido que as faces. Os grãos abrasivos feitos a partir desse material tendem a fraturar em fragmentos relativamente largos ao longo de planos bem definidos e, portanto, têm maior poder de auto-afiação. Já a cristalização em contêineres de perfil baixo gerarão estruturas com crescimento pouco direcional e com cristais mais finos, em função da alta taxa de extração de calor, resultando em fragmentos menores na fratura dos grãos; este material também será aproximadamente 10 % mais macio devido à alta contaminação de β -alumina sódica [10].

As propriedades dos grãos dependem não só da composição química e do processo de fusão, mas também das cominuições subsequentes. Os lingotes inicialmente são quebrados e classificados e então são britados em britadores de mandíbula e de martelo. As reduções subsequentes de tamanho são feitas em rolos moedores. Todas essas etapas são de alto impacto e criam grãos anisotrópicos, moletados, com arestas afiadas. Processos subsequentes de cominuição em

moinhos de bola tendem a arredondar as arestas dos grãos. Dessa forma, é possível definir para a forma angular ou em bloco de grãos de um mesmo material [10].

Óxido de alumínio fundido marrom

A alumina eletrofundida marrom é considerada o carro-chefe da indústria. É o abrasivo mais largamente utilizado na fabricação de rebolos para materiais de alta resistência à tração, utilizado em operações de desbaste, rebarbação e retífica pesada e para corte de materiais ferrosos e de baixa liga. É um abrasivo tenaz, afiado, mas em forma de bloco. Possui de 2 a 4% de titânia, o que lhe confere tenacidade. Dependendo do processamento, 50% do grão é tipicamente constituído de monocristais; e pode ser fornecido em diferentes densidades, de acordo com o empacotamento das partículas. Os grãos podem ainda receber um tratamento térmico após a classificação granulométrica para aliviar tensões dos processos de cominuição e incrementar a tenacidade. Esse tratamento faz com que as impurezas oxidem na superfície do grão, conferindo-lhes uma coloração azulada (os chamados “blue fired”). Eles podem também receber revestimentos especiais de silano ou óxido de ferro vermelho, para modificar propriedades da superfície e, no caso de rebolos resinoides, melhorar a adesão à matriz [10].

Óxido de alumínio fundido marrom de baixa titânia (leve ou semifriável)

Ao reduzir o conteúdo de titânia do óxido de alumínio marrom a tenacidade é reduzida também, porém isso faz com que a friabilidade aumente. Este possui de 1 a 2% de TiO_2 e é utilizado em abrasivos de liga ou lixas que requerem um abrasivo com tenacidade ligeiramente maior que a alumina fundida branca. Normalmente ele é utilizado na fabricação de discos com depressão central, discos de corte, e em operações de retífica cilíndrica e de superfície de metais e ligas sensíveis ao calor, onde se deseja trabalhar a frio, mas com alta velocidade. Estes grãos podem

receber os tratamentos térmicos e de superfície tal qual o óxido de alumínio marrom comum [10].

Óxido de alumínio fundido branco

O óxido de alumínio fundido branco é o mais friável da família das aluminas fundidas. Normalmente é policristalino e contaminado com β -alumina sódica. Ele é consideravelmente mais duro que o óxido de alumínio fundido marrom e as aplicações mais comuns incluem a usinagem de aços rápidos, aço ferramenta e aço inoxidável [10].

Óxido de alumínio fundido branco monocristalino

A alumina fundida branca monocristalina é a mais dura e mais frágil da família das aluminas. Os grãos monocristalinos são produzidos em contêineres profundos e apartados de qualquer contaminação de β -alumina sódica. Normalmente é empregado na usinagem de aços-ferramenta e aços de alta liga, que são muito sensíveis ao calor [10].

Óxido de alumínio fundido rosa

A alumina fundida rosa é a mesma alumina branca à qual foi adicionada uma quantia inferior a 0,5% de óxido de cromo durante a fusão para produzir grãos ligeiramente mais tenazes que a alumina fundida branca convencional. Ela é utilizada para usinagem de aços de alta liga não endurecidos [10].

Óxido de alumínio fundido rubi

Da mesma forma que o óxido de alumínio fundido rosa, a alumina fundida rubi tem como base a alumina branca e a adição de óxido de cromo durante a fusão, porém em quantidade de 3%, o que confere a ela maior tenacidade em relação à rosa [10].

Pode-se notar que há um aumento constante da tenacidade e uma consequente redução da dureza na ordem em que se vê na Figura 4.

Figura 4 - Classificação dos óxidos de alumínio segundo sua dureza e tenacidade.

Fonte: Arquivo pessoal.

Óxido de alumínio sinterizado

As aluminas sinterizadas é uma família de grãos desenvolvida na década de 1950 a partir da alumina não-fundida. Muitos processos utilizam como matéria-prima a bauxita *in natura* ou o óxido de alumínio branco calcinado (proveniente do processo Bayer), mas o mais comum é usar a bauxita ao natural. Ela é moída a tamanhos inferiores a 5 μm e misturada a um ligante temporário. A mistura é extrudada e cortada em pequenos cilindros, para então serem queimados em fornos rotativos entre 1350 e 1500 $^{\circ}\text{C}$, aproveitando as impurezas naturais da bauxita como agente de sinterização. Os grãos produzidos são extremamente tenazes, especialmente os grãos de maior tamanho que essa tecnologia permite

produzir (8 a 20 mesh). Este material obteve um grande sucesso em operações de desbaste até a descoberta dos grãos zirconados; e ainda é usado como componente de blendas em grãos de alumina-zircônia [10].

Atualmente, encontram-se vários outros tipos de grãos disponíveis no mercado, como grãos zirconados, grãos “cerâmicos” e superabrasivos, como o diamante natural, diamante sintético e o nitreto cúbico de boro. Entretanto, como estes materiais não entram no escopo deste trabalho, não serão discutidos.

2.2.2. Ligantes

O ligante tem a função de manter os grãos unidos e manter a integridade do rebolo. Ele confere a característica de “dureza” ao rebolo, que na indústria abrasiva está relacionada à capacidade de retenção do grão. Discos duros são indicados para se trabalhar materiais relativamente moles ou para estabelecer áreas de contato pequenas e não gerar calor em excesso; já os discos macios são indicados para trabalho em materiais mais duros ou que demandem grandes áreas de contato, para aumentar a eficiência do processo [11].

A situação em que o rebolo será aplicado pode ser determinante para a escolha do material ligante. A fragilidade do vidro, por exemplo, limita seu emprego em situações de impacto contra a peça-obra, porém, como dilata-se menos com o calor e com a força centrípeta, é preferível para um controle dimensional mais apurado.

Ligantes metálicos são utilizados em casos particulares de ferramentas muito especiais, como é o caso dos discos de corte diamantados e rebolos CBN, nos quais o ligante precisa ser extremamente resistente para dar sustentação aos grãos sob solicitações mecânicas severas. A liga metálica pode ser consolidada pela técnica de metalurgia do pó ou por eletrodeposição.

Rebolas de liga de borracha normalmente trabalham em par com um rebolo de trabalho. São específicos para sustentar e movimentar a peça-obra enquanto o rebolo principal a desgasta. Apenas em ocasiões muito especiais são empregados como rebolo de trabalho.

As ligas resinoides geralmente são utilizadas em operações de corte e desbaste, pois apresentam boa resiliência, isto é, capacidade de absorção de impacto. As ligas de resina fenólica são as mais comuns, mas em casos específicos elas podem ser modificadas com outros polímeros para aperfeiçoar as propriedades da matriz.

Resinas fenólicas

Desde sua introdução em 1910, graças à sua versatilidade e baixo custo, as resinas fenólicas têm desempenhado papel vital nas mais diversas áreas, tais como, construção civil, automobilística, elétrica e indústrias de eletrodomésticos. Em algumas dessas aplicações, com o passar do tempo, termoplásticos mais baratos e com processo de fabricação mais simples foram substituindo estas resinas. Contudo, muitas outras aplicações foram sendo desenvolvidas e, até o presente momento, se mantêm insubstituíveis [12].

A resina fenólica continua sendo o principal ligante em diferentes tipos de ferramentas abrasivas – abrasivos de liga, lixas e não-tecidos – devido à alta confiabilidade de suas propriedades em condições severas. Novos produtos e aplicações surgem a cada dia e as fenólicas continuam mostrando sua versatilidade, singularidade e o seu potencial para enfrentar e se adaptar às exigências de nossa sociedade industrial que está em constante renovação [13].

As resinas fenólicas são produtos da reação de policondensação do fenol com o formaldeído, sendo possível considerar três sequências de reação: Adição do aldeído ao fenol; crescimento da cadeia de formação do pré-polímero e, finalmente, a reticulação através do mecanismo de cura [12]. De acordo com o tipo de catalisador empregado – ácido ou básico – e da relação molar fenol/formaldeído, o produto da reação pode ser um resol ou uma novolaca. Quando o catalisador é básico e há excesso de formaldeído no meio reacional, a resina fenólica é dita do tipo resol. Caso o catalisador seja um ácido e o reagente presente em excesso seja o fenol, caracteriza-se a formação de uma resina do tipo novolaca [13].

Nas resóis a policondensação é interrompida deliberadamente antes de se completar. Os grupos funcionais dessa classe de resinas são os grupos

hidroximetila e pontes de éter dimetilênico, ambos grupos reativos. No processamento, a policondensação pode ser retomada pela adição de catalisadores ou simplesmente pelo aquecimento, pois as resóis são auto-curáveis [12].

Já nas novolacas a policondensação é levada até o fim dos reagentes e, portanto, o crescimento das cadeias destas resinas é limitado pelo montante sub-estequiométrico do aldeído adicionado. As novolacas são basicamente fenóis ligados por pontes de alquildieno, geralmente metileno, sem grupos funcionais (além das hidroxilas dos fenóis). Não são auto-curáveis, mas podem tornar-se pela adição de agentes de cura, tais como o formaldeído e a hexametilenotetramina (HMTA), resultando em produtos similares aos das fenólicas resóis [12].

Em ambos os casos, os átomos de hidrogênio do anel benzênico do fenol localizados nas posições *orto* e *para* relativas ao grupo hidroxila, podem reagir com o formaldeído para criar pontos de ancoragem com outras cadeias próximas, produzindo reticulação e formando uma rede tridimensional amorfa [12].

Os dois tipos de resina fenólica são usados na fabricação de rebolos resinoides de acordo com o seguinte procedimento: primeiro, os grãos abrasivos são cobertos com uma resina líquida resol. Isso assegura que os grãos sejam completamente molhados e cobertos pela resina para assegurar uma aderência perfeita aos grãos. Em seguida, é adicionada uma resina em pó - a novolaca - finamente dividida. Antes disso, porém, a resina em pó é misturada com os outros componentes em pó, como o HMTA e as cargas minerais de enchimento e reforço, e então a composição é adicionada dos grãos molhados com a resina líquida. O ligante se cura sob um programa de temperatura e pressão cuidadosamente controlado, formando assim uma rede vitrificada (amorfa) em três dimensões que fornece resistência mecânica à peça [13].

Há uma grande variedade de resinas fenólicas e resinas modificadas disponível no mercado para as mais variadas aplicações, dependendo da natureza da ferramenta abrasiva (macia, dura, flexível, tenaz etc.). As resinas em pó podem também ser modificadas com resina epóxi ou polímeros naturais, como a borracha, para criar um aglomerante mais elástico ou tenaz, de acordo com a aplicação do disco ou do rebolo abrasivo [13].

Resina tipo Novolaca

A reação de síntese da resina fenólica novolaca é iniciada pelo ataque eletrofílico do grupo carbonila, geralmente do formaldeído, nas posições *orto* e/ou *para* de uma molécula de fenol em catálise ácida (Figura 5) ou de um ânion fenolato em catálise básica (

Figura 6) [12].

Figura 5 - Reação de policondensação de fenóis em meio ácido.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 6 - Reação de policondensação de fenóis em meio básico.

Fonte: Arquivo pessoal.

Como os fenóis que sofreram uma substituição com uma hidroximetila são mais reativos que as moléculas de fenol sem substituição, a hidroximetilação continua. Os compostos formados com hidroximetila são instáveis em meio ácido e rapidamente se convertem em compostos ligados por pontes metilênicas (Figura 7). Essa reação acontece tanto nas posições *orto* como nas posições *para*. Em meio básico os grupos hidroximetila podem ser estáveis. Em altas temperaturas, porém, eles reagem e formam as pontes metilênicas, tal como mostrado na Figura 7. Para impedir que a polialquilação faça a reticulação das cadeias, o que dificultaria

ou até impossibilitaria que ele ocorresse mais tarde no processo, o fenol é adicionado em excesso em relação à quantidade de formaldeído [12].

Figura 7 - Formação de pontes metilênicas.

Fonte: Arquivo pessoal.

As resinas novolacas muitas vezes são empregadas sem qualquer modificação, pois sua aplicação é baseada principalmente na capacidade de cura quando reage com o hexametenotetramina. Essa reação é exotérmica, ocorre em torno de 150 °C e gera amônia como subproduto, tal como mostra a Figura 8 [12].

Figura 8 - Reação de reticulação de resinas fenólicas.

Fonte: Arquivo pessoal.

Às vezes, em vez de hexametenotetramina, as resinas novolacas são curadas com as resóis, resultando em compostos com alta dureza e alta estabilidade química e térmica, sendo também, entretanto, bastante frágeis [12].

Resina tipo Resol

Em meios fortemente ácidos os grupos hidroximetila são rapidamente convertidos em pontes metilênicas. Assim, a síntese das resóis pode ser catalisada apenas por bases ou sais de ácidos e bases fracas. Analogamente às novolacas, os grupos hidroximetila são formados nas posições *orto* e *para* (Figura 6). Em temperaturas acima de 40 °C estes grupos reagem para formar as pontes de éter

dimetilênico com a eliminação de água, como mostra a Figura 9. Nenhum catalisador é necessário para esta reação [12].

Figura 9 - Reação de formação de pontes de éter dimetilênico.

Fonte: Arquivo pessoal.

As pontes de éter dimetilênico são mais estáveis nas posições *orto* do que nas posições *para*. Elas podem ser convertidas em pontes metilênicas com a eliminação de uma molécula de formaldeído (Figura 10), que ficará disponível para formar novos grupos hidroximetila se houver um catalisador presente [12].

Figura 10 - Reação conversão de pontes de éter dimetilênico em pontes metilênicas.

Fonte: Arquivo pessoal.

Os grupos hidroximetila das resóis podem inclusive condensar diretamente com outras moléculas de fenol, de acordo com a reação apresentada na Figura 7. Nas resóis, portanto, três diferentes tipos de derivados de formaldeído podem ocorrer: pontes metilênicas relativamente estáveis (que são as únicas que ocorrem nas novolacas); grupos hidroximetila, que são capazes de realizar reações de condensação; e pontes de éter dimetilênico, também funcionais [12].

A estrutura das resóis depende não só da escolha dos reagentes e de suas frações molares, mas também da temperatura de formação, concentração dos reagentes, presença ou ausência de solventes, tipo de catalisador e concentração do catalisador. Através do domínio destes parâmetros é possível controlar a formação e a estrutura dessas resinas de forma muito mais minuciosa em comparação às novolacas. Por exemplo, altas concentrações de catalisador alcalino (até 1 mol por mol de fenol) combinadas com baixas temperaturas

promovem a formação dos grupos hidroximetila e os estabiliza; baixas concentrações e altas temperaturas promovem as reações de policondensação [12].

A razão molar entre fenol e formaldeído pode variar bastante, mas tem seu máximo limitado pela funcionalidade da molécula de fenol, isto é, apenas três posições do anel benzênico apresentam funcionalidade, determinando o máximo de ligações na razão de três formaldeídos para cada fenol [12].

A entalpia de formação dos grupos hidroximetila é de apenas -20,3 kJ/mol. Comparando à entalpia de formação das pontes metilênicas (-98,7 kJ/mol), pode-se dizer que, em tese, o calor gerado na formação das resóis é muito menor que na das novolacas. Entretanto, os grupos hidroximetila são estáveis apenas em baixa temperatura, ou seja, caso a reação saia do controle, a produção das resóis pode ser excessivamente exotérmica [12].

Para reduzir a reatividade dessas resinas, seu caráter hidrofílico pode ser diminuído pela eterificação dos grupos hidroximetila pela adição de álcoois, como mostra a Figura 11 [12].

Figura 11 - Reação de redução da atividade dos grupos hidroximetila.

Fonte: Arquivo pessoal.

As resinas sintéticas do tipo resol munidas de catalisador estão prontas para serem utilizadas industrialmente. Entretanto, o catalisador pode ser removido tanto antes da aplicação quanto durante a produção, uma vez que ele não é necessário para a conversão dos grupos hidroximetila em pontes de éter dimetilênico, sendo necessário apenas um acréscimo na temperatura [12].

2.2.3. Porosidade

A porosidade do rebolo é definida pelo volume de espaços vazios em sua constituição. Assim como a quantidade de liga, ela está relacionada à dureza e à estrutura do disco, isto é, à distribuição dos grãos na matriz e a distância entre um grão e outro. Os poros auxiliam na refrigeração da operação e também funcionam como baía de escape para transportar os cavacos gerados para fora da área de contato [11].

Rebolos com baixa porosidade são indicados para operações em que se deseja um bom acabamento e para materiais duros e quebradiços; enquanto rebolos altamente porosos são indicados para materiais macios e resistentes e nas situações em que existe grande área de contato entre a peça-obra e a ferramenta [11].

2.3. Ensaaios mecânicos

Os ensaios de resistência à flexão e resistência ao impacto são especialmente úteis para o controle de qualidade e especificação.

2.3.1. Resistência à flexão

Os testes para determinação das propriedades em flexão de materiais poliméricos reforçados ou não, incluindo compósitos de alto módulo, podem ser divididos em dois: o procedimento A é designado principalmente para materiais que se rompem com deflexões relativamente pequenas; e o procedimento B é designado particularmente para os materiais que se sujeitam a grandes deflexões durante o teste antes de romperem. Entretanto, a resistência à flexão não pode ser determinada para materiais que não se rompem ou cujos corpos-de-prova não apresentam falhas na superfície externa com deformações de até 5 %. E, por isso,

o procedimento A deve ser utilizado para aferir o módulo de resistência à flexão e o procedimento B pode ser utilizado para medir apenas a resistência à flexão, uma vez que o primeiro tende a exibir desvios-padrão menores [14].

Estes métodos geralmente são aplicados a materiais rígidos ou semirrígidos na forma de barra e utiliza um sistema de carga de três pontos com a viga simplesmente apoiada. Materiais que não falham sob as condições impostas por este método (três pontos) podem surtir com resultados utilizando um sistema de carga de quatro pontos. A diferença básica entre os dois métodos de carregamento é a localização do momento fletor máximo e as máximas tensões axiais. Estas ocorrem em uma linha sob o apoio central no carregamento em três pontos; e em uma área entre os apoios superiores no carregamento em quatro pontos [14].

O ensaio corre da seguinte forma: uma barra de seção transversal retangular repousa sobre dois suportes e é carregada por um apoio em cima dela exatamente a meia distância entre os suportes. O corpo-de-prova é defletido até a ruptura da superfície externa ou até que a máxima deformação de 5 % seja alcançada, o que ocorrer primeiro. O procedimento A emprega uma taxa de deformação de $0,01 \text{ min}^{-1}$ enquanto o procedimento B, $0,1 \text{ min}^{-1}$. Para materiais isotrópicos ou peças moldadas, deve-se testar pelo menos cinco corpos-de-prova de cada amostra. O ensaio deve ser conduzido à temperatura de $23 \pm 2 \text{ }^{\circ}\text{C}$ e umidade de $50 \pm 5 \%$ [14].

A resposta dos materiais quando solicitados em flexão pode variar em função das dimensões dos corpos-de-prova, da temperatura, das condições atmosféricas e da taxa de deformação aplicada. Por isso, antes de iniciar um ensaio, é preciso atentar-se às especificações de preparação, condicionamento, dimensões e parâmetros de teste propostos pela ASTM D790-10 [14].

Procedimento A

Os corpos-de-prova devem ter a altura e largura medidas na parte central e serem posicionados, um por vez, sobre os apoios com o centro exatamente abaixo do apoio superior. A velocidade de avanço do cabeçote deve ser calculada e programada na máquina de ensaio, seguindo a Equação (5) [14].

$$R = \frac{ZL^2}{6d} \quad (5)$$

na qual R é velocidade de avanço do cabeçote (em mm/min), L é a distância entre os apoios inferiores (em mm), d é altura da barra (em mm) e Z é a taxa de deformação na superfície externa inferior da barra (em min⁻¹), que deve ser igual a 0,01. A razão entre a distância entre os apoios inferiores e a altura da barra deve ser estabelecida na proporção de 16:1 [14].

A carga deve ser aplicada ao corpo-de-prova com a velocidade segundo foi calculada previamente e os dados de carga versus deflexão devem ser adquiridos e registrados simultaneamente. A deflexão pode ser medida tanto por um extensômetro acoplado no centro da face inferior do corpo-de-prova como através do avanço do apoio superior em relação aos inferiores [14].

O teste termina quando a face inferior do corpo-de-prova atinge 0,05 mm/mm de deformação ou quando se fratura, quando isso ocorrer antes do máximo de deformação. O valor da deflexão, quando o máximo de deformação for alcançado sem ruptura, pode ser calculado pela Equação (6, estabelecendo o valor de r em 0,05 mm/mm [14].

$$D = \frac{rL^2}{6d} \quad (6)$$

em que D é a deflexão a meia distância entre os apoios inferiores (em mm), r é a deformação (em mm/mm), L é a distância entre os suportes inferiores (em mm) e d é a altura da barra [14].

As curvas de carga versus deflexão podem ser montadas para determinar a resistência à flexão, o módulo secante ou o módulo tangente de elasticidade; e o trabalho total pode ser medido pelo cálculo da área sob a curva [14].

Além dos 5 % de deformação o procedimento A não é válido. Materiais que não se rompem antes do limite máximo de deformação por este procedimento podem ser induzidos à fratura pelo procedimento B, devido à taxa de deformação mais elevada. Outras propriedades mecânicas podem ser mais relevantes para caracterizar materiais que não se fraturam por nenhum destes procedimentos [14].

Procedimento B

Para o procedimento B deve-se utilizar corpos-de-prova virgens, assim como foi para o procedimento A. As condições de ensaio também devem ser as mesmas, exceto pela taxa de deformação na superfície externa inferior do corpo-de-prova que deve ser de 0,1 mm/mm. Caso não haja a fratura do corpo-de-prova antes do máximo de 0,05 mm/mm de deformação, o teste deve ser interrompido [14].

Cálculo

Primeiramente, deve-se fazer uma compensação em função da região não linear no início da curva, pois esta região pode não representar uma propriedade do material, mas uma acomodação, alinhamento ou assentamento do corpo-de-prova. Para obter os valores corretos dos parâmetros como o módulo, deformação e o ponto de *off-set*, pode-se utilizar os seguintes procedimentos para corrigir o ponto zero da curva: prolongar a parte linear da curva até tocar o eixo horizontal e, a partir deste ponto, traçar o *off-set*. O módulo de Young pode ser determinado dividindo-se o valor de tensão em qualquer ponto da porção linear da curva pelo respectivo valor de deformação. Caso a curva não apresente uma região de comportamento Hookeano, o mesmo procedimento pode ser utilizado para corrigir a curva traçando uma reta tangente ao maior declive na inflexão. Da mesma forma, a reta tangente é prolongada até tocar o eixo horizontal, ponto este tomado como o zero de deformação [14].

Quando um material elástico homogêneo é testado em flexão como uma simples viga suportada em dois pontos e carregada em um ponto médio, a máxima tensão na superfície externa do corpo-de-prova ocorre no ponto médio. Essa tensão pode ser calculada para qualquer ponto da curva carga-deflexão através da Equação (7) [14].

$$\sigma_f = \frac{3PL}{2bd^2} \quad (7)$$

na qual σ_f é tensão na superfície externa no ponto médio (em MPa), P é a carga em um dado ponto sobre a curva carga-deflexão (em N), L é a distância entre os apoios inferiores (em mm) e b e d são, respectivamente, a largura e a altura da barra (em mm). O valor de resistência à flexão é obtido por esta expressão empregando o maior valor de carga aplicada registrado [14].

Esta equação se aplica estritamente a materiais que apresentam comportamento Hookeano. Para materiais cuja deformação não é linearmente proporcional à tensão aplicada, um erro pode ser introduzido na interpretação dos resultados [14].

A deformação em flexão, isto é, a variação nominal do comprimento de um elemento da superfície externa do corpo-de-prova em seu ponto médio, onde o máximo de deformação ocorre, pode ser calculada para qualquer deflexão utilizando a Equação (8) [14].

$$\varepsilon_f = \frac{6Dd}{L^2} \quad (8)$$

na qual ε_f é a deformação na superfície externa (em mm), D é a máxima deflexão do centro da viga (em mm), L é a distância entre os apoios inferiores (em mm) e d é a altura da barra (em mm) [14].

O módulo de elasticidade, ou módulo de elasticidade tangente, é a razão, dentro do limite elástico, entre a tensão e a deformação correspondente. Ele é calculado desenhando-se uma tangente à porção mais íngreme do início da região linear da curva carga-deflexão; e utilizando a Equação (9) [14].

$$E_f = \frac{L^3 m}{4bd^3} \quad (9)$$

na qual E_f é o módulo de elasticidade em flexão (em MPa), L é a distância entre os suportes (em mm), b e d são, respectivamente, a largura e altura da barra (em mm) e m é o coeficiente angular da tangente no início da região linear da curva carga-deflexão (em N/mm) [14].

2.3.2. Resistência ao impacto

Os testes de impacto aferem a resistência da amostra ao choque de um pêndulo no movimento de um único balanço. O pêndulo é solto de uma altura padrão e, após o impacto, alcança uma posição tal, proporcional à energia perdida no choque para romper a amostra. É possível fazer rearranjos com pesos dos pêndulos padrões e comprimento das hastes para permitir o ensaio de materiais com resistências ao impacto bastante variadas [15, 16].

Estes métodos requerem corpos-de-prova entalhados, de comprimento e altura padrões e com largura variável dentro de limites. O entalhe serve como um concentrador de tensão, minimizando a deformação plástica e, assim, tendendo a provocar uma fratura frágil em vez de dúctil. Ele também ajuda a reduzir a energia necessária para a ruptura e direciona a trinca para trás do entalhe. Para alguns materiais existe uma largura crítica do corpo-de-prova abaixo da qual o material aparenta ser dúctil e acima, frágil, o que é evidenciado pela formação de pescoço na região atrás do entalhe e pela quantidade de energia absorvida pela amostra. Uma vez que a largura do corpo-de-prova possui esta influência sobre a resposta do material, é necessário que ela seja estabelecida dentro das especificações e que seja reportada conjuntamente com o resultado da resistência ao impacto [15, 16].

A energia perdida pelo pêndulo durante a ruptura do corpo-de-prova é a soma das energias requeridas para iniciar a fratura; propagar a trinca pela amostra; arremessar a ponta removida do corpo-de-prova; dobrar a amostra; produzir vibração na haste do pêndulo; produzir vibração ou movimento horizontal da base da máquina; para vencer o atrito no rolamento do mecanismo que sustenta o pêndulo; para vencer a resistência do ar no movimento do pêndulo; para deformar plasticamente o corpo-de-prova no ponto de impacto; e para vencer o atrito causado pela fricção entre o pêndulo e o corpo-de-prova curvado [15, 16].

Para materiais relativamente frágeis, para os quais a energia de propagação da trinca é pequena em relação à energia de iniciação desta, a energia de impacto absorvida é, na prática, a soma apenas dos três primeiros fatores. O fator de

arremesso deve representar uma fração maior da energia total absorvida quando o material da amostra for relativamente mais denso e frágil. Materiais resistentes, dúcteis ou reforçados com fibras e tecidos podem ter a energia de propagação da trinca comparável à energia para iniciar a fratura; e os fatores de propagação da trinca, vibração da haste do pêndulo e energia relacionada à fricção podem se tornar bastante significantes, mesmo quando a superfície do corpo-de-prova é muito bem preparada. As perdas com dobramento e deformação do corpo-de-prova podem ser apreciáveis quando são testados materiais macios. E as perdas relacionadas às condições da máquina de ensaio devem ser bastante inexpressivas em equipamentos bem dimensionados [15, 16].

O resultado do teste de impacto é reportado em termos de energia absorvida por unidade de comprimento (da largura do corpo-de-prova) ou por unidade de área (da seção transversal), nas unidades do sistema internacional (SI) [15, 16]. Pelo método Izod, o tipo de falha sofrido pela amostra também deve registrado como uma das categorias seguintes: fratura completa, em que o corpo-de-prova se separa em dois ou mais pedaços; dobramento, uma fratura incompleta na qual a parte superior do corpo-de-prova não se suporta acima da horizontal; fratura parcial, uma fratura incompleta que não se enquadra na categoria de dobramento, mas que tenha rompido pelo menos 90% da distância entre o vértice do entalhe e o lado oposto; e não-fraturado, uma fratura incompleta que se estende por menos de 90% da distância entre o vértice do entalhe e o lado oposto [16]. Pelo método Charpy o corpo-de-prova deve necessariamente romper-se por completo [15].

Deve-se atentar aos seguintes parâmetros de teste, pois podem afetar significativamente os resultados e induzir o usuário a interpretações errôneas: método de fabricação, incluindo a tecnologia de processamento, condições de moldagem, projeto do molde e tratamentos térmicos; método de entalhamento; velocidade da ferramenta de entalhamento; projeto do aparato de entalhamento; qualidade do entalhe; tempo entre o entalhamento e o teste; espessura do corpo-de-prova; largura do corpo-de-prova abaixo do entalhe; e condições ambientais [15, 16].

Método Izod

Existem quatro tipos de teste Izod, todos usando a mesma máquina de ensaio e as mesmas dimensões dos corpos-de-prova. Porém, não há meios conhecidos para correlacionar os resultados dos diferentes tipos [16]. Neste trabalho foi utilizado apenas os métodos A.

Pelo método A o corpo-de-prova é engastado como uma viga cantilever vertical e é fraturado por um único balanço do pêndulo. A linha do contato inicial fica a uma distância fixa do suporte da barra e da linha central do entalhe e também está na mesma face do entalhe [16].

O método C é similar ao A, exceto pela adição de um procedimento para determinar a energia gasta para arremessar uma porção do corpo-de-prova. O valor reportado é chamado de “resistência ao impacto Izod líquida estimada”. O método C é preferível ao A para materiais entalhados que apresentem resistência ao impacto Izod inferior a 27 J/m. Acima disso a diferença entre os métodos se torna desprezível [16].

O método D provê uma medida da sensibilidade do material ao raio da ponta do entalhe. Estudos demonstram que a função de energia para ruptura versus o raio da ponta do entalhe apresenta um comportamento razoavelmente linear para raios entre 0,03 e 2,5 mm, dado que todos os corpos-de-prova tiveram o mesmo tipo de fratura. O efeito do raio na energia de fratura em impacto de uma amostra sob as condições desse teste é medido em termos de um parâmetro b . Este parâmetro não pode ser usado para calcular formatos de entalhe, mas pode servir como um guia para a seleção de materiais [16].

O método E também é similar ao A, exceto pelo corpo-de-prova ser posto ao contrário, em 180° da posição tradicional de colisão, fazendo com que o pêndulo atinja a amostra na face oposta ao entalhe. Este método é usado para indicar a resistência ao impacto de polímeros não-entalhados. Os resultados deste método, entretanto, podem nem sempre estar de acordo com os obtidos no ensaio de corpos-de-prova sem entalhe [16].

Método A

Os corpos-de-prova para o método A devem ser confeccionados com as seguintes dimensões: $63,5 \pm 2,0$ mm de comprimento, $12,7 \pm 0,2$ mm de altura e a largura deve estar entre 3,0 e 12,7 mm. O entalhe deve ser feito no lado mais estreito (se for o caso), deve possuir uma abertura de $45 \pm 1^\circ$ e $2,54 \pm 0,05$ mm de profundidade. São necessários pelo menos cinco corpos-de-prova de cada amostra [16].

Primeiramente, deve-se estimar a energia de fratura para o corpo-de-prova e, com base nisso, selecionar um pêndulo com capacidade para fornecer a energia necessária, o qual tenha não mais de 85 % de sua energia perdida na ruptura. Calculam-se então as perdas por atrito e resistência do ar sem utilizar qualquer amostra no suporte [16].

O corpo-de-prova posicionado precisamente mantém o plano bissetriz do entalhe alinhado à superfície do suporte. O pêndulo é liberado e a leitura do valor indicado de energia de fratura é registrada, juntamente com a categoria de falha e a largura da amostra. É preciso fazer as correções de perda por atrito e resistência do ar, a menos que seja determinado automaticamente pelo equipamento. O valor corrigido deve ser menor que 85 % da capacidade total do pêndulo, mas, caso não seja, é preciso repetir o teste com um pêndulo mais adequado. Este número é então dividido pela largura do corpo-de-prova ou pela área da seção transversal abaixo do entalhe para se obter a resistência ao impacto Izod em J/m ou kJ/m², respectivamente. A média de valores de resistência ao impacto e o desvio padrão devem ser calculados apenas para corpos-de-prova com a mesma largura nominal e tipo de fratura [16].

A apresentação dos resultados deve ser feita com as seguintes informações: o método utilizado (A, C, D ou E); a identificação completa do material testado; o método de preparação, condições de teste e parâmetros de condicionamento; a capacidade do pêndulo (em joules); a largura e altura de cada corpo-de-prova; o número total de testes para cada amostra de material; o tipo de falha; a resistência ao impacto em J/m ou kJ/m²; o número de testes que resultaram em cada uma das

categorias de falha; a média das resistências ao impacto e desvios-padrão de cada categoria de falha, exceto a de não-fraturados; e o percentual de corpos-de-prova que falharam em cada categoria [16].

2.4. Análises térmicas

As análises térmicas são utilizadas na determinação dos parâmetros de cura dos compósitos abrasivos por calorimetria exploratória diferencial - DSC [19] e na avaliação das propriedades dinâmico-mecânicas em função da temperatura e da frequência dos ensaios pela análise térmica dinâmico-mecânica - DMTA [20].

2.4.1. Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

A Calorimetria exploratória diferencial (*Differential scanning calorimetry* - DSC) é uma técnica de análise térmica que se baseia na avaliação do fluxo de calor gerado ou absorvido quando um material sofre uma mudança física ou química. A análise DSC é realizada através de uma variação controlada de temperatura, de aquecimento ou resfriamento, na faixa de 5 a 20 °C/min. A análise DSC também pode ser realizada no modo isotérmico, a qualquer temperatura dentro da faixa de operação do equipamento, durante um período de tempo pré-determinado [17].

A técnica de DSC é comumente usada na avaliação das mudanças químicas e físicas que ocorrem nos sistemas poliméricos, permitindo a determinação, dentre outros parâmetros, da temperatura de transição vítrea (T_g), das entalpias de cristalização e fusão (polímeros termoplásticos) e da entalpia de cura (polímeros termorrígidos). Algumas de suas vantagens dizem respeito ao uso reduzido de quantidade de amostra e à rapidez da análise. A propriedade física medida é a diferença de temperatura entre a amostra e um material de referência termicamente inerte na faixa de temperatura de análise. Normalmente na análise DSC de polímeros utiliza-se cadinho de alumínio como material e referência inerte e a faixa de temperatura de análise limita-se a 500 °C, no máximo. A atmosfera de análise

pode ser feita com nitrogênio, ar seco, argônio ou hélio de modo a evitar presença de umidade ou outro contaminante que possa interferir no resultado da análise.

2.4.2. Análise Térmica Dinâmico-Mecânica (DMTA)

A análise térmica dinâmico-mecânica é um ensaio mecânico realizado com variação linear da temperatura sob a aplicação de uma carga ou deslocamento senoidal controlado [18]. Quando uma tensão senoidal é aplicada a um material elástico, dentro do seu limite de elasticidade linear, este responde imediatamente, ou seja, sem atraso de tempo, através de uma deformação também senoidal. Por outro lado, quando um fluido viscoso é solicitado nas mesmas condições, a resposta também é senoidal, mas defasada em 90° com relação à solicitação (Figura 12).

Figura 12 - Solicitação cíclica do tipo senoidal e dois tipos de resposta: (a) em fase ou elástica e (b) defasada de 90° característica de fluido.

Fonte: MENARD, 1999.

Os materiais poliméricos apresentam comportamento viscoelástico, ou seja, quando deformados apresentam características simultâneas de materiais elásticos

e viscosos. Dessa forma, quando submetidos a uma tensão cíclica sua resposta é uma deformação senoidal, atrasada de um ângulo δ com relação à solicitação (Figura 13). Isto é causado pelo tempo gasto para que ocorram os rearranjos moleculares associados ao fenômeno de relaxação da cadeia polimérica ou de segmentos dela.

Figura 13 - Resposta de um corpo visco elástico a uma solicitação cíclica do tipo senoidal.

Fonte: MENARD, 1999.

Em uma análise DMTA a amostra submetida à tensão senoidal com valor de pico σ_0 apresenta duas componentes de tensão: uma componente σ' em fase com a deformação ε' ; e outra σ'' , defasada de 90° com a deformação ε'' . Para cada componente da tensão, pode-se calcular um módulo de elasticidade correspondente:

$$E' = \frac{\sigma'}{\varepsilon'} = \frac{\sigma_0}{\varepsilon} \cos \delta \quad (10)$$

$$E'' = \frac{\sigma''}{\varepsilon''} = \frac{\sigma_0}{\varepsilon} \sin \delta \quad (11)$$

A variável E' é denominada módulo de armazenamento e é a componente elástica em fase com a deformação. A componente E'' é chamada módulo de perda e é a componente fora de fase com a deformação. A soma vetorial destas duas variáveis fornece o módulo de elasticidade complexo E^* :

$$E^* = E' + iE'' \quad (12)$$

A razão entre o módulo de perda e o de armazenamento é denominado de tangente de perda $\tan \delta$:

$$\tan \delta = \frac{E''}{E'} \quad (13)$$

Por esta técnica de caracterização, podem-se realizar experimentos de tração, torção, flexão e cisalhamento, entre outros, em função da temperatura ou da frequência de oscilação da tensão.

2.5. Picnometria de gás Hélio

Através da técnica de picnometria de gás é possível determinar o volume real de um sólido, mesmo que poroso, por variação da pressão do gás numa câmara de volume conhecido. Em geral, utiliza-se o gás hélio, pois, além de ser inerte, penetra com facilidade nos poros abertos da amostra, devido ao pequeno tamanho de suas moléculas, o que permite uma aferição mais rigorosa do volume do sólido [19]

O equipamento é constituído de duas câmaras de volumes conhecidos: uma é a câmara de amostra e a outra chamada de câmara de expansão, que são interligadas e isoladas por uma válvula de expansão [19].

Antes de iniciar a análise, a amostra, no interior da respectiva câmara, é degaseificada por repetidas purgas com hélio, para extração de impurezas e humidade, que podem influenciar no resultado do ensaio. O sistema é mantido em pressão atmosférica e a válvula de expansão é fechada. Eleva-se a pressão do hélio na câmara de amostra até uma pressão P_1 de cerca de 17 psi e a válvula é novamente aberta. Ao equilibrar a pressão do gás entre as duas câmaras a pressão final P_2 é aferida e o volume do sólido pode ser calculado através da formula:

$$V_s = V_a - \frac{V_e}{\frac{P_1}{P_2} - 1} \quad (14)$$

Na qual:

V_s é o volume do sólido;

V_a é o volume da câmara de amostra vazia; e

V_e é o volume da câmara de expansão [19].

Com o volume real e a massa da amostra é possível calcular a densidade verdadeira, isto é, a densidade apenas do material que constitui a peça.

2.6. Porosimetria de Mercúrio

O porosímetro de mercúrio registra a mudança no volume de mercúrio que envolve a amostra em função da pressão aplicada. E assim, pode fornecer informações sobre a estrutura porosa dos materiais, como distribuição e tamanho de poros, área superficial, densidade e volume de poros.

A maioria dos materiais apresenta ângulo de molhamento θ entre o mercúrio e o sólido maior que 90° , isto é, o mercúrio não molha a superfície do sólido, o que faz necessário ser aplicada uma pressão P para forçar o mercúrio a entrar nos poros. A pressão para que isso ocorra é igual à tensão superficial do material γ , que tende a expulsar o mercúrio do poro. O que leva a:

$$r_p = - \frac{2 \gamma \cos \theta}{P} \quad (15)$$

onde r_p é o raio do poro [19].

A equação sugere que a pressão de mercúrio é inversamente proporcional ao raio do poro, ou seja, quanto menor o poro maior é a pressão necessária para o metal penetrá-lo. O cruzamento dos dados de pressão e volume de mercúrio intrudido gera então uma curva da qual se pode extrair informações sobre tamanho e distribuição de poros.

3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

A produção das amostras se deu na empresa SIVAT Abrasivos Especiais Ltda. (Salto - SP), utilizando as matérias-primas virgens de seu estoque. As prensas e matrizes foram as mesmas que são empregadas na produção, de modo que foram produzidos corpos-de-prova com a mesma característica dos produtos de linha.

Cada corpo-de-prova (CP) foi confeccionado com resina fenólica líquida (resol) e em pó (novolaca) numa proporção tal que desse à mistura o aspecto necessário para a prensagem; a razão inicial estimada foi de 1:7 em massa, respectivamente. Também foram usados grãos abrasivos de carbeto de silício preto (C), alumina fundida marrom (A) e blendas de carbeto de silício e alumina na proporção de 1:1 em massa (CA). Os materiais dos grãos foram selecionados como tais, pois são os mais tradicionais e usuais da indústria metal-mecânica.

A granulometria foi composta de grãos em 24 *mesh* ou 60 *mesh* e o processo de aplicação das resinas seguiu conforme descrito anteriormente no item Resinas fenólicas (página 37). A granulometria escolhida foi a mais grosseira disponível, para gerar CPs com estrutura mais aberta e interfaces grão-matriz mais evidentes sem, contudo, prejudicar a ancoragem dos grãos; e uma um pouco mais fina, para avaliar a variação da resistência do compósito em relação à superfície específica da carga e, conseqüentemente, ao tamanho de grão.

As blendas foram produzidas para avaliar se a interação entre os tipos de grão na mesma matriz é sinérgica ou deletéria. As Tabelas 1 a 6 apresentam as composições iniciais de cada amostra em unidades de volume e massa.

Tabela 1 - Composição dos corpos-de-prova de alumina marrom 24 mesh (A-24).

Componentes	Porcentagem em volume	Porcentagem em massa
Alumina marrom #24	58,98	82,10
Resina em pó	35,08	15,39
Resina líquida	5,94	2,51

Fonte: Arquivo pessoal.

Tabela 2 - Composição dos corpos-de-prova de carbetos de silício com grãos 24 mesh (C-24).

Componentes	Porcentagem em volume	Porcentagem em massa
SiC preto #24	58,98	78,85
Resina em pó	35,08	18,19
Resina líquida	5,94	2,97

Fonte: Arquivo pessoal.

Tabela 3 - Composição dos corpos-de-prova blendados com carbetos de silício e alumina marrom 24 mesh (CA-24).

Componentes	Porcentagem em volume	Porcentagem em massa
Alumina marrom #24	29,49	44,47
SiC preto #24	29,49	36,14
Resina em pó	35,08	16,67
Resina líquida	5,94	2,72

Fonte: Arquivo pessoal.

Tabela 4 - Composição dos corpos-de-prova de alumina marrom 60 mesh (A-60).

Componentes	Porcentagem em volume	Porcentagem em massa
Alumina marrom #60	53,94	78,88
Resina em pó	39,39	18,16
Resina líquida	6,66	2,96

Fonte: Arquivo pessoal.

Tabela 5 - Composição dos corpos-de-prova de carbetos de silício com grãos 60 mesh (C-60).

Componentes	Porcentagem em volume	Porcentagem em massa
SiC preto #60	53,94	75,22
Resina em pó	39,39	21,30
Resina líquida	6,66	3,47

Fonte: Arquivo pessoal.

Tabela 6 - Composição dos corpos-de-prova blendados com carbetos de silício e alumina marrom 60 mesh (CA-60).

Componentes	Porcentagem em volume	Porcentagem em massa
Alumina marrom #60	26,97	42,59
SiC preto #60	26,97	34,61
Resina em pó	39,39	19,60
Resina líquida	6,66	3,20

Fonte: Arquivo pessoal.

Cada composição foi elaborada dentro dos limites da área destacada no diagrama da Figura 1. Utilizando a densidade média da composição com carbetos

de silício de 2,2 g/cm³; da composição com alumina de 2,6 g/cm³ e da blenda de 2,8 g/cm³, calculou-se as quantidades de resina líquida a ser empregada em cada formulação, empregando a razão de 1:7.

As resinas utilizadas nos experimentos apresentaram grande susceptibilidade a variações dos materiais dos grãos utilizados e, portanto, um teste preliminar da quantidade de resina líquida foi necessário para adequar a proporção entre as resinas. As respectivas proporções e porcentagens de resina líquida utilizadas encontram-se na Tabela 7.

Tabela 7 - Resultado do teste preliminar mostrando as quantidades de resina líquida ajustadas.

Composição	Proporção ajustada	Porcentagem em massa
A-24	1 : 3,9	4,0
C-24	1 : 4,6	4,0
CA-24	1 : 4,2	4,0
A-60	1 : 6,1	3,0
C-60	1 : 5,3	4,0
CA-60	1 : 4,9	4,0

Fonte: Arquivo pessoal.

A pesagem dos componentes, incluindo grãos e resinas, foi feita em um béquer com o auxílio de uma balança comercial, com precisão de 2 gramas. A mistura foi feita em uma bacia, manualmente, e ocorreu na seguinte ordem: primeiro a resina líquida foi misturada aos grãos até que estivessem homogeneamente cobertos; em seguida, foi adicionada a resina em pó e novamente homogeneizada. Depois, a mistura foi passada em uma peneira de malha 30, ensacada e encaminhada à prensagem. O procedimento seguiu desta forma para assegurar que os grãos estivessem envoltos em resina e para evitar a formação de grumos.

Dependendo da densidade da mistura, quantidades entre 110 e 135 g foram prensadas em uma matriz de aço com dimensões de 19 x 19 x 152,4 mm, utilizando apenas tensão o suficiente para fechar o molde (em torno de 30 kgf/cm²). Dessa forma, as peças compostas com grãos 24 *mesh* foram conformadas com 52% de grãos abrasivos, 30% de ligante e 18% de porosidade e as compostas com grãos 60 *mesh* conformadas com 48% de grãos abrasivos, 34% de ligante e 18% de porosidade, resultando em corpos com aproximadamente 2 g/cm³ de densidade a verde, conforme mostra a Tabela 8.

Tabela 8 - Estrutura, densidade a verde aparente e verdadeira das amostras produzidas.

Composição	Estrutura	Densidade a verde aparente	Densidade a verde verdadeira
A-24	52% de grãos	2,45	2,96
C-24	30% de ligante	2,06	2,49
CA-24	18% de poros	2,26	2,73
A-60	48% de grãos	2,34	2,83
C-60	34% de ligante	1,99	2,40
CA-60	18% de poros	2,17	2,61

Fonte: Arquivo pessoal.

Em seguida, os corpos-de-prova foram levados à estufa, que executou um programa de 48 horas de duração e temperatura máxima de 175 °C. A Tabela 9 apresenta o tratamento térmico de cura dos compósitos abrasivos, seguindo o procedimento adotado na empresa SIVAT. A Figura 14 apresenta o esquema de tratamento térmico na forma gráfica, de modo a definir as rampas de aquecimento/resfriamento e os patamares isotérmicos programados no controlador de temperatura digital.

Tabela 9 - Tratamento térmico para cura dos compósitos abrasivos.

Etapa	Condição	Temperatura (°C)	Tempo (min)
1	Rampa	40 a 60	60
2	Isoterma	60	180
3	Rampa	60 a 85	60
4	Isoterma	85	180
5	Rampa	85 a 95	60
6	Isoterma	95	240
7	Rampa	95 a 105	60
8	Isoterma	105	240
9	Rampa	105 a 115	60
10	Isoterma	115	240
11	Rampa	115 a 125	60
12	Isoterma	125	300
13	Rampa	125 a 150	60
14	Isoterma	150	120
15	Rampa	150 a 175	60
16	Isoterma	175	540
17	Rampa	175 a 40	360

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 14 - Diagrama de temperatura em função do tempo que descreve o tratamento térmico das amostras.

Fonte: Arquivo pessoal.

Após o tratamento térmico, as amostras foram levadas à EEL-USP para serem caracterizadas por ensaios de resistência à flexão, resistência ao impacto, análise dinâmico-mecânica, porosimetria, picnometria de hélio e microscopia. Uma porção não-prensada nem tratada termicamente foi ensaiada por calorimetria exploratória diferencial (DSC).

Os ensaios de resistência à flexão se deram utilizando uma máquina de ensaios mecânicos EMIC, com célula de carga de 5 kN, a 1,5 mm/min de velocidade de avanço do cabeçote e distância de 65 mm e 135 mm entre os apoios superiores e inferiores, respectivamente (flexão em quatro pontos).

Os ensaios de resistência ao impacto Izod foram realizados em uma máquina Time Group, modelo XJU-11, utilizando um pêndulo de 5,5 J de energia. O método utilizado na aferição dos resultados é o método A. Os corpos-de-prova para este ensaio não foram dimensionalmente padronizados, de forma que os resultados representam apenas uma comparação qualitativa entre as composições estudadas neste trabalho.

As amostras para análises de DMTA foram cortadas nas dimensões de 40 x 10 x 4 mm em uma serra de precisão Buehler modelo Isomet 1000, utilizando disco diamantado, 300 rpm de velocidade, 50 g de massa e água como fluido de corte. Amostras de 23 x 5 x 3 mm também foram cortadas no mesmo equipamento

e com os mesmos parâmetros para os testes de porosimetria e picnometria de hélio.

As análises de DMTA foram feitas no equipamento NETZSCH, modelo DMA 242 E Artemis, no modo de flexão em três pontos, na faixa de temperatura de 40 a 280 °C com razão de aquecimento de 2 °C/min, frequência de 1 Hz, amplitude de 10 µm, fator proporcional de 1,1 e modo de deformação constante.

Os testes de picnometria de hélio foram realizados no Analisador de Densidade Real, marca Quantachrome Instruments, modelo UltraFoam 1200e, locado no Laboratório de Caracterização de Compósitos do Departamento de Materiais e Tecnologia (DMT) da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá FEG-UNESP. Foi analisada uma amostra do compósito curado. A temperatura de ensaio foi de 20°C e o resultado da análise foi obtido a partir da média de cinco corridas.

Para a determinação do volume total de poros de amostras dos compósitos curados, foram realizadas análises de porosimetria de mercúrio em um Porosímetro Automático de Mercúrio, marca Quantachrome, modelo Poremaster 33GT do Laboratório de Caracterização de Compósitos do DMT-FEG-UNESP. Esse equipamento realiza medições do volume total de poros quanto a distribuição de diâmetros na faixa de 950 µm a 6,4 nm. A pressão de intrusão de mercúrio foi feita em duas estações: estação de baixa pressão ($p = 345$ kPa) e estação de alta pressão ($p = 228$ MPa). Foram analisadas duas amostras de cada compósito, que foram previamente ensaiadas por picnometria de hélio para determinação da massa específica real de cada amostra. A temperatura de ensaio foi de 20°C.

As análises de DSC foram preparadas a partir da mistura dos mesmos componentes apresentados nas Tabelas 1 a 6; embutidos em cadinho de alumínio e ensaiados no equipamento TA, modelo Q10, na faixa de temperatura de 40 °C a 280 °C, em atmosfera de ar seco e razão de aquecimento de 10 °C/min. O tratamento térmico aplicado na SIVAT para a confecção dos corpos-de-prova também foi reproduzido e analisado por DSC.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Ensaio mecânico de resistência à flexão

A Tabela 10 exibe, em resumo, os resultados dos testes de flexão e a Figura 15 um gráfico comparativo com os valores desta tabela.

Tabela 10 - Valores de resistência à flexão e módulo de elasticidade médios das composições.

Composição	σ_R (MPa)	E (GPa)
A-24	20,52	14,25
C-24	23,60	19,24
CA-24	23,73	12,22
A-60	42,32	13,17
C-60	35,27	12,83
CA-60	34,80	10,27

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 15 - Gráfico comparativo dos resultados de flexão, relacionando o limite de resistência à flexão e o módulo de elasticidade das diferentes amostras.

Fonte: Arquivo pessoal.

Os ensaios de flexão mostraram que a diminuição do tamanho de grão tende a aumentar o limite de resistência à flexão do corpo, mas faz reduzir o módulo de

elasticidade. A quantidade de resina a mais nas amostras com grãos #60 aumenta a extensão da fase matriz e eleva o limite de resistência. Entretanto, a maior área de superfície específica dos grãos menores reduz o módulo de elasticidade, uma vez que as interfaces são regiões de defeito na estrutura do polímero e, por isso, de menor resistência que a matriz contínua.

Na prática, isso indica que ferramentas de alto desempenho ao desgaste, que trabalham com velocidade angular muito elevada, demandam uma quantidade de ligante maior para manterem a integridade física. Dessa forma, este resultado sugere que, além do desenvolvimento de ligantes e acopladores grão-matriz mais resistentes, a criação de ferramentas de maior rendimento em função da velocidade surgirão de formulações localizadas mais próximas ao vértice %b (porcentagem de ligante) no diagrama ternário.

A variação do módulo de elasticidade entre todas as composições é pouco expressivo, uma vez que foram utilizadas as mesmas resinas em todas as formulações e curadas com o mesmo tratamento térmico.

Não é possível afirmar que a união de dois tipos de grãos (carbeto e alumina) em um mesmo corpo tenha efeito sinérgico ou deletério das propriedades mecânicas. A relação entre o tipo de grão (alumina ou carbeto de silício) e a matriz com especificamente as duas resinas utilizadas também não mostraram uma tendência de melhor ou pior acoplamento nas interfaces grão-matriz.

4.2. Ensaio mecânico de resistência ao impacto

A Figura 16 apresenta os resultados dos ensaios de impacto de forma comparativa em um gráfico, acompanhados das respectivas barras de erro.

Figura 16 - Valores de resistência ao impacto obtidos para cada composição.

Fonte: Arquivo pessoal.

Os resultados de resistência ao impacto demonstram uma maior capacidade de absorção de energia por amostras produzidas com grãos menores. A quantidade de resina a mais presente nestas amostras as tornam mais tenazes, o que indica que a matriz polimérica é a responsável por conferir, de forma expressiva, essa propriedade nesses compósitos.

A tenacidade à fratura é uma propriedade extremamente importante para a manutenção da vida útil e segurança no uso de abrasivos de liga. Em muitas situações, como no rebote gerado no momento em que o rebolo toca a superfície de trabalho, ou mesmo quando o operador quer aumentar a capacidade de abrasão e força (muitas vezes batendo) o rebolo contra a peça-obra, especialmente ao utilizar equipamentos do tipo esmeril pendular, a capacidade de absorção de energia do impacto pela ferramenta é vital.

Dessa forma, o volume de resina que compõe o abrasivo de liga e a tenacidade à fratura inerente ao tipo de resina utilizado, são variáveis à que se deve, fundamentalmente, atenção ao formular uma composição para situações de trabalho com solicitações mecânicas agressivas.

4.3. Análise térmica por DSC

A Figura 17 mostra os resultados de calorimetria exploratória diferencial (DSC) de modo comparativo e a Tabela 11 resume os resultados de todas as composições ensaiadas. A cura dinâmica foi realizada durante o ensaio de DSC empregando razão de aquecimento constante de 10°C/min na faixa de temperatura 40 a 280°C. As composições apresentam eventos exotérmicos em torno de 144 e 215°C, que possivelmente indicam as temperaturas de cura das resinas. É possível notar também que o tipo e tamanho de grão não influenciam no formato das curvas, o que sugere que os eventos reportados nesta análise são gerados apenas pela matriz resinoide.

Figura 17 - Termogramas de DSC obtidos por aquecimento a razão constante de 10 °C/min em função da temperatura das amostras de compósitos abrasivos da Tabela 7.

Fonte: Arquivo pessoal.

Tabela 11 - Valores das temperaturas dos picos exotérmicos e entalpias de reação aferidos por DSC.

Composição	1º pico (°C)	2º pico (°C)	Entalpia (J/g)
A-24	144,6	212,3	23,5
C-24	143,1	217,8	22,4
CA-24	144,9	217,5	23,7
A-60	144,7	214,4	25,6
C-60	144,4	217,9	29,2
CA-60	144,9	218,8	31,9

Fonte: Arquivo pessoal.

A Figura 18 apresenta em vermelho o tratamento térmico adotado pela empresa SIVAT, o qual foi reproduzido pelo equipamento de DSC para determinação da cura do ligante da amostra A-24; e junto a ele, em azul, a curva de resposta de DSC, mostrando o fluxo de calor. Cada isoterma contida neste tratamento térmico é mostrada com uma ampliação maior na Figura 19.

Figura 18 - Curva de DSC do tratamento térmico aplicado à amostra A-24.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 19 - Curvas de DSC isotérmicas do tratamento térmico aplicado à amostra A-24 em (a) 60 °C, (b) 85 °C, (c) 95 °C, (d) 105 °C, (e) 115 °C, (f) 125 °C, (g) 150 °C e (h) 175 °C.

Fonte: Arquivo pessoal.

A 60 °C (a) ocorre de um evento exotérmico, associado à volatilização do solvente presente no ligante resinoide, o qual termina durante a isoterma a 85°C (b). Em torno dos 90 °C (c) ocorre a gelificação da resina. Nesse momento, a resina sólida (novolaca) se funde e as cadeias poliméricas ganham mobilidade, retomando o processo de polimerização iniciado na síntese da resina fenólica. O estágio de gelificação finaliza em torno de 115°C (d). E ao redor de 150°C (g) a resina inicia então seu o processo de cura, no qual as cadeias poliméricas realizam ligações cruzadas (reticulação) pela reação do hexametilenotetramina, enrijecendo-se. Este processo estende-se até acima dos 175 °C (h).

Ao final do programa de aquecimento a amostra ainda apresenta um fluxo de calor endotérmico, sugerindo que o tratamento térmico adotado pela SIVAT aparentemente não é suficiente para curar a resina por completo, o que torna o ligante dos rebolos menos rígidos e, conseqüentemente, menos frágeis. Entretanto, se a face de contato da ferramenta excede os 180 °C em trabalho, a resina deve continuar seu processo de cura, modificando as propriedades dessa ferramenta.

4.4. Análise térmica por DMTA

A Tabela 12 apresenta um resumo dos resultados das análises dinâmico-mecânicas. Todas as composições possuem um evento termo-mecânico em torno dos 230°C, o que está relacionado à transição vítrea da resina curada. Isso significa

que acima dessa temperatura a resina fenólica tende a perder muito em suas propriedades mecânicas, ou seja, o calor gerado pelo atrito pode danificar a ferramenta abrasiva, comprometendo sua estrutura e integridade física caso esta temperatura seja excedida, limitando assim a temperatura de trabalho do rebolo.

Figura 20 - Gráfico mostrando o módulo de armazenamento (E'), o módulo de perda (E'') e a tangente de perda ($\tan \delta$).

Fonte: Arquivo pessoal.

Tabela 12 - Valores das temperaturas de transição vítrea das composições obtidas por DMTA.

Composição	T_g (°C)
A-24	232,0
C-24	237,5
CA-24	258,8
A-60	238,2
C-60	230,0
CA-60	231,7

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 21 – Gráfico comparativo dos valores de temperaturas de transição vítrea das composições.

Fonte: Arquivo pessoal.

4.5. Análise estrutural por picnometria de gás hélio

A Tabela 13 apresenta os valores de densidade real dos corpos-de-prova de cada composição obtidos por picnometria de hélio. Comparando-se os valores de densidade real formulados na Tabela 8, é possível notar uma grande similaridade, o que indica que a pesagem dos componentes foi em grande parte acertiva e eficiente.

Tabela 13 - Densidade dos corpos-de-prova obtida por picnometria de hélio.

Composição	Densidade verdadeira
A-24	3,03
C-24	2,60
CA-24	2,85
A-60	2,53
C-60	2,51
CA-60	2,82

Fonte: Arquivo pessoal.

4.6. Análise estrutural por porosimetria de mercúrio

Através dos resultados da análise de porosimetria (Tabela 14) pode-se constatar que apenas as composições com grãos #60 possuem volume de poros correspondente ao da formulação. As composições com grãos #24 apresentam apenas metade do esperado. De acordo com NUSSBAUM, 1988, para evitar variações dessa natureza, a prensagem deve ser feita respeitando-se o volume final, independente da carga aplicada. Baseando-se nisso, acredita-se que uma sobrecarga de prensagem, não aferida durante o processo, seja a causa da disparidade nos resultados.

A diminuição na quantidade de poros dessas ferramentas faz com que o metal da peça-obra fique empastado com mais facilidade na face de trabalho da ferramenta, fazendo com que estas percam o poder de corte mais rapidamente, demandando paradas para manutenção e dressagens com mais frequência.

Ao contrário do valor calculado, as composições mais porosas apresentaram resistência mecânica maior em relação às composições com menor volume de poros. O resultado contraditório pode ter surgido devido à influência preponderante de outros parâmetros sobre os valores finais de resistência mecânica do compósito, como a granulometria e a ancoragem dos grãos na matriz.

Tabela 14 - Porosidade dos corpos-de-prova obtida por porosimetria de mercúrio.

Composição	Porosidade total (%)
A-24	9,98
C-24	5,08
CA-24	9,14
A-60	16,55
C-60	17,52
CA-60	20,38

Fonte: Arquivo pessoal.

4.7. Análise estrutural por MEV

As Figura 22 a Figura 33 apresentam as superfícies de fratura dos corpos-de-prova ensaiados em flexão e impacto. Existe uma similaridade nas

características da superfície de fratura de amostras de mesma composição e rompidas com taxas de deformação diferentes, o que indica que a matriz resinoide reage da mesma forma a ambas solicitações mecânicas.

Não é possível identificar se houve rupturas transgranulares, uma vez que os grãos abrasivos são produzidos através um processo de cominuição de alta energia e fratura frágil. Mas pode-se inferir que em todas as situações há o descolamento e exposição de faces dos grãos, indicando que a interface é uma região de menor resistência mecânica.

Figura 22 - Micrografias da superfície de fratura das amostras A-24, fraturadas em flexão: (a) varredura em modo SE e (b) varredura em modo BSD. Magnificação de 100X.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 23 - Micrografias da superfície de fratura das amostras A-24, fraturadas em impacto: (a) varredura em modo SE e (b) varredura em modo BSD. Magnificação de 100 X.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 24 - Micrografias da superfície de fratura das amostras C-24, fraturadas em flexão: (a) varredura em modo SE e (b) varredura em modo BSD. Magnificação de 100 X.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 25 - Micrografias da superfície de fratura das amostras C-24, fraturadas em impacto: (a) varredura em modo SE e (b) varredura em modo BSD. Magnificação de 100 X.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 26 - Micrografias da superfície de fratura das amostras CA-24, fraturadas em flexão: (a) varredura em modo SE e (b) varredura em modo BSD. Magnificação de 100 X.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 27 - Micrografias da superfície de fratura das amostras CA-24, fraturadas em impacto: (a) varredura em modo SE e (b) varredura em modo BSD. Magnificação de 100 X.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 28 - Micrografias da superfície de fratura das amostras A-60, fraturadas em flexão: (a) varredura em modo SE e (b) varredura em modo BSD. Magnificação de 200 X.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 29 - Micrografias da superfície de fratura das amostras A-60, fraturadas em impacto: (a) varredura em modo SE e (b) varredura em modo BSD. Magnificação de 200 X.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 30 - Micrografias da superfície de fratura das amostras C-60, fraturadas em flexão: (a) varredura em modo SE e (b) varredura em modo BSD. Magnificação de 200 X.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 31 - Micrografias da superfície de fratura das amostras C-60, fraturadas em impacto: (a) varredura em modo SE e (b) varredura em modo BSD. Magnificação de 200 X.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 32 - Micrografias da superfície de fratura das amostras CA-60, fraturadas em flexão: (a) varredura em modo SE e (b) varredura em modo BSD. Magnificação de 200 X.

Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 33 - Micrografias da superfície de fratura das amostras CA-60, fraturadas em impacto: (a) varredura em modo SE e (b) varredura em modo BSD. Magnificação de 200 X.

Fonte: Arquivo pessoal.

5. CONCLUSÃO

Neste trabalho foi realizada a investigação sistemática sobre a fabricação de compósitos de abrasivos visando o estudo da influência da sua composição, tipo de grão, ligante, tratamento térmico; e sobre suas propriedades mecânicas, tais como resistência à tração e resistência ao impacto; e propriedades térmicas, como temperatura de transição vítrea e módulo elástico.

Este estudo foi feito com compósitos de matriz polimérica, constituídos de uma matriz de resina fenólica (novolaca e resol) e carga particulada de carbetto de silício e alumina marrom. Os resultados apontam que a carga particulada de granulometria mais fina mantém mais elevada a resistência mecânica à flexão e ao impacto da matriz, sendo, portanto, mais adequada para aplicações em ferramentas abrasivas de alto desempenho.

A temperatura de transição vítrea foi praticamente a mesma para todas as composições, uma vez que foram produzidas com as mesmas resinas e curadas com o mesmo tratamento térmico. Entretanto, foi necessário determiná-la através do ensaio dinâmico-mecânico, tendo em vista que a técnica de calorimetria exploratória diferencial não foi adequada para aferir este parâmetro, que define a temperatura máxima de trabalho do compósito abrasivo.

Mostrou-se desnecessário o tratamento térmico composto por múltiplas isoterma, tendo em vista que há apenas três principais etapas que determinam a cura do rebolo. Elas se dão essencialmente nas temperaturas (1) de até 85 °C, em que é realizada a secagem da resina; (2) em 100 a 120 °C, em que se processa a polimerização da resina; e (3) entre 150 e 180 °C, para fazer o endurecimento do compósito final. Também poderia ser substituído, sem maiores problemas, por uma taxa de aquecimento mais lenta, mantendo tempos maiores de ação do calor apenas nas temperaturas em que ocorrem os eventos térmicos apreciados.

Com isso, finalmente, foi possível compor este estudo dos parâmetros de fabricação e verificar os efeitos da variação da composição dos grãos e de sua interação com a matriz sobre as propriedades dos compósitos, para estendê-lo às características resultantes dos abrasivos de liga.

6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Apesar de terem uma estrutura com maior porcentagem de poros e maior área de interfaces, as amostras com grãos menores mostraram ser mais resistentes mecanicamente. Em função disso, pode-se fazer um estudo de compósitos produzidos com uma blenda de diferentes tamanhos de grão para se observar tanto seu efeito sobre a ancoragem dos grãos na matriz quanto sobre as propriedades mecânicas finais.

Novas formulações próximas ao limite superior da quantidade de ligante do ternário grão-ligante-poro também podem ser testadas, esperando-se que possivelmente terão um maior desempenho em relação à velocidade angular máxima de trabalho.

A ancoragem grão-matriz pode ser explorada de forma mais ampla, avaliando a forma como interagem diferentes tipos de resinas e os materiais mais usados como grãos abrasivos. Além disso, o estudo pode abordar a ação de acopladores, substâncias com ação de otimizar a resistência mecânica das interfaces.

Finalmente, para complementar este trabalho, os compósitos podem ser submetidos a um teste de desempenho dinâmico, para se avaliar a capacidade de desgaste destes materiais.

REFERÊNCIAS

1. LEVY NETO, F.; PARDINI, L. C. **Compósitos estruturais: ciência e tecnologia**. 1. ed., São Paulo: Edgard Blücher, 2006.
2. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CERÂMICA. Abrasivos - considerações gerais. **Associação Brasileira de Cerâmica**, 2011. Disponível em: <<http://www.abceram.org.br/site/?area=35>>. Acesso em: 09 Abril 2013.
3. NUSSBAUM, G. C. **Rebolos & abrasivos: tecnologia básica**. São Paulo: Ícone Editora Ltda., 1988. v. 2.
4. FERRARESI, D. **Usinagem dos metais**. São Paulo: Editora Edgard Blücher Ltda., 1970.
5. STEMMER, C. E. **Ferramentas de corte II: brocas, alargadores, ferramentas de roscar, fresas, brochas, rebolos e abrasivos**. 2. ed., Florianópolis: Editora da UFSC, 1995.
6. SAMULEWSKI, G. **Otimização do processo de retificação de peças prismáticas**. Curitiba: Centro Universitário Positivo, 2006. 55p. Trabalho de conclusão de curso (Graduação em Engenharia Mecânica) - Setor de Ciências Exatas e Tecnológicas, Centro Universitário Positivo, Curitiba, Paraná, 2006.
7. SAINT-GOBAIN ABRASIVOS. **Abrasivos**. Saint-Gobain Abrasivos. Disponível em: <www.sgabrasivos.com.br/abrasivos.aspx>. Acesso em: 02 Agosto 2013.
8. MICCOLI, W. R. V. **Sistematização das metodologias atuais de gerenciamento de projetos nas indústrias de grande porte de Curitiba: um estudo de multi-casos**. Curitiba: Univesidade Federal do Paraná, 2004. 153p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Setor de Tecnologia, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, Paraná, 2004.
9. MALKIN, S.; GUO, C. **Grinding Technology: theory and application of machining with abrasives**, 2. ed., New York: Industrial Press Inc., 2008.
10. JACKSON, M. J.; HITCHINER, M. P. Abrasive tools and bonding systems. In: JACKSON, M. J.; DAVIM, J. P. **Machining with Abrasives**. New York: Springer Science+Business Media, 2011. cap. 1.
11. STARRETT INDÚSTRIA E COMÉRCIO. **Discos Abrasivos (Geral)**. Starrett Indústria e Comércio Ltda, 2011. Disponível em:

<http://www.starrett.com.br/discosdecorte/lit_discos_geral.html>. Acesso em: 22 Maio 2013.

12. GARDZIELLA, A.; PILATO, L.; KNOP, A. **Phenolic resins: chemistry, applications, standardization, safety and ecology**. Berlin: Springer, 1999.
13. WANDERLEY, B. L. **Síntese e caracterização de nanocompósitos de fenol-formaldeído reforçados com argila montmorilonita**. Lorena: EEL-USP, 2010. 111p. Dissertação (Mestrado em Ciências) - Departamento de Engenharia Química, Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo. Lorena, São Paulo, 2010.
14. ASTM INTERNATIONAL. **Standard test methods for flexural properties of unreinforced and reinforced plastics and electrical insulating materials**. West Conshohocken: ASTM International, 2007.
15. ASTM INTERNATIONAL. **Standard test method for determining the Charpy impact resistance of notched specimens of plastics**. West Conshohocken: ASTM International, 2008.
16. ASTM INTERNATIONAL. **Standard test methods for determining the Izod pendulum impact resistance of plastics**. West Conshohocken: ASTM International, 2006.
17. TURI, E. A. **Thermal characterization of polymeric materials**. 2. ed. San Diego: Academic Press, 1977.
18. MENARD, K. P. **Dynamic mechanical analysis: a practical introduction**. Boca Raton: CRC Press, 1999.
19. MOURA, M. J.; FIGUEREDO, M. M. **Aplicação das técnicas de picnometria de gás e de porosimetria de mercúrio à caracterização da madeira de *E. Globulus***. Silva Lusitana, vol. 10, nº 2, pp. 207 - 216, Junho 2002.