



Universidade de Aveiro
2021

**Miguel Ângelo
Pata Garcez**

**Otimização da deposição em abrasivos
flexíveis de elevado desempenho**



Universidade de Aveiro
2021

**Miguel Ângelo
Pata Garcez**

**Otimização da deposição em abrasivos
flexíveis de elevado desempenho**

Relatório de projeto apresentado à Universidade de Aveiro para cumprimento dos requisitos necessários à obtenção do grau de Mestre em Engenharia de Materiais, realizado sob a orientação científica da Prof. Doutora Paula Maria Lousada Silveirinha Vilarinho, Professora Associada do Departamento de Engenharia de Materiais e Cerâmica da Universidade de Aveiro, coorientação do Doutor Oleksandr Tkach, Investigador do Departamento de Engenharia de Materiais e Cerâmica da Universidade de Aveiro e supervisão de projeto por parte do Engenheiro João Castro da empresa Indasa, S.A.

O júri

Presidente

Prof. Doutor Joaquim Manuel Vieira

Professor Catedrático, Universidade de Aveiro

Doutor João Carlos de Castro Abrantes

Professor Coordenador, Instituto Politécnico de Viana do Castelo

Prof.^a Doutora Paula Maria Lousada Silveirinha Vilarinho

Professora Associada, Universidade de Aveiro

Agradecimentos

Todo o trabalho realizado neste projeto não tem apenas dedicação e esforço de uma só pessoa. São vários os contributos de variadas pessoas que merecem a sua importância. Primeiramente não podia deixar uma palavra de agradecimento a ambos os meus orientadores por todo o apoio que me deram durante todo o projeto. Como não poderia deixar de o fazer também, o Eng. João Castro, supervisor industrial, por todo o apoio e disponibilidade concedida ao longo de todo o estudo.

Agradeço à INDASA por mais uma oportunidade dada de trabalhar a seu lado na realização de mais um projeto na sua unidade industrial, e a todas as pessoas que dela fazem parte e de alguma forma me transmitiram conhecimentos.

À Universidade de Aveiro, por me dar condições para realizar este trabalho, e em especial a todo o STAFF do DEMAC. Pessoalmente, à Eng. Ana Ribeiro, Eng. Célia Miranda, Eng. Artur Sarabando, Eng^a. Marta Ferro, Eng. Tiago Silva.

Ao Dr. Jeff Sales, Dr. Manuel Graça e Dr. Luís Costa pela disponibilidade na utilização e empréstimo dos seus equipamentos.

Aos meus colegas de laboratório, por todo o apoio e abertura para me ajudar em tudo o que necessário, em especial ao Ricardo Serrazina e ao Rui Pinho.

A todos os amigos que tive a oportunidade de conhecer ao longo desta formação académica.

Um agradecimento enorme aos meus pais que muito esforçadamente me concederam esta chance de concluir o grau de mestrado e sempre me apoiaram nas minhas decisões.

Uma gratidão enorme à minha namorada e companheira de todas as horas, que me apoio e ajudou em todos os bons e maus momentos deste projeto.

Palavras-Chave Abrasivos, isolador do cilindro terra, tapete transportador, humidade, temperatura, cargas superficiais, copos de Faraday

Resumo O presente trabalho é um projeto curricular no âmbito do Mestrado Integrado em Engenharia de Materiais da Universidade de Aveiro e realizado em colaboração com a INDASA - Indústria de Abrasivos, SA, situada em Aveiro, produtora de abrasivos flexíveis de alto desempenho. O objetivo principal deste trabalho é contribuir para a otimização da deposição de pós abrasivos. A produção dos abrasivos inclui várias etapas de fabricação, desde os rolos de substrato inicial até ao produto final pronto a ser expedido, passando pela deposição das resinas e do abrasivo no respetivo substrato. Etapa que se reveste de importância fundamental, até à maquinação destes na forma desejada. O foco do presente estudo está na etapa de deposição do pó abrasivo no substrato (neste caso papel), que é industrialmente realizada no eletroestado. Por deposição electroestática, na qual um campo elétrico entre placas metálicas garante que as partículas do abrasivo são defletidas para as placas, ocorre a sua deposição sobre o referido substrato. Para a otimização do processo, é essencial conhecer as variáveis que influenciam a deposição, designadamente, as características químico físicas de abrasivos de alumina (Al_2O_3) e carboneto de silício (SiC), as suas propriedades de superfície e o efeito das condições de operação (por exemplo humidade e campo elétrico), que condicionam a qualidade da deposição. Aspetos estes não sistematicamente conhecidos pela INDASA SA. Assim, para a quantificação das cargas superficiais dos abrasivos foi especificamente desenvolvido neste trabalho um equipamento de Copos de Faraday. Juntamente com o conhecimento da resistividade elétrica e cargas superficiais dos referidos pós, verificou-se que a alteração do meio em que as partículas são inseridas afeta marcadamente as características elétricas dos referidos pós abrasivos.

A carga elétrica de superfície e a resistividade destes pós abrasivos é dependente da granulometria média do pó, da humidade e da polarização, no entanto esta variação não é linear. A presença da humidade afeta marcadamente o seu comportamento elétrico, em alguns casos com efeito mais relevante do que a polarização por descarga elétrica. Para ambos os abrasivos SiC e Al₂O₃, o tamanho médio de partícula intermédio (60-63 µm) revela, de um modo geral, valores de carga superficial mais elevados e a maior dependência da humidade e campo elétrico. A resistividade elétrica dos pós de Al₂O₃ é várias ordens de grandeza superior à dos pós de SiC, no entanto as cargas elétricas superficiais na Al₂O₃ são pelos menos duas vezes superiores às dos pós de SiC e muito mais dependentes da humidade. Estes resultados irão permitir otimizar o processo de deposição por sua adequação ao abrasivo em causa, sua granulometria e condições ambientais.

Paralelamente, demonstrou-se também que o comportamento dielétrico do material utilizado como isolador do cilindro terra não é influenciado pelo campo elétrico ao longo do tempo, ou seja, não sofre envelhecimento notório das suas propriedades. Porém, em relação ao tapete transportador, a presença de pó abrasivo na sua matriz mostra que, com o tempo de utilização, ocorre uma degradação física do mesmo, que vai influenciar a qualidade da deposição do abrasivo.

Keywords

Abrasives, ground cylinder insulator, conveyor belt, humidity, temperature, surface charges, faraday cups

Abstract

The present work is a curricular project within the scope of the Integrated Master in Materials Engineering at the University of Aveiro and carried out in collaboration with INDASA - Indústria de Abrasivos, SA, based in Aveiro, producer of high-performance flexible abrasives. The main objective of this work is to contribute to the optimization of the deposition of abrasive powders. The production of abrasives comprises several manufacturing steps, from the initial rolls of the substrate to the final product ready for shipment, through the deposition of resins and abrasives on the respective substrate. This step is of fundamental importance, until its machining in the desired form. The focus of the present study is on the deposition of abrasive dust on the substrate (in the case of paper), which is done industrially in the electrostat. By electrostatic deposition, in which an electric field between the metal plates ensures that the abrasive particles are deflected on the plates, it is deposited on the said substrate. In order to optimize the process, it is essential to know the variables that influence deposition, namely, the physical and chemical characteristics of the alumina (Al_2O_3) and silicon carbide (SiC) abrasives, their surface properties, and the effect of operating conditions (for example, humidity and electric field), which affect the quality of deposition. These aspects are not systematically known to INDASA SA. Thus, for the quantification of surface abrasive loads, a Faraday Cup equipment was developed, specifically in this work. Together with the knowledge of the electrical resistivity and the surface charges of said powders, it was found that the change in the medium in which the particles are inserted markedly affects the electrical characteristics of said abrasive powders. The surface electrical charge and resistivity of these abrasive powders depend on the average particle size of the powder, humidity and polarization, but this variation is not linear.

The presence of humidity has a marked effect on its electrical behavior, in some cases with a more relevant effect than polarization by electrical discharge. For SiC and Al₂O₃ abrasives, the average intermediate particle size (60-63 μm) reveals, in general, higher surface load values and greater dependence on moisture and the electric field. The electrical resistivity of Al₂O₃ powders is several orders of magnitude greater than that of SiC powders, however, the electrical surface charges in Al₂O₃ are at least two times higher than those of SiC powders and much more dependent on moisture. These results will allow to optimize the deposition process due to its suitability for the abrasive in question, its granulometry and environmental conditions.

At the same time, it was also demonstrated that the dielectric behavior of the material used as an insulator for the earth cylinder is not influenced by the electric field over time, that is, it does not suffer a noticeable aging of its properties. However, in relation to the conveyor belt, the presence of abrasive powder in its matrix shows that, over time, its physical degradation occurs, which will influence the quality of the abrasive deposition.

Índice

1. INTRODUÇÃO	1
1.1 INDASA.....	3
1.2 PROCESSO DE FABRICO DE ABRASIVOS FLEXÍVEIS.....	5
1.3 OS MATERIAIS ABRASIVOS	11
1.4 O ÓXIDO DE ALUMÍNIO	13
1.5 O CARBONETO DE SILÍCIO	17
1.6 PROCESSO DE DEPOSIÇÃO DE ABRASIVOS.....	20
1.7 O PROBLEMA.....	25
2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.....	27
2.1 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	28
2.2 POTENCIAL ZETA.....	28
2.3 RESISTIVIDADE ELÉTRICA.....	29
2.4 MICROSCOPIA ELETRÓNICA DE VARRIMENTO	31
2.5 DIFRAÇÃO RAIO-X	33
2.6 TÉCNICA DE BRUNAUER, EMMER TELLER (BET).....	34
2.7 ESPETROSCOPIA DE INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)	36
2.8 ESPECTROSCOPIA DE FOTOELETRÕES EXCITADOS POR RAIOS X (XPS) 37	
2.9 PERMITIVIDADE RELATIVA	37
2.10 CARACTERIZAÇÃO I-V	42
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	43
3.1 CARACTERIZAÇÃO DOS ABRASIVOS.....	44
3.1.1 <i>Desenvolvimento dos Copos de Faraday</i>	44
3.1.2 <i>Caracterização elétrica e electrostática de abrasivos</i>	50
3.1.2.1 <i>Caracterização estrutural e morfológica</i>	51

3.1.2.2	Caracterização elétrica e electroestática dos abrasivos	56
3.1.2.3	Caracterização química	63
3.2	ISOLADOR DO CILINDRO TERRA E TAPETES TRANSPORTADORES....	67
3.2.1	<i>Caraterização estrutural e elétrica do isoladores do cilindro terra</i>	68
3.2.2	<i>Caracterização estrutural e elétrica dos tapetes transportadores (atual e novo)</i>	75
4.	CONCLUSÕES	82
5.	BIBLIOGRAFIA.....	85

Índice de Figuras

Figura 1 - Demonstração de alguns exemplares de produtos INDASA. a) HT Line; b) Red Line; c) Plus Line; d) White Line; e) Heavy line [3]	4
Figura 2 - Representação esquemática do processo de fabrico dos abrasivos. 3	
Figura 3 - Reconstrução 3D da estrutura básica e componentes principais do electroestato usado pela INDASA; Elementos constituintes: funil (cinza), tapete transportador (azul), grão de abrasivo (preto), substrato (castanho), cilindro terra (laranja) e elétrodo (verde)	10
Figura 4 - Diferentes aplicações do óxido de alumínio. (adaptado da ref. [11]).	14
Figura 5 - Estrutura cristalina representativa do óxido de alumínio, de α -Al ₂ O ₃ (CORUNDUM) utilizado nos abrasivos. [14].....	16
Figura 6 - Diagrama representativo das diversas aplicações do carboneto de silício (SiC).	18
Figura 7 - Estruturas cristalinas mais relevantes do carboneto de silício; Imagens a): estrutura cúbica (β -SiC (3C)); imagem b): estrutura hexagonal (SiC (4H)); Imagem c): estrutura hexagonal (SiC (6H)). [21].....	19
Figura 8 - Componentes do electrostato utilizado pela INDASA. (1) - Grãos de abrasivo; (2) - Funil; (3)-Tapete transportador; (4)- Suporte com cola aplicada; (5)-elétrodo principal; (6)-cilindro terra.	22
Figura 9 - Estrutura e construção de um dos tapetes usados no electroestato da INDASA. a) tapete Verde; b) tapete Branco. Numeração das várias camadas: 1) superfície; 2) matrix; 3) fibras;	23
Figura 10 - Organograma representativo do procedimento experimental	28
Figura 11 - Representação da formação da camada de Stern na análise do potencial zeta; [24]	29
Figura 12 - Dispositivo utilizado na medição da resistividade; constituído por 3 componentes: dois elétrodos (punção metálico e um elétrodo ligado ao cabo) e um tubo de teflon;.....	30
Figura 13 - SEM Hitachi S-4100 presente no Demac.....	32
Figura 14 - Esquema de operação da técnica de análise de difração raio-x...	34

Figura 15 - Representação da colocação dos elétrodos nas amostras de borracha	39
Figura 16 - Esquema das zonas de onde foram retiradas amostras de tapete para se obter as secções Lateral e Central.....	40
Figura 17 - - Representação esquemática do princípio de funcionamento de um Copo de Faraday (adaptado da ref. [49])	47
Figura 18 - O Copo de Faraday desenvolvido neste trabalho para quantificação das cargas elétricas superficiais de pós de abrasivos. Imagem da esquerda, apresenta os três copos em separado, dois de aço inoxidável e um de teflon, que em conjunto formam o Copo de Faraday como ilustrado na imagem da direita.	48
Figura 19 - Esquema representativo do funcionamento das medições das cargas superficiais utilizando o copo de Faraday.	49
Figura 20 - Difractogramas de XRD Al_2O_3 (a) de SiC (b) com a designação FEPA P1200 (azul), P320 (vermelho) e P120 (verde). As imagens inseridas ilustram a estrutura cristalina da Al_2O_3 (corundum) e de SiC (polimorfos 4H e 6H). Os picos marcados por 4 e 6 nas linhas de XRD correspondem, respetivamente, às fases 4H e 6H de SiC.	52
Figura 21 - Micrografias de SEM de Al_2O_3 (esquerda) e SiC (direita) dos padrões P1200 (topo), P320 (meio) e P120 (baixo).....	53
Figura 22 - Figura a) e b): Distribuição do tamanho de partícula de SiC (a) e Al_2O_3 (b) das designações FEPA P1200 (azul), P320 (vermelho) e P120 (verde) juntamente com o seu tamanho médio de partícula. Figura c) e d): zoom do gráfico na região entre $0,1\mu m$ e $1\mu m$	55
Figura 23 - Potencial Zeta de SiC P1200 (triângulos abertos), SiC P320 (triângulos sólidos), Al_2O_3 P1200 (círculos abertos) e Al_2O_3 P320 (quadrados sólidos) em função da variação do pH.	57
Figura 24 - Resistividade de SiC (cima) e Al_2O_3 (baixo) em função do tamanho de partícula para pó virgem (quadrado sólido), seco (círculos abertos) e húmido (diamante sólido).....	59
Figura 25 - Cargas superficiais de pós de SiC (verde) e Al_2O_3 (azul) sem qualquer tratamento (designados por virgens) para as granulometrias P120,	

P320 e P1200 virgem (sem tratamento), determinadas por Copos de Faraday.	60
Figura 26 - Cargas superficiais em função da humidade dos pós de SiC (cima) e Al ₂ O ₃ (baixo) de P1200 (triângulos sólidos), P320 (círculos abertos) e P120 (quadrados abertos), determinadas por Copos de Faraday.....	62
Figura 27 - Cargas superficiais de Al ₂ O ₃ (quadrado azul) e SiC (triângulo verde) em função da humidade quando previamente foi aplicada uma descarga eléctrica de valor 8,5 kV, determinadas por Copos de Faraday.	63
Figura 28 - Espectro de FTIR de Al ₂ O ₃ para as granulometrias P120 (cima), P320 (meio) e P1200 (baixo). Em cada espectro temos os estado das amostras em sem tratamento (vermelho), seco (preto) e húmida (azul).....	64
Figura 29 - Ampliação do espectro de FTIR de Al ₂ O ₃ para as granulometrias P120 (esquerda), P320 (meio) e P1200 (direita) na gama compreendida entre 2000-2600 cm ⁻¹ . Em cada espectro temos os estado das amostras em sem tratamento (vermelho), seco (preto) e húmida (azul)	65
Figura 30 - Espectro XPS para Al ₂ O ₃ nos diversos meios. Sem tratamento (vermelho); Seco (preto); Seco + húmido (azul); Seco + polarizado (verde); Seco + Húmido + polarizado (cinza).....	66
Figura 31 - Difractogramas de DRX das borrachas isoladoras nova (azul) e da usada (vermelho).	69
Figura 32 - Análise SEM-EDS das borracha isoladora: a) nova; b) usada.....	70
Figura 33 - Análise FTIR das borracha isoladora nova (vermelho) e da usada (azul).	72
Figura 34 - Permittividade relativa (a) e perda dieléctrica (b) das borrachas isoladoras nova (vermelho) e da usada (azul).....	73
Figura 35 - Variação da densidade de corrente eléctrica versus o campo eléctrico para as borrachas isoladora nova (vermelho) e da usada (azul), em que o declive corresponde à condutividade das amostras.	75
Figura 36 - Curvas da permittividade obtidas para as amostras do tapete original, comparando as secções central e lateral (a)). Curva das perdas dieléctricas obtida para as amostras do tapete atual, comparando as secções central e lateral (b)).	76

Figura 37 - Curvas da permitividade obtidas para os tapetes Verde e Branco (a)). Curvas das perdas dielétricas obtidas para os tapetes novos (Verde e Branco) (b)).	77
Figura 38 - Figura a): Curvas da permitividade registada para as amostras retiradas da camada superficial do tapete original. Figura b): Curva das perdas dielétricas da amostra retirada da camada superficial do tapete original.	79
Figura 39 - Curvas da permitividade registada para as amostras retiradas da camada central (matriz) do tapete original (a)). Curva das perdas dielétricas da amostra retirada da camada central (matriz) do tapete original (b))......	80
Figura 40 - Curvas da permitividade registada para as amostras retiradas da camada de tração (fibras) do tapete original (a)). Curva das perdas dielétricas da amostra retirada da camada de tração (fibras) do tapete original (b))......	81

Índice de Tabelas

Tabela 1 - Linhas de produto da INDASA e exemplos de empresas concorrentes	5
Tabela 2 - Aplicação dos abrasivos representada pela designação FEPA e o respectivo diâmetro médio de grão.	7
Tabela 3 -Estruturas cristalográficas e respectivos parâmetros de rede do óxido de alumínio. [17].....	16
Tabela 4 - Propriedades físico – químicas de SiC.....	19
Tabela 5 - Fichas técnicas dos tapetes transportadores Branco (tabela a)) e Verde (tabela b))	24
Tabela 6 - Forma do pó com o respectivo fator de forma e a fração de empacotamento.....	36
Tabela 7 - Imagens das diversas superfícies para os três diferentes tapetes (original, verde e branco), representando as amostras criadas para as análises.	41
Tabela 8 - Dados de tamanho médio de partícula.....	56
Tabela 9 - Modos de vibração presentes no espectro de FTIR de ambos os isoladores do cilindro terra.	72

Abreviaturas

Al ₂ O ₃	Óxido de alumínio
Alox SF	Óxido de alumínio semi-friável
A.C.	Antes de Cristo
BE	Energia de ligação
BET	Brunauer, Emmet and Teller
d50	50% das partícula têm tamanho menor que o respetivo valor
FTIR	Espectroscopia de infravermelhos por transformada de Fourier
FEPA	Federação Europeia de Produtores de Abrasivos
HC	Hexagonal compacta
HV	Dureza de vickers
KE	Energia cinética do eletrão medido pelo espectrómetro
PET	Poliétileno tereftalato (poliéster)
PJ	Produção de Jumbos
PVC	Cloreto polivinílico
MEV	Microscópio eletrónico de varrimento
MEV-EDS	Espectroscopia de raios X por dispersão de energia
SiC	Carboneto de silício
ASE	Área de superfície específica
STP	Standard
TPU	Poliuretano termoplástico
DRX	Difração raio-X
XPS	Espectroscopia de fotoeletrões excitados por raios X

Símbolos

A	Área do eletrodo
C_{BET}	Constante
C_0	Capacitância do espaço livre,
C_p	Capacitor
C_f	Capacitância do eletrômetro
d	Espaçamento interplanar
d_s	Densidade teórica da amostra
$D_{eq.}$	Diâmetro equivalente
E	Campo elétrico
G_{BET}	Tamanho médio de partícula
h ν	Energia do fóton
I	Corrente elétrica
J	Densidade de corrente
K_{IC}	Tenacidade à fratura
nC	Nano Coulomb
N_A	Constante de Avogadro ($6,022 \times 10^{23}$)
Q	Carga superficial
R	Resistência
S	Área superficial
SF	Fator de forma da partícula
V	Volume de gás adsorvido
V_m	Volume de gás adsorvido em uma monocamada
V_0	Volume de uma mol de gás a temperatura e pressão standard
ϵ_r	Permitividade dielétrica relativa
ϵ_0	Permitividade dielétrica do vácuo ($8,854 \times 10^{-12}$ F/m)
ϵ'	Parte real da permitividade dielétrica
ϵ''	Parte imaginária da permitividade dielétrica
θ	Ângulo de difração
λ	Comprimento de onda
σ	Área de uma molécula de gás absorvido

Φ_s	Função de trabalho do espectrómetro
ω	Frequência angular
f	Frequência
ΔV	Tensão aplicada
ρ	Resistividade elétrica
ζ	Potencial zeta

1. Introdução

1.1 INDASA

"Em cada camiãõ que sai, em cada produto que chega aos mercados, nós também vamos lá dentro...vai um bocadinho de cada um de nós, do nosso trabalho."

- Fundador, Benjamim Pinho dos Santos [1]

A INDASA - Indústria de Abrasivos, SA, (doravante designada INDASA) situada em Aveiro e fundada em 1979, tem como base a produção de abrasivos flexíveis de elevado desempenho e sendo especializada no mercado da repintura automóvel. Devido à sua experiência industrial, comercial e estratégia pauta-se por produzir produtos adequados a diversos mercados com diferentes necessidades, apresentando-se nos mercados com sistemas de lixagem inovadores. Sendo uma empresa maioritariamente exportadora, detém uma ampla área de negócio em cerca de 100 países e em 8 deles tem filiais próprias, como em Espanha, França, Inglaterra, Alemanha, Polónia, Brasil, Estados Unidos da América e Itália (filial que arrancou em 2019). [2] Os constantes desenvolvimentos na produção e comercialização de abrasivos permitiram à empresa uma série de certificações reconhecidas mundialmente ao longo dos anos, o que culmina com uma melhoria da eficiência da lixagem e qualidade dos produtos lixados de diversas indústrias. Apesar de focada no sector automóvel, a gama alargada de produtos da INDASA abrange vários mercados, tais como a construção naval e compósitos, madeiras, construção civil e decoração, construção metálica.



Figura 1 - Demonstração de alguns exemplares de produtos INDASA. a) HT Line; b) Red Line; c) Plus Line; d) White Line; e) Heavy line [3]

Não obstante a produção ser focada nos abrasivos flexíveis de alto desempenho, a empresa contempla igualmente na sua lista de produtos, apresentada na figura 1 e tabela 1, uma ampla gama de ferramentas e acessórios, que complementam e potenciam a utilização dos seus abrasivos. [4]

Tabela 1 - Linhas de produto da INDASA e exemplos de empresas concorrentes

Empresa	Linhas de produto	Observações
Indasa	Heavy Line	-Lixagem agressiva -Sistema de fixação Rhynogrip -Elevado rendimento em substratos mais exigentes
	HT line	-Produto com elevado desempenho e consistência de acabamento -Sistema abrasivo com um tempo de vida superior
	Plus line	-Linha de produto com a presença, na sua constituição, de uma resina sintética modificada resistente ao calor que previne a queda do grão abrasivo -Aplicação na maioria da procura do mercado
	Red line	-Disponível nos variados formatos produzidos -Produzido com uma granulometria abrangente, desde preparação ao acabamento -Ampla variedade de aplicações
	White line	-Excelente performance, sendo eficiente e reutilizável -Aplicação na maioria da procura do mercado -Aplicável na maioria dos substratos
Empresas concorrentes		
3M	https://www.3m.com.pt/3M/pt_PT/empresa-pt/	[5]
Norton	https://www.nortonabrasives.com/pt-pt/abrasivos	[6]
Sia	https://www.siaabrasives.com/en-gb/product-finder	[7]

1.2 Processo de fabrico de abrasivos flexíveis

O abrasivo flexível, também chamado vulgarmente designado por lixa, é um material constituído por um suporte ou substrato (papel, tecido ou poliéster),

no qual é colado na sua superfície o material abrasivo. A sua função destina-se à abrasão de superfícies.

A produção deste produto segue padrões controlados de qualidade, na qual, a sua granulometria segue a norma FEPA (Federation of European Producers of Abrasives) [3], entre P12 e P5000, e que corresponde ao número de grãos de abrasivo por centímetro quadrado de suporte, o que significa que quanto maior por a norma FEPA, mais fina será a lixa e, conseqüentemente, menor será a abrasão provocada. Na Tabela 2 são descritas aplicações correspondentes a cada tamanho de abrasivo, bem como o seu tamanho médio de grão.

Tabela 2 - Aplicação dos abrasivos representada pela designação FEPA e o respetivo diâmetro médio de grão.

Observações	Designação FEPA	Diâmetro médio de grão (μm)
Remoção agressiva de material	P12	1815
	P16	1324
	P20	1000
	P24	764
	P30	642
	P36	538
Remoção média de material	P40	425
	P50	336
	P60	269
Remoção suave, em especial nas madeiras para preparação para acabamento	P80	201
	P100	162
Remoção de material, em especial nas madeiras para acabamento final	P120	125
	P150	100
	P180	82
Tratamento da superfície entre as pinturas	P220	68
	P240	59
	P280	52.2
	P320	46.2
Tratamento suave da superfície após pintura	P360	40.5
	P400	35.0
	P500	30.2
Tratamento final de superfícies após pintura	P600	25.8
	P800	21.8
	P1000	18.3
Acabamento final das superfícies	P1200	15.3
	P1500	12.6
	P2000	10.3
	P2500	8.4
	P3000	7
	P5000	5

A produção dos abrasivos flexíveis na INDASA inclui o conjunto de etapas que se descrevem de seguida e que se ilustram na Figura 2.

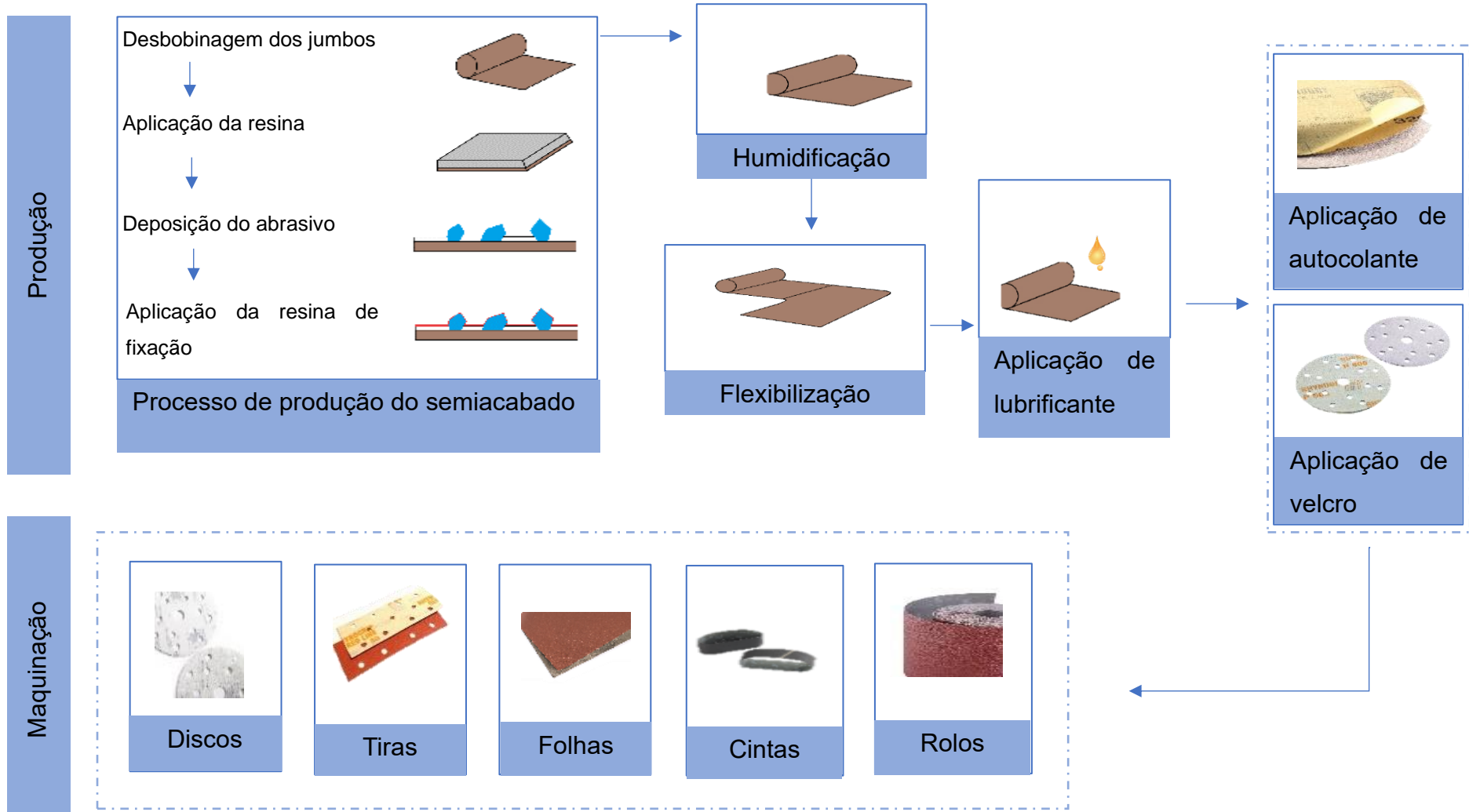


Figura 2 - Representação esquemática do processo de fabrico dos abrasivos.

O fabrico da lixa tem início nos equipamentos principais de produção, designados por máquinas de Produção de Jumbos (PJ's), em que *jumbos* é um termo utilizado no meio industrial (jargão da indústria dos abrasivos) e que se refere aos rolos de substrato onde é depositado o grão abrasivo. Nestes equipamentos são realizadas em contínuo diversas operações que têm como finalidade a obtenção de um produto semiacabado (substrato otimizado para a deposição do abrasivo). O processo inicia-se com um jumbo de filme, (substrato) que pode ser de papel kraft, latex, latex "waterproof" ou filmes de polietileno tereftalato (PET), sobre o qual será depositado o abrasivo. Numa primeira etapa é realizada a impressão na parte traseira do filme com o logótipo da empresa e características referentes ao abrasivo que está a ser produzido (como a granulometria da lixa e os respetivos dados de produção). A aplicação da cola, que permite a aderência das partículas de abrasivo ao filme, é a etapa seguinte. Assim, o substrato passa entre dois cilindros, em que o cilindro inferior é constantemente embebido em cola e que deixará uma camada de cola homogénea e fina na superfície do substrato. Durante este processo, como a cola se apresenta ainda no estado líquido, é feito, antes da deposição, um aquecimento deste substrato através de radiação de infravermelhos, conferindo-se a viscosidade adequada à cola. Segue-se uma das etapas mais importantes, que é a da deposição electrostática dos grãos de abrasivo sobre o substrato com cola. Esta operação de elevada importância para a qualidade do produto final, decorre no designado electroestato. Como observado na figura 3, o abrasivo é transportado numa tela e que, ao se aproximar da parte inferior do substrato com cola, por ação do campo elétrico, se desloca na sua direção, fixando-se à sua superfície.

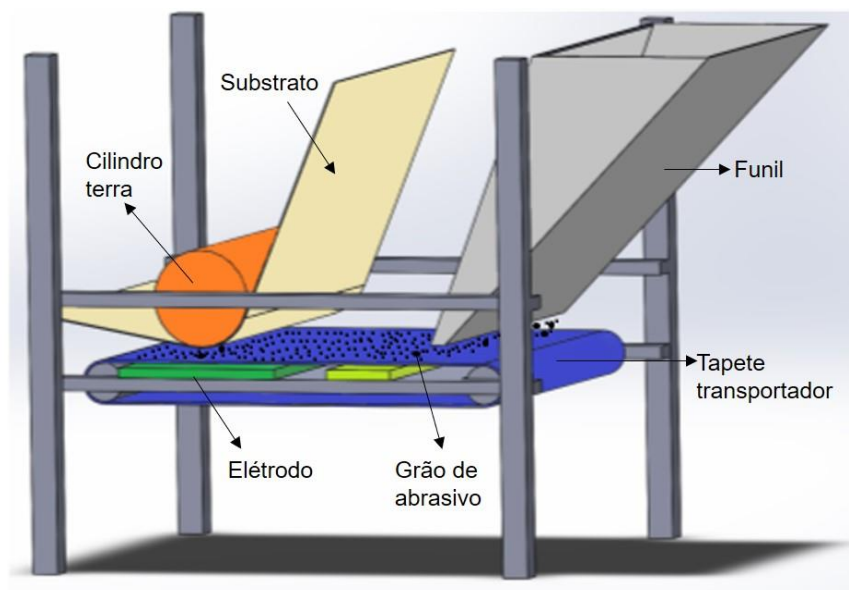


Figura 3 - Reconstrução 3D da estrutura básica e componentes principais do eletroestato usado pela INDASA; Elementos constituintes: funil (cinza), tapete transportador (azul), grão de abrasivo (preto), substrato (castanho), cilindro terra (laranja) e eléctrodo (verde)

Nesta fase, tem-se já um substrato com abrasivo, no entanto o produto ainda não está terminado. Segue-se a secagem da cola (com abrasivo) por aquecimento em forno, com variáveis controladas de temperatura e tempo. De seguida, é necessária a aplicação de uma segunda camada de resina sobre os grãos do abrasivo, que servirá para uma fixação final do abrasivo ao substrato. Os rolos de filmes (substratos) com abrasivos, agora designados por rolos de lixa, são guardados em armazém durante um certo período, designado de quarentena, para que sejam libertadas tensões mecânicas acumuladas ao longo das várias etapas do processo e se consolide a ligação entre substrato, resinas e abrasivo. Seguidamente, e antes de se passar à etapa final de maquinação nas suas diversas formas da lixa, o jumbo passa por mais quatro outros processos de fabrico, como o ilustrado na figura 2, designadamente: humedificação, flexibilização, aplicação de lubrificante e a colocação do velcro ou de um autocolante. Então, terminado o período de quarentena inicia-se o processo de humedificação, que consiste em repor a humidade do suporte perdida durante os períodos de polimerização das resinas. Finalizado este

processo, o rolo de lixa irá seguir novamente para um tempo de quarente para uma nova estabilização. As duas últimas etapas apenas serão realizadas consoante a aplicação do produto, ou seja, no caso do lubrificante é apenas aplicado quando a utilização da lixa se vai realizar a seco, o que permite um melhor uso pelo operador, enquanto que o velcro ou o autocolante serão para casos em que a aplicação final do abrasivo é com a utilização de máquinas.

De seguida virá a maquinação, que consiste no corte dos rolos de lixa nos diferentes formatos apresentados pela empresa, que podem variar entre triângulos, cintas, discos, tiras, folhas e rolos. Por fim, após a maquinação, serão embalados e posteriormente prosseguem para a expedição e assim chegar ao cliente.

1.3 Os materiais abrasivos

Por definição, 'An abrasive is a material, often a mineral, that is used to shape or finish a workpiece through rubbing which leads to part of the workpiece being worn away by friction. (...) In short, the ceramics which are used to cut, grind and polish other softer materials are known as abrasives.' (*Wikipédia, acedida em outubro de 2019*)

Os abrasivos são assim materiais que têm o propósito de remover material, de polir superfícies, alterar a forma / textura de superfícies ou das próprias dimensões do material / superfície. Para a aplicação em questão, os materiais utilizados para o processo de abrasão deverão forçosamente apresentar valores de dureza superiores ao da base onde serão utilizados. [8]

A história dos abrasivos data a períodos de há milhares de anos (A.C.). Descobertas arqueológicas demonstraram que no início do Paleolítico, mecanismos de abrasão eram utilizados na produção de pontas de lança e de machados, mas também na criação de esculturas. Descrever toda a história sobre a evolução dos abrasivos, é algo fora do contexto do atual trabalho, no entanto, de uma forma mais geral, os passos históricos mais importantes na "vida dos abrasivos" podem ser agrupados em 6 grandes períodos segundo a referência [9] e 7 períodos se considerarmos desenvolvimentos muito recentes:

- Período 1 (~18000 A.C.): utilização de abrasivos naturais
- Período 2 (1848-1891): aplicação de abrasivos duros fundidos
- Período 3 (1953-1955): introdução do abrasivos super duros
- Período 4 (final 1960): criação de abrasivos sintetizados
- Período 5 (1985): abrasivos microcristalinos
- Período 6 (2007-2008): abrasivos nano-cristalinos
- Período 7 (atualidade): “inteligência artificial” para “desenhar” o abrasivo ótimo para cada aplicação

Esta evolução tem sido mais acelerada desde a revolução industrial, e acompanhando este ritmo, a INDASA tem vindo a evoluir conjuntamente, pautando sempre a sua evolução com melhorias constantes e inovação no desempenho dos abrasivos e sistemas associados.

A INDASA utiliza três grandes tipos de materiais abrasivos: 1) o óxido de alumínio (Al_2O_3), 2) a mistura de zircónio e alumina ($\text{ZrO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$) na proporção mássica de 40/60, designado industrialmente por zircónio e 3) o carboneto de silício (SiC).

Os óxidos de alumínio são os mais amplamente usados nesta indústria. Dentro deste grupo de óxidos abrasivos a INDASA utiliza os seguintes:

- óxido de alumínio branco (ALODUR SWPL), obtido através da eletrofusão de Al_2O_3 , sendo um abrasivo muito duro e, maioritariamente, utilizado em granulometrias “grosseiras”, com tamanhos de grão compreendidos entre os 1815 - 68 μm e para processos de lixagem mais exigentes:

- óxido de alumínio semi-friável (Alox SF), obtido a partir da bauxite, é utilizado em toda a gama de granulometrias; são abrasivos com grande capacidade de corte por terem características friáveis, ou seja, durante um processo de lixagem vão quebrando e deixando nos grãos do abrasivo arestas aguçadas com elevada capacidade de corte; são muito utilizados na indústria e reparação automóvel, sendo também utilizados em outras aplicações industriais;

- e mais recentemente, o óxido de alumínio semi-friável (ALODUR BFRPL) com tratamento térmico, que não é mais do que o Alox SF referido anteriormente tratado termicamente para aumento da dureza dos grãos do

abrasivo. São em geral utilizados nas mesmas aplicações dos Alox SF, mas introduzidos em produtos de maior desempenho (Produtos Premium).

O carboneto de silício (SiC) é obtido através da eletrofusão de dióxido de silício com carbono (coque). É um material muito duro e friável. É essencialmente utilizado na lixagem de pedra, vidro, cerâmica, entre outros, mas também utilizado na repintura automóvel em granulometrias finas para acabamento.

O “zircônio”, composto de alumina e zircônia, é majoritariamente utilizado na lixagem de metais, principalmente, metais duros que geram localmente elevadas temperaturas durante os processos de lixagem, é, no entanto, também utilizados na repintura automóvel em granulometrias grossas, para lixagem das partes metálicas.

1.4 O óxido de alumínio

O químico francês Morveu, em 1786, designou o óxido de alumínio, Al_2O_3 com o termo alumina. De entre os diversos materiais cerâmicos utilizados na engenharia atual, os cerâmicos à base deste óxido são dos que revelam maior interesse e os responsáveis por grande parte do consumo atual de cerâmicos. [10]

A alumina possui uma gama ampla de utilizações e aplicações, como é possível observar no gráfico da Figura 6, em que cerca de 20% da sua utilização é em materiais abrasivos.

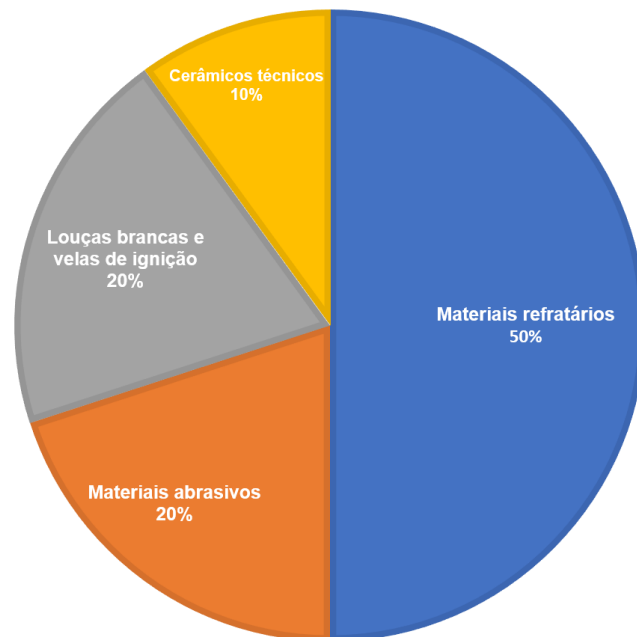


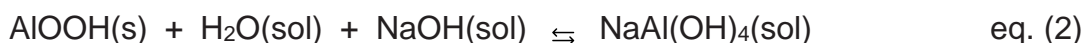
Figura 4 - Diferentes aplicações do óxido de alumínio. (adaptado da ref. [11]).

A ligação alumínio – oxigênio aparece maioritariamente em três compostos diferentes: o óxido de alumínio, Al_2O_3 e nos hidróxidos AlOOH e $\text{Al}(\text{OH})_3$. A fase cristalina $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, designado como o corundum, é a fase mais estável deste óxido. O hidróxido de alumínio (AlOOH), pode surgir como: diaspore ($\alpha\text{-AlOOH}$) ou boehmite ($\gamma\text{-AlOOH}$). E o trihidróxido de alumínio $\text{Al}(\text{OH})_3$ pode surgir como: bayerite ($\alpha\text{-Al}(\text{OH})_3$), gibbsite ($\gamma\text{-Al}(\text{OH})_3$) e nordstandite, simplesmente designada por $\text{Al}(\text{OH})_3$ [12] No mundo dos abrasivos, é o óxido de alumínio que é utilizado, designadamente $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ou corundum.

A fonte mineral natural mais vulgar para a síntese do óxido de alumínio é a bauxite ($\text{Al}_2\text{H}_2\text{O}_4$), que não é mais do que um óxido de alumínio hidratado, normalmente impuro que contém 45% a 60% de Al_2O_3 (sob a forma de hidróxidos de alumínio), 20% a 30% de óxido de ferro (Fe_2O_3) sendo o resto formado por óxidos de silício, de titânio e por água. [13]

A síntese mais comum de Al_2O_3 é a partir do processo de Bayer [14]. Neste processo é utilizado o hidróxido de sódio para dissolver e separar os hidróxidos dos restantes constituintes da bauxite, sendo necessário realizar este processo a uma temperatura de cerca de 285 °C e a uma pressão de 200 atm.

As reações químicas envolvidas no processo até à obtenção do produto final, são:



onde (s) se refere ao estado sólido e (sol) à solução. Após a obtenção de NaAl(OH)_4 , esta é separada das restantes impurezas sólidas, recorrendo a processos de sedimentação e filtração, arrefecendo-se a solução até uma temperatura de 55 °C. Por fim, o Al_2O_3 precipita da solução, com o auxílio de grãos de gibsite. Este óxido pode ter uma aplicação direta ou posteriormente pode ser ainda mais purificado através de novas precipitações. [15]

O óxido de alumínio semi-friável é obtido pela fusão do óxido de alumínio calcinado no forno elétrico de arco. O produto obtido é composto por grãos bem desenvolvidos, com uma forma alongada dos cristais de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, e é produzido pelo aquecimento, até temperaturas perto do ponto de fusão da alumina feita a partir da desidratação da gibsite. [16]

As características cristalográficas das diferentes fases da Al_2O_3 são apresentadas na seguinte tabela.

Tabela 3 -Estruturas cristalográficas e respectivos parâmetros de rede do óxido de alumínio. [17]

Fase	Estrutura Cristalográfica	Parâmetro de rede (Angströms)		
		a	b	c
alfa – α	Hexagonal	5,128	4,79	12,991
Chi – χ	Cúbica	7,95	7,95	7,95
Eta – η	Cúbica	7,90	7,90	7,90
Gamma – γ	Tetragonal	7,95	7,95	7,79
Delta δ	Tetragonal	7,96	7,96	23,47
I Iota	Ortorrômbica	7,73	7,78	2,92
Theta θ	Monoclínica	11,85	2,79	5,59
Kappa κ	Ortorrômbica	8,49	12,73	13,39

Como representado na Figura 5, esta fase tem uma estrutura cristalina hexagonal compacta (HC). [12][15]

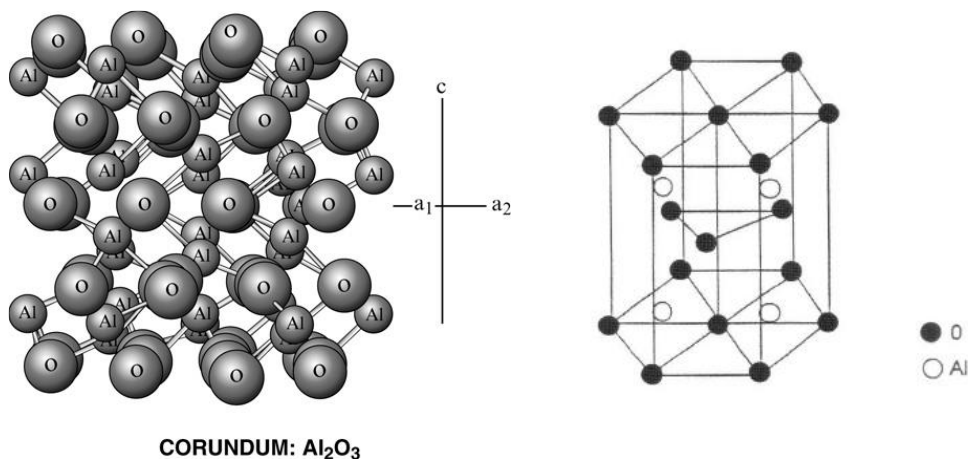


Figura 5 - Estrutura cristalina representativa do óxido de alumínio, de $\alpha-Al_2O_3$ (CORUNDUM) utilizado nos abrasivos. [14]

O óxido de alumínio é um dos óxidos cerâmicos de maior valor tecnológico devido às suas propriedades intrínsecas, como: elevada temperatura de fusão,

elevada estabilidade química e elevada dureza, o que lhe confere resistência á abrasão e desgaste.

O ponto de fusão do Al_2O_3 é de aproximadamente $2025\text{ }^\circ\text{C}$ (dependendo do seu grau de pureza). A capacidade calorífica, C , a elevadas temperaturas (a partir de $600\text{ }^\circ\text{C}$) é de $24,942\text{ J}/(\text{mol}\cdot\text{K})$. O coeficiente de expansão linear, tendo em consideração a estrutura cristalina hexagonal, é largamente dependente da direção em que é medido, sendo então uma característica anisotrópica. [17].

Relativamente às propriedades mecânicas o Al_2O_3 apresenta uma dureza de Vickers elevada, na gama de $\text{HV} = 1800 - 2200$. À pressão atmosférica, na presença da maioria dos reagentes químicos e elevadas temperaturas, tem uma elevada resistência à corrosão, estabilidade termodinâmica e resistência mecânica, mesmo a elevadas temperaturas (temperaturas entre os $1500\text{ }^\circ\text{C} - 1700\text{ }^\circ\text{C}$). No entanto, a alumina apresenta algumas propriedades que limitam a sua utilização em certas aplicações, tais como, a baixa deformação plástica para valores de temperatura inferiores a $1200\text{ }^\circ\text{C}$, a elevada sensibilidade ao choque térmico e mecânica e elevada tenacidade à fratura ($K_{\text{IC}} = 4\text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$). [17]

Devido às suas propriedades físico-químicas, nomeadamente, a resistência à temperatura e ao desgaste e dureza, a fase alfa ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) da alumina é utilizada para produção de abrasivos.

1.5 O carboneto de silício

O carboneto de silício, SiC , é conhecido como carborundum e, na sua forma sintética, é vulgarmente usado como abrasivo. O carbeto de silício (SiC) é um composto inorgânico formado a partir da ligação entre um átomo de silício e um átomo de carbono, com cerca de 80% de carácter de ligação covalente, com coordenação tetraédrica e massa específica de $3,20\text{ g}/\text{cm}^3$. Também ocorre na natureza na forma do mineral muito raro chamado moissanite. Apesar de ter sido descoberto na forma de mineral natural em 1893 por Henri Moissan, este composto já tinha sido produzido sinteticamente e patenteado, com o propósito de ser utilizado como abrasivo, desde 1891 por Edward Acheson [18]. A mistura

de carvão e sílica a elevadas temperaturas origina o composto SiC, segundo a reação:



com excelentes propriedades mecânicas e de abrasão e foi, desde cedo, considerado como um possível substituto do diamante em abrasivos e materiais de corte [19]. Estas características permitem ao SiC ter uma gama ampla de aplicações, como demonstrado no diagrama da Figura 6 [20].



Figura 6 - Diagrama representativo das diversas aplicações do carboneto de silício (SiC).

O SiC é muito resistente ao desgaste, quimicamente inerte a substâncias alcalinas e ácidas e possui refratariedade elevada. A sua densidade é baixa. Tem um coeficiente de expansão térmica baixo e, conseqüente, excelente resistência ao choque térmico. Algumas das suas propriedades físico-químicas são:

Tabela 4 - Propriedades físico – químicas de SiC.

Material	Propriedades	
SiC	Densidade	3,21 g/cm
	Dureza de Vickers	29 GPa
	Coeficiente de dilatação térmica	$5 \cdot 10^{-6} / K$
	Condutividade térmica	50 a 100 W / (m K)
	Resistência à temperatura	1500 ° C em ar 2,400 °C em atmosfera inerte
	Capacidade de calor específico	750 J / (kg K)

O SiC pode apresentar várias estruturas cristalinas, sendo as mais importantes a estrutura cúbica (β -SiC (3C)), e duas formas hexagonais (SiC (4H) e α -SiC (6H)). Estas estruturas cristalinas consistem em diferentes sequências de empacotamento dos átomos de silício e carbono [20].

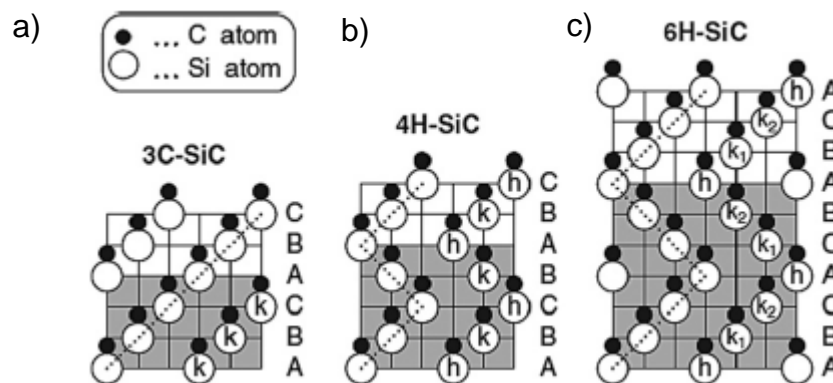


Figura 7 - Estruturas cristalinas mais relevantes do carboneto de silício; Imagens a): estrutura cúbica (β -SiC (3C)); imagem b): estrutura hexagonal (SiC (4H)); Imagem c): estrutura hexagonal (SiC (6H)). [21]

Existe uma variedade de processos de fabrico do SiC. As propriedades físico – químicas do SiC são dependentes do processo de fabrico e condições

de processamento e conseqüentemente, será possível preparar o material adequado à aplicação em vista. Para a aplicação em abrasivos o SiC deverá ter uma dureza de cerca de 9.5 na escala de Mohs e 2300 - 2600 de dureza de Vickers.

1.6 Processo de deposição de abrasivos

O foco deste projeto centra-se no processo de deposição de abrasivos no respetivo suporte utilizado na INDASA e que não é mais do que uma deposição eletrostática que se realiza no equipamento denominado de eletroestato, como atrás referido.

A deposição electroestática consiste em utilizar um campo electroestático gerado entre duas placas metálicas, para orientar partículas (carregadas ou não) em direção a um alvo específico. A deposição electroestática é frequentemente utilizada na indústria e a sua aplicação vai deste a indústria de materiais até à indústria farmacêutica, passando pela agricultura e purificação de ar ou águas.

O uso de um campo eletrostático para depositar grãos abrasivos a um suporte, para fabrico de produtos abrasivos é bem conhecido. A título de exemplo a patente norte americana, USPat.No.2.370.636 da Minnesota Mining and Manufacturing Company, divulgou já em 1945 o uso de um campo elétrico para controlar a orientação de grãos abrasivos, de modo a que a dimensão alongada dos grãos do abrasivo fosse preferencialmente verticalmente depositada em relação à superfície do suporte. Em sistemas eletrostáticos convencionais, as partículas abrasivas colocadas em correias transportadoras e os suportes passam por uma zona electrostaticamente carregada. O campo eletrostático gerado entre uma placa carregada (ligada a uma fonte de alta tensão) e uma placa ligada à terra, faz com que os grãos ou partículas do abrasivo sejam projetados para cima em direção à superfície voltada para baixo do substrato (revestido com cola ou adesivos). As partículas abrasivas deslocam-se assim maioritariamente verticalmente em relação ao substrato, sob a ação do campo elétrico e contra a gravidade.

A Figura 8 é uma representação, em vista lateral, da máquina de deposição utilizada na INDASA, o electroestado, com os respectivos componentes. Após a realização dos primeiros passos, anteriormente descritos, de preparação do substrato (passo 1 e 2 do processo de produção do semiacabado representado na figura 2), inicia-se a deposição dos grãos de abrasivo no respectivo suporte. O abrasivo (1) é introduzido no eletroestado através do sistema de funil (2), onde cai sobre o tapete de transporte (3) e é levado em direção ao elétrodo (5) e cilindro terra (6). Na região entre (5) e (6) é criado um campo elétrico, gerado por aplicação de uma voltagem elevada, a partir de uma fonte de potência (máxima de 100 kV). Os grãos dos abrasivo sob a ação deste campo, sofrem um processo de criação e reorganização das cargas elétricas na suas superfícies, levando a que estes sob a influência das linhas de campo elétrico sigam na direção de (6). Como o suporte (4), com cola anteriormente aplicada numa das faces, passa entre (5) e (6), o abrasivo vai aderir ao suporte, originando o produto já praticamente completo, com três camadas (o suporte, 1ª cola e abrasivo).

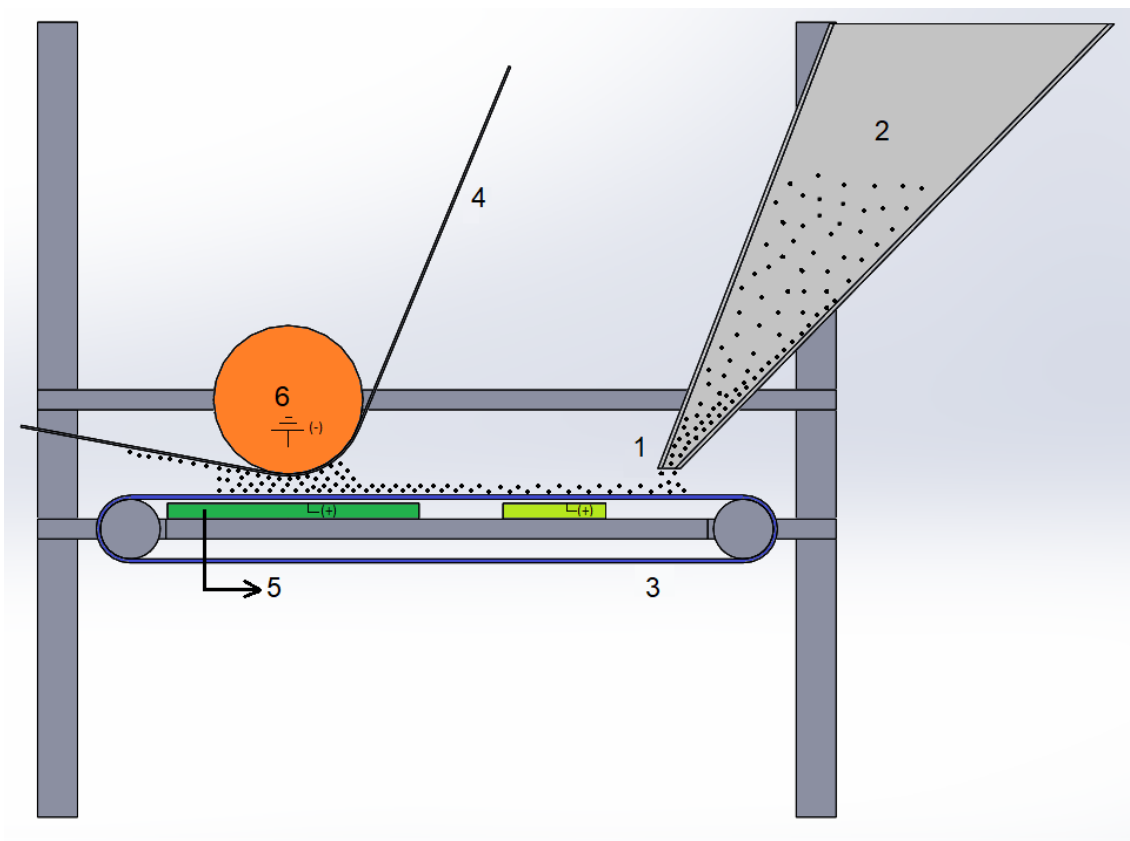


Figura 8 - Componentes do eletroestato utilizado pela INDASA. (1) - Grãos de abrasivo; (2) - Funil; (3)-Tapete transportador; (4)- Suporte com cola aplicada; (5)-elétrodo principal; (6)-cilindro terra.

É de salientar que no eletroestato existem diversas variáveis que, controladas no equipamento ou não, vão influenciar o processo de deposição dos grãos de abrasivo no respectivo substrato e, conseqüentemente, a qualidade do produto final. Dentro das atualmente controláveis no processo da INDASA, estão o tamanho médio dos grãos do abrasivo que está a ser depositado, a velocidade do tapete transportador, a distância entre o cilindro terra e o eletrodo e a intensidade do campo elétrico aplicado. Porém, existem outras variáveis, que se julga afetarem o processo e características de deposição também, que não são atualmente controladas e devidamente conhecidas no processo da INDASA, como é o caso do ambiente envolvente na zona de deposição, em que fatores como humidade e temperatura se vão alterando com o tempo, e que terão impacto na deposição.

Durante o processo de deposição existem grãos de abrasivo que não se depositam no suporte. Este facto está relacionado com diferentes aspetos do processo, como por exemplo: i) o excesso de abrasivo presente na superfície do suporte, que com a ajuda de um batedor mecânico, vai sendo removido; ii) outra causa pode estar relacionada com a insuficiente carga elétrica nas superfícies dos grãos, que dificulta o seu trajeto em direção ao suporte e acaba por não se depositar. No entanto, o abrasivo é reaproveitado e colocado de novo no sistema, repetindo-se este ciclo até que se mude o tipo de abrasivo ou a sua granulometria.

No equipamento de deposição da INDASA, entre os diversos componentes que o constituem, existe um que também está sujeito às condições de deposição dos abrasivos: o tapete transportador. Porque a máquina trabalha continuamente sob campos elétricos elevados, possíveis degradações que possam ocorrer nos tapetes podem ter igualmente um efeito na qualidade do processo de deposição e podem constituir uma fonte de erro.

Todos os tapetes usados na INDASA são poliméricos e têm uma estrutura compósita, sendo constituídos por quatro ou mais camadas (Figura 9).

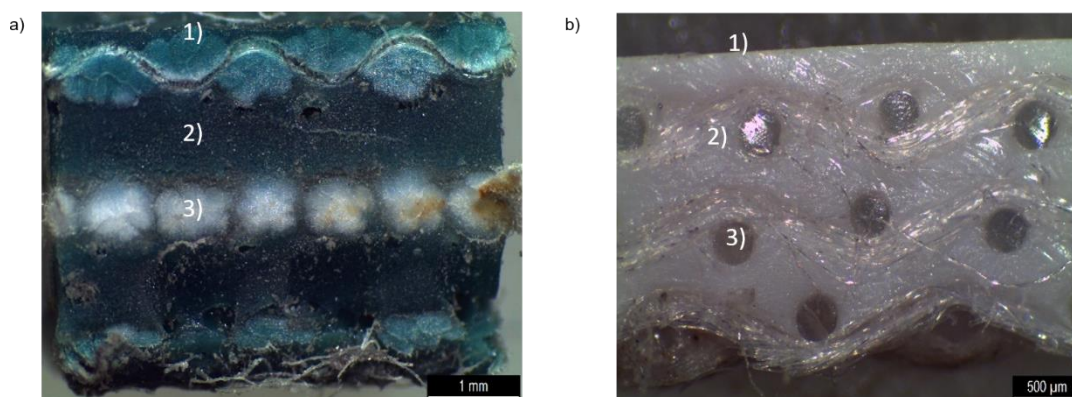


Figura 9 - Estrutura e construção de um dos tapetes usados no electroestado da INDASA. a) tapete Verde; b) tapete Branco. Numeração das várias camadas: 1) superfície; 2) matrix; 3) fibras;

A composição em termos de materiais de alguns destes tapetes encontra-se na Tabela 5 de acordo com as fichas técnicas disponíveis da empresa Habasit, um dos fornecedores dos tapetes [22]

Tabela 5 - Fichas técnicas dos tapetes transportadores Branco (tabela a)) e Verde (tabela b))

a) Food Belt 3T30 (Branco)

Construção do produto / Design	Food Belt 3T30 (Supplier:Habasit)
Material do tapete	Poliuretano termoplástico (TPU)
Superfície do tapete	Polido
Propriedades do tapete	Médio-adesivo
Material da camada de tração (tecido/ reforço)	Poliéster (PET)
Número de camadas de tração	3
Material do lado da polia	Poliéster (PET)
Superfície do lado da polia	Tecido impregnado
Propriedade do lado da polia	Não adesivo
Produto equipado com anti estático	Não
Espessura	3.5 mm
Massa	4.0 kg/m ²
Temperatura mínima de operação	-20 °C
Temperatura máxima de operação	90 °C

b) Food Belt NNT-18ECDV (Verde)

Product Construction / Design	Food Belt NNT-18ECDV (Habasit)
Material do tapete	Tecido poliéster (PET) impregnado com cloreto polivinílico (PVC)
Superfície do tapete	Tecido impregnado
Propriedades do tapete	Não adesivo
Material da camada de tração (tecido/ reforço)	Poliéster (PET)
Número de camadas de tração	3

Material do lado da polia	Tecido poliéster (PET) impregnado com cloreto polivinílico (PVC)
Superfície do lado da polia	Tecido impregnado
Propriedade do lado da polia	Não adesivo
Produto equipado com anti estático	Sim

1.7 O problema

Como referido atrás o processo de deposição do abrasivo depende de um conjunto alargado de fatores. Alguns bem conhecidos e controláveis, no entanto, outros não sistematicamente compreendidos e as relações entre eles igualmente desconhecidas, como, as relações entre a natureza do abrasivo, as suas características morfológicas, humidade e temperatura, e as propriedades elétricas determinantes do seu comportamento num processo de deposição electroestática. Porém o controlo de todos estes parâmetros é fundamental para uma deposição continua e sempre em condições ótimas. Ainda de relevar o facto de que durante o processo de polarização parte das partículas não são depositadas e são reaproveitadas. Este efeito do “envelhecimento” do abrasivo na qualidade do depósito também não é conhecido

Neste enquadramento e precisamente com o intuito de contribuir para a otimização do processo de deposição, o principal objetivo deste trabalho é identificar o efeito e estabelecer relações entre as variáveis que influenciam a deposição, designadamente, as características morfológicas dos abrasivos de Al_2O_3 e SiC utilizados na INDASA, as suas propriedades de superfície e condições de operação (como humidade e polarização), que condicionam a qualidade da deposição.

Para tal a realização deste trabalho inclui diversos passos:

1. desenvolvimento e adaptação e de um equipamento para medição de cargas elétricas superficiais, designado de Copos de Faraday;

2. caracterização morfológica dos abrasivos em análise e estudo do efeito da morfologia sobre as suas propriedades elétricas de volume e de superfície;
3. estudo do efeito humidade e campo elétrico nas propriedades elétricas de volume e de superfície dos abrasivos;
4. estabelecimento das relações entre morfologia – humidade – polarização – deposição para ambos os abrasivos
5. caracterização físico-química e elétrica de dois isolantes de borracha utilizados nos rolos de deposição

2. Procedimento experimental

2.1 Procedimento experimental

Neste capítulo vai ser abordado os diversos passos que foram tomados para alcançar os objetivos propostos no trabalho. Tendo em vista o estudo de toda a envolvente da etapa de deposição dos abrasivos, foi feita a abordagem a diferentes componentes e materiais, que conseqüentemente leva a diferentes métodos de estudo.

Assim o procedimento experimental terá o formato representado no organograma da Figura 10.

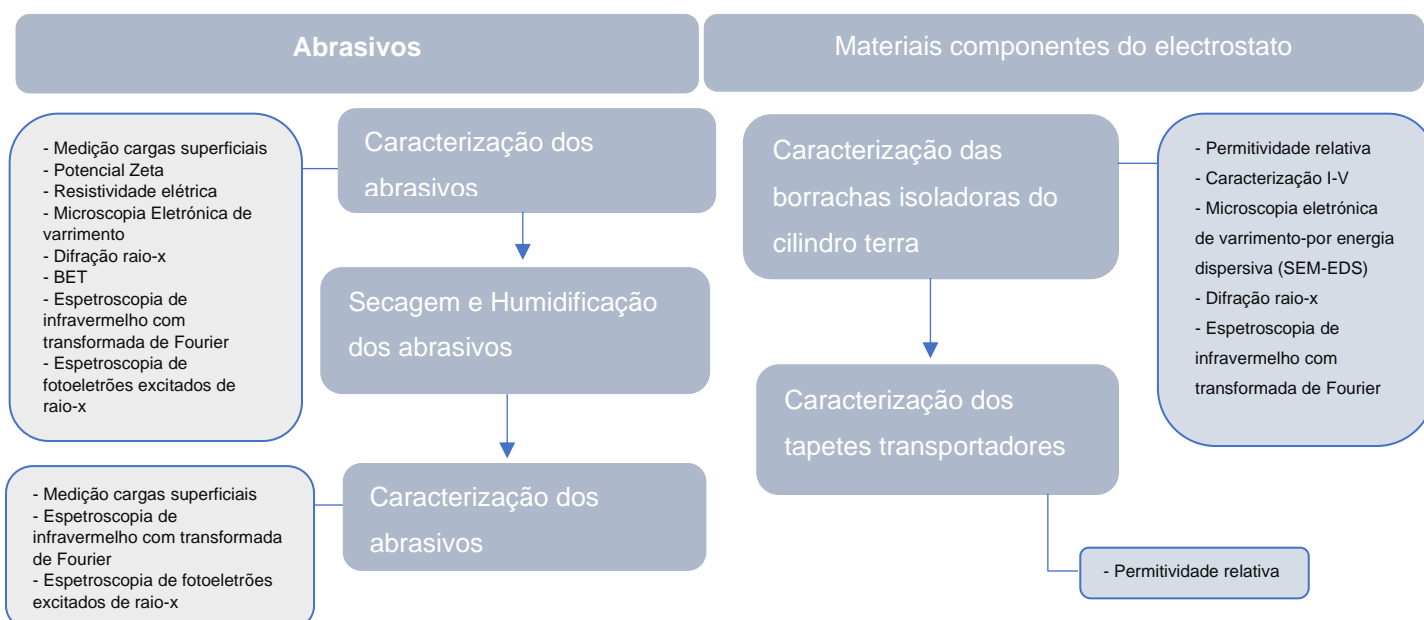


Figura 10 - Organograma representativo do procedimento experimental

Nesta segunda parte do trabalho irão ser estudados e caracterizados dois abrasivos diferentes, sendo eles o óxido de alumínio e o carboneto de silício.

2.2 Potencial zeta

O potencial zeta é, teoricamente, a diferença de potencial criado entre o meio e as partículas em suspensão dentro desse mesmo meio, onde haverá uma interação entre a dispersão e a partícula, criando-se uma camada à superfície desta de carga oposta, designada de camada de Stern, como representado na

Figura 11. É de notar que o fator com maior impacto nesta análise é o pH do meio. [23]

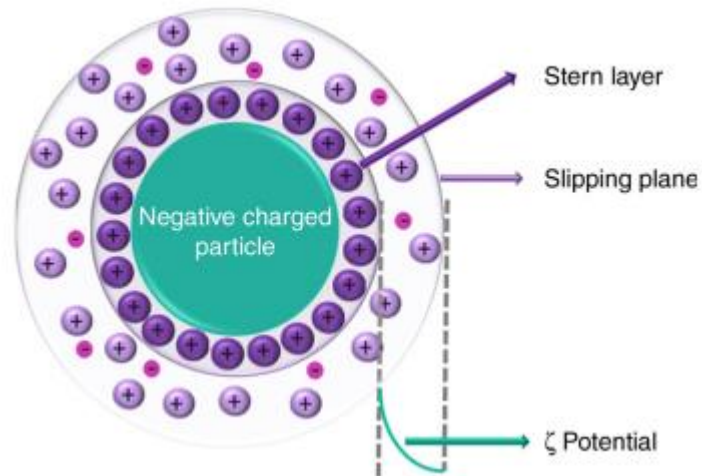


Figura 11 - Representação da formação da camada de Stern na análise do potencial zeta; [24]

Neste projeto esta análise foi utilizada com o intuito de medição indireta das cargas superficiais dos pós abrasivos, por forma a obter um resultado comparável ao obtido através dos copos de faraday. Para tal, uma suspensão de água com cerca de 2g de abrasivo foram estudadas, onde, a variação de pH foi feita através da adição de NaOH, para se criar um meio mais básico, e de HCl para um meio mais ácido.

2.3 Resistividade elétrica

A resistividade elétrica foi estudada em função dos meios de controlo anteriormente referenciados, nomeadamente, em relação à humidade e tamanho de partícula. Foi realizada uma comparação entre três preparações diferentes, com 0,6 g de massa cada. Uma amostra em estado virgem (sem qualquer tipo de tratamento), outra que passa por um período de secagem e por último a terceira que estará exposta a um ambiente saturado, com uma elevada percentagem de humidade relativa. Nestas últimas amostras, ambas foram secas numa estufa, por um período de 24 h, a uma temperatura de 120°C,

diferenciando-se depois uma das amostras pela exposição desta a um ambiente húmido. Este ambiente saturado foi criado utilizando uma caixa de luvas fechada e isolada, onde foi colocado água a ferver por forma a libertar vapor e saturar o ambiente, criando-se assim um ambiente com cerca de 91% H.R. As amostras previamente secas foram então colocadas neste ambiente por um período de 24 h.

Após o tratamento das amostras, para a medição da resistividade foi utilizado um dispositivo, que permitirá realizar a análise aplicando uma pressão, cerca de 100 MPa, nos pós. A Figura 12, mostra a montagem do dispositivo. Ele é composto por três partes, a central que é um tubo de teflon com um furo que o atravessa de uma extremidade à outra, e por dois elétrodo que serão colocados nas extremidades. A amostra será colocada entre ambos os elétrodos e posteriormente prensada. Para a medição da resistividade, ambos os elétrodos serão conectados a um eletrómetro, no qual será aplicada uma tensão de 10V, medindo-se a corrente eléctrica que atravessa o pó

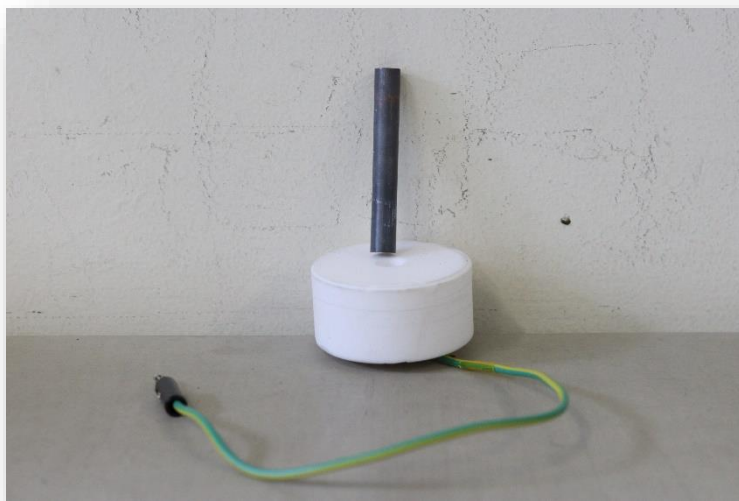


Figura 12 - Dispositivo utilizado na medição da resistividade; constituído por 3 componentes: dois elétrodos (punção metálico e um elétrodo ligado ao cabo) e um tubo de teflon;

Por fim, sabendo o diâmetro da amostra (igual ao diâmetro do furo do tubo de teflon) que será igual para toda a análise e a espessura retirada após prensagem, será possível em conjunto com os valores retirados anteriormente,

calcular o campo elétrico aplicado e a densidade de corrente, como demonstrado na eq. (4) e eq. (5):

$$E = \frac{\Delta V}{t} \quad \text{Eq. (4)}$$

$$J = \frac{I}{A} \quad \text{Eq. (5)}$$

Onde E é o campo elétrico e igual ΔV que é a tensão aplicada a dividir por t representando a espessura. A densidade de corrente é representado por J que é a divisão de I, que é a corrente medida, por A, que corresponde à área da amostra.

Finalizando, a eq. (6) representa o cálculo da resistividade.

$$\rho = \frac{E}{J} \quad \text{Eq. (6)}$$

Onde ρ é a resistividade elétrica que corresponde à divisão de E, sendo o campo elétrico, e J, a densidade elétrica.

2.4 Microscopia eletrónica de varrimento

Microscopia eletrónica de varrimento (MEV) é uma ferramenta com um elevado potencial no que se refere à obtenção de imagens com elevada resolução, permitindo observações que vão da escala do milímetro até ao nanómetro. Este equipamento permite também identificar fases recorrendo à análise química qualitativa e da estrutura cristalina. A técnica baseia-se na incidência de um feixe de eletrões na superfície da amostra, onde a imagem da topografia da superfície da amostra é obtida através da dispersão de eletrões, fornecendo informações sobre a morfologia, topologia e porosidade da superfície dos materiais [25]. As análises químicas são realizadas através da interação entre os eletrões, que são enviados pelo equipamento em direção à superfície

da amostra, e os próprios constituintes do material. Este processo acaba por gerar um sinal na qual contem informação sobre composição, topografia da amostra entre outras características.

O equipamento consiste numa fonte de eletrões, uma estrutura de elevada tensão de aceleração, uma lente eletromagnética, a amostra e o detetor que está num ambiente de vácuo por forma a impedir que os eletrões sejam dispersos por moléculas de gás, influenciando os resultados obtidos [26].



Figura 13 - SEM Hitachi S-4100 presente no Demac

Para ser possível a obtenção de imagens o SEM dependa da interação do feixe de eletrões com a amostra, interação essa que pode ser dividida em duas categorias diferentes, a interação elástica e inelástica. No entanto, em soma destas interações, quando o feixe atinge a amostra, são também produzidos outros sinais, entre os quais está a emissão de raio-x característico, eletrões de Auger e luminescência catódica [27][28].

Equipamento acessório utilizado no MEV permite análises qualitativas da composição em zonas muito localizadas de áreas superficiais. A (MEV-EDS) é um exemplo do que é possível obter. Neste caso, o estudo é realizado colocando o feixe de eletrões numa área ou ponto da amostra e em que a interação do feixe na amostra é a principal responsável pela produção de raio-x, isto é, o feixe faz com que eletrões da amostra sejam excitados, permitindo a que eletrões externos ocupem o buraco de eletrão livre de menor energia. Este processo

liberta uma quantidade específica de energia, em que cada valor, corresponde a um átomo específico o que permite a sua identificação [27][28].

No presente projeto esta técnica foi utilizada para análise química e de morfologia dos grãos de abrasivo e das borrachas. No caso do abrasivo a preparação das amostras foi apenas na preparação de um suporte de SEM com fita de carbono e uma pequena quantidade de grão na fita. Porém, para materiais não condutores é necessário recorrer a um pequeno revestimento de metal ou carbono, como foi o caso das borrachas, onde foi aplicada uma camada de carbono, para tornar a amostra condutora.

Tendo as amostras preparadas, estas foram analisadas pelo SEM *Hitachi S-4100* (Figura 13).

2.5 Difração raio-x

As análises de difração raio-x (DRX) foram realizadas às amostras de borracha de isolador do cilindro terra, bem como aos grãos de abrasivo utilizados neste projeto. Em ambos os casos as amostras analisadas foram preparadas o mais próximo do seu estado de utilização no equipamento industrial, isto significa que não existiu qualquer tratamento a ambos os materiais.

O DRX é uma técnica não destrutiva e versátil, que nos permite fornecer informações detalhadas acerca da estrutura cristalográfica material em estudo. [29]. Nesta técnica, o raio-x é produzido a partir da interação de um elétron de elevada energia com a superfície alvo, em que este é, geralmente, cobre. Desta interação (elétron com camadas internas do átomo de metal) o raio X é produzido. O raio X utilizado na análise é resultado de uma sobreposição do raio X contínuo e característico do alvo [30-32]. O raio-x é de seguida direcionado para a amostra a ser analisada, passando por filtros, fendas, máscaras e monocromadores. Por fim, seguindo um caminho semelhante ao anterior o feixe é direcionado ao detetor, como é possível observar na Figura 14.



Figure 2.7 – X-Ray operation scheme ⁷⁰.

Figura 14 - Esquema de operação da técnica de análise de difração raio-x

Uma maneira simples e muito usada de representação da relação geométrica que determina a distribuição angular da intensidade dos máximos de difração é através Lei de Bragg (eq. 7).

$$2d\sin\theta = n\lambda \quad \text{Eq. (7)}$$

Em que λ é o comprimento de onda da radiação incidente, d o espaçamento interplanar e θ o ângulo entre o feixe incidente e os planos de difração da estrutura cristalina [30].

Os abrasivos foram analisados no equipamento Panalytical - X'pert-PRO, com um intervalo 2θ de 20° e 80° , numa célula de cobre (Cu-K α) à temperatura ambiente, com um tempo de exposição da amostra de 96 segundos.

2.6 Técnica de Brunauer, Emmer Teller (BET)

As medidas de adsorção baseadas na técnica de Brunauer, Emmer Teller (BET) são métodos de cálculo que permitem determinar a área de superfície específica (em inglês, Specific Surface Area - SSA) de materiais densos ou porosos. A técnica é realizada a uma temperatura de 77 K, devido ao facto que a adsorção do gás utilizado, que no caso em estudo é o N₂, é mais fácil de medir a esta temperatura. [33] Para determinar a SSA, é colocado em contacto com um volume de gás conhecido uma amostra de massa também conhecida, sendo

que, a esta irá absorver o gás, levando a uma diminuição da pressão do gás, na qual a quantidade de gás adsorvido pode ser medida. Sendo assim, a quantidade de gás adsorvido em relação à pressão relativa de gás (P/P_0 , em que P_0 é a pressão de saturação de gás adsorvido) representa a adsorção isotérmica.

No cálculo de SSA a equação de BET é, segundo a equação 8, aplicado nos pontos isotérmicos de P/P_0 com valores mais baixos, entre 0.05 e 0.3.

$$\frac{P}{V(P_0 - P)} = \frac{1}{V_m C_{BET}} + \frac{C_{BET} - 1}{V_m C_{BET}} \frac{P}{P_0} \quad \text{eq. (8)}$$

$$S = \frac{N_A \sigma V_m}{V_0} \quad \text{eq. (9)}$$

Em que V é o volume de gás adsorvido, C_{BET} representa a constante e V_m o volume adsorvido numa monocamada. Este valor é calculado a partir da inclinação e da interceção, e é aplicado na equação 9, onde S representa a área superficial, N_A o número de Avogadro, σ para a área de uma molécula de gás adsorvido e V_0 o volume de uma mol de gás a temperatura e pressão standard-STP [33][34].

Por fim, a tamanho médio de partícula (G_{BET}) de um pó pode ser calculado a partir da equação seguinte.

$$G_{BET} = \frac{SF}{s * d_s} \quad \text{eq. (10)}$$

Tabela 6 - Forma do pó com o respetivo fator de forma e a fração de empacotamento

Powder shape	Shape factor, <i>SF</i>	Packing fraction
Sphere	6.0	0.60
Ellipsoid	7.6	0.52
Cylinder (1:1)	6.0	0.61
Cylinder (1:2)	5.0	0.60
Cylinder (1:10)	4.2	0.48
Cube	7.4	0.72
Parallelepiped (1:4:4)	9	0.68
Flake (1:10)	24	0.55

Para este cálculo, assume-se que a partícula tenha uma geometria específica e partículas densas desaglomeradas, e em que *SF* é o fator de forma da partícula (ver tabela 6) e d_s é a densidade teórica da amostra. [35]

No caso em estudo, a análise BET foi realizada a 77 K com recurso ao equipamento Micromeritics - Gemini V2380, e em que as amostras foram degaseificadas durante a noite a 120°C.

2.7 Espetroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)

A Espetroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) é uma análise de espectroscopia de absorção, emissão e fotocondutividade de materiais líquidos, sólidos e gases. Esta técnica utiliza um feixe de radiação que é incidido na amostra, que a penetra e é posteriormente refletida. Cada ligação química possui uma absorção específica, característica de cada amostra, pois para cada componente o feixe irá perder energia, sendo que depois a sua emissão terá um comprimento de onda específico. [36][37]

Neste projeto de tese esta análise permitiu realizar uma caracterização química aos abrasivos. A análise FTIR foi realizada com a preparação do pó em diferentes ambientes, sendo ele seco e húmido, e também uma amostra sem tratamento. Este tratamento teve como finalidade o estudo que os diferentes meios têm nas ligações dos abrasivos. Esta análise foi realizada no equipamento FTIR BRUKER TENSOR 27°, sendo estudado num espectro com comprimentos

de onda entre 4000 e 400 cm^{-1} , sendo feitos 260 scans numa resolução de 4 cm^{-1} .

2.8 Espectroscopia de fotoeletrões excitados por raios X (XPS)

O XPS foi uma análise realizada aos pós abrasivos e que nos permitiu caracterizar quimicamente a superfície das partículas. Esta é uma técnica em que um feixe de fótons, criado por uma fonte de raio-X, irradia a amostra, fazendo com que seja ejetado da amostra um número de eletrões com um energia cinética. Neste processo a principal fonte de fotoemissão ocorre da camada central através de transferência de energia.

Este processo de expulsar eletrões permite que a transferência de energia dos fótons ocorra na sua totalidade para os eletrões, já que este é um processo elástico. Quando o eletrão sai da amostra sem interagir com mais nada, este alcança o espectrómetro, que através da equação 11, permite a obtenção dos resultados. Este processo é nada mais que a relação entre a energia de ligação, a energia do fóton e a medida de energia cinética, que resulta na equação seguinte:

$$BE = h\nu - KE - \Phi_s \quad \text{eq. (11)}$$

Em que BE é a energia de ligação, $h\nu$ a energia do fóton produzido e KE a energia cinética do eletrão medido pelo espectrómetro e Φ_s a função de trabalho do espectrómetro. [38]

2.9 Permittividade relativa

A permissividade relativa (ϵ_r) é referente à habilidade de um material armazenar energia, sendo que, é constituída por duas partes: real e imaginária. Cada uma representa duas propriedades distintas, a parte real representa a quantidade de energia que um material armazena devido a uma fonte externa de campo elétrico, enquanto que a parte imaginária é caracterizada pela dissipação

de energia do material. As medidas de permitividade foram realizadas a isoladores, sendo eles, o isolador do cilindro terra e o tapete transportador, e como tal as amostras podem ser modeladas como uma resistência, em que é montado em paralelo com uma resistência elétrica R e condutância $G = 1/R$ e condensador (C_p). [39][40]

O cálculo da permitividade relativa complexa (ϵ_r) é realizado a partir da equação 12:

$$\epsilon_r = \epsilon'_r - j\epsilon''_r \quad \text{eq. (12)}$$

em que ϵ'_r é a parte real da permitividade, ϵ''_r a parte imaginária da permitividade e j o operador imaginário.

A parte real da permitividade tem a seguinte equação:

$$\epsilon'_r = \frac{C_p}{C_0} = \frac{C_p t}{A \epsilon_0} \quad \text{eq. (13)}$$

onde C_0 é a capacitância do espaço livre, C_p é o capacitor, A a área do eletrodo e ϵ_0 a permitividade do vácuo (8.85×10^{-12} F/m) e t a espessura da amostra.

A parte imaginária:

$$\epsilon''_r = \frac{G}{\omega C_0} = \frac{t}{\omega R \epsilon_0 A} \quad \text{eq. (14)}$$

Onde ω é a frequência angular ($\omega = 2\pi f$, onde f é a frequência) e R a resistência.

A perda dielétrica ($\tan\delta$) é relativa à quantificação da dissipação de energia eletromagnética do material dielétrico (por exemplo, por meio de calor), e é a tangente da fase do ângulo entre a parte real e imaginária da permitividade [41]:

$$\tan\delta = \frac{\epsilon''_r}{\epsilon'_r} \quad \text{eq. (15)}$$

Os resultados obtidos para a permissividade relativa e de perdas dielétricas foram realizados no HEWLETT PACKARD 4284^a, com 21 pontos de frequência num gama entre 100 Hz a 1 MHz à temperatura ambiente. Toda a informação utilizada nas equações anteriores, como áreas (A), espessuras (t), entre outras, forma colocadas num programa informativo, no qual também é necessário colocar o tamanho do elétrodo no qual é calculado a partir do diâmetro equivalente:

$$D_{eq.} = 2 \times \sqrt{\frac{A}{\pi}} \quad \text{eq. (16)}$$

As amostras tanto do isolador do cilindro bem como do transportador utilizadas nestes testes foram cortadas com cerca de 5 mm de lado. De seguida é necessário aplicar elétrodos em cada uma das faces, e para tal, utilizou-se fita adesiva de cobre que foi colada e cortadas as dimensões da amostra, tal como mostra a Figura 15.

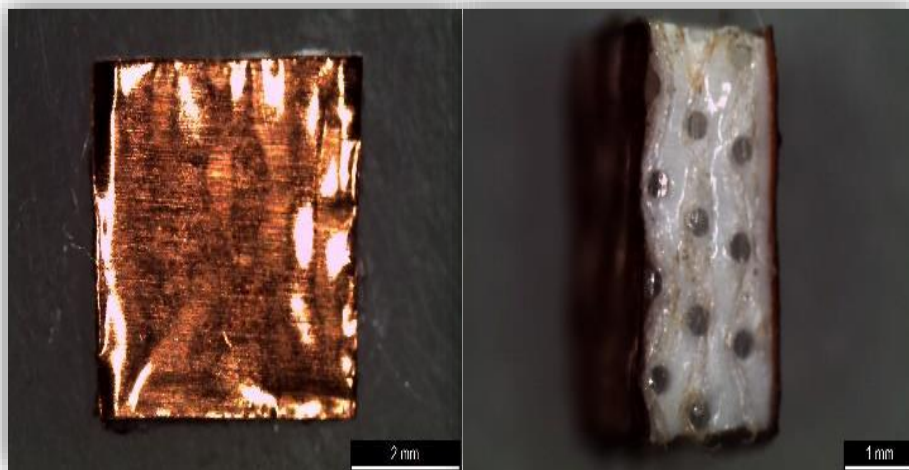


Figura 15 - Representação da colocação dos elétrodos nas amostras de borracha

No caso dos tapetes transportadores, para o estudo das possíveis alterações das propriedades causadas pela presença de campos elétricos elevados, foram estudadas duas secções diferentes de um tapete usado durante um tempo indeterminado. Uma secção central que está sujeita à intensidade máxima do campo aplicado e uma secção lateral que está sujeita a campos mais baixos. Cortou-se então uma secção no centro do tapete, que circula diretamente por baixo do cilindro terra e uma secção que circula por fora. Na Figura 16, apresentada a seguir, é possível visualizar o posicionamento de onde foram retiradas as secções estudadas do tapete.

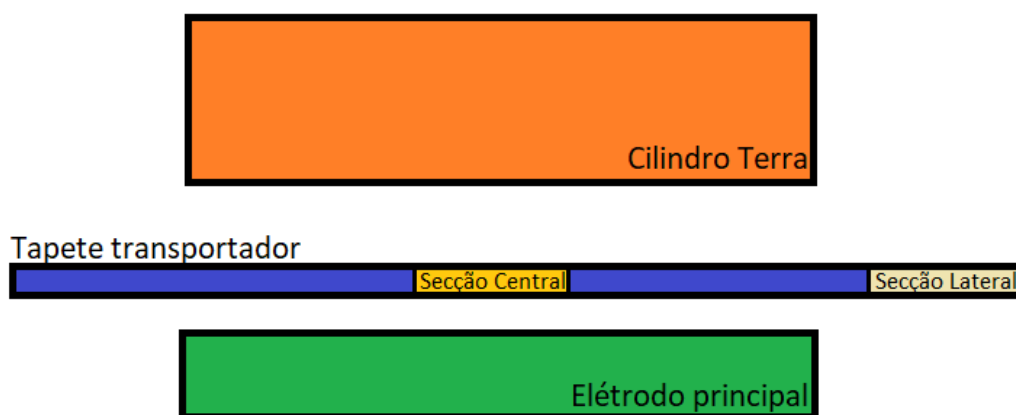

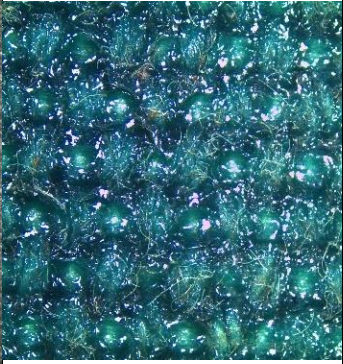
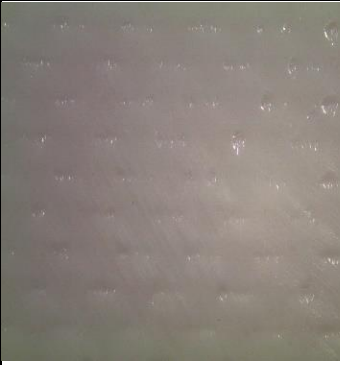
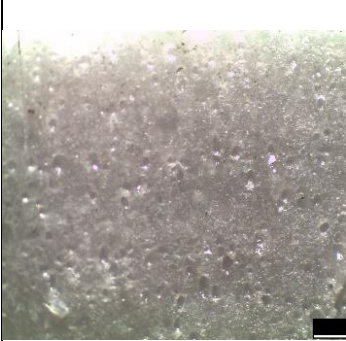


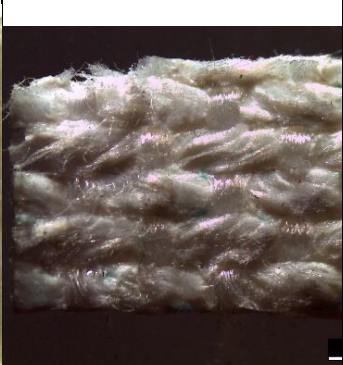
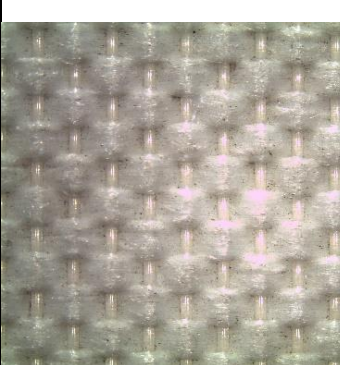


Figura 16 - Esquema das zonas de onde foram retiradas amostras de tapete para se obter as secções Lateral e Central.

A secção Central circula diretamente entre o eléctrodo e o cilindro terra, sendo expectável que caso haja degradação das propriedades, estas sejam máximas nesta localização. A secção Lateral, circula pelo exterior e apesar de ainda estar sujeita à influência do campo eléctrico formado, a intensidade deste deverá ser mais baixa do que na secção central. Ao longo deste trabalho, serão então comparados os resultados obtidos para estas duas secções. Na tabela 7 está representado as diferentes camadas estudadas para o tapete transportador.

Tabela 7 - Imagens das diversas superfícies para os três diferentes tapetes (original, verde e branco), representando as amostras criadas para as análises.

Camada	Tapete Original	Tapete Verde	Tapete Branco
Superfície			
Matriz			As fibras do tapete branco podem ser vistas na imagem abaixo, interlaçadas pelo tecido.
Fibras			

2.10 Caracterização I-V

Um isolador é um material que não permite qualquer fluxo de corrente passe através dele. Este isolador pode ser apresentado nos três estados: sólido, líquido ou gasoso. Existem, porém, em certas condições, o aparecimento cargas livres neste material tornando-o condutor, sendo que, a este ponto de transição se chama de rutura dielétrica. No caso dos isoladores sólidos, sob o efeito de um campo elétrico, atinge o ponto de rutura dielétrica, este material fica danificado permanentemente, o que significa a sua substituição. No entanto, em ambiente industrial existem outros fatores que podem influenciar esta propriedade, nomeadamente o meio em que está a ser utilizado, ou seja, fatores como a humidade, temperatura ou tipo de voltagem utilizada podem alterar o ponto de rutura. [42]

Tendo em vista os aspetos mencionados, este estudo serviu para analisar o comportamento do isolador do cilindro terra do eletroestado quando sujeito a um campo elétrico. À semelhança das análises de permitividade elétrica, a preparação das amostras foi realizada no mesmo formato.

Este teste consistiu na aplicação de uma voltagem na amostra, que neste estudo foi até um máximo de 1000 V (tensão máxima fornecida pela fonte), fazendo-se a posterior leitura da corrente que passa. Uma pequena alteração neste procedimento foi realização da medida numa câmara de vácuo, para que exista a menor influência possível do ambiente.

3. Resultados e Discussão

Nesta secção são apresentados e analisados os resultados obtidos ao longo deste trabalho e de acordo com os objetivos definidos, que se dividem em duas grandes partes:

- i) numa primeira parte são reportados os estudos relacionados com os abrasivos utilizados na INDASA, Al_2O_3 e SiC, e que permitiram identificar o efeito e estabelecer as relações entre as características morfológicas dos abrasivos, as suas propriedades de superfície, condições de operação (como humidade e polarização) e a resposta elétrica, que condicionam a qualidade da deposição; nesta parte é também reportado o desenvolvimento de um equipamento para quantificação das cargas elétricas superficiais de pós, os Copos de Faraday, com potencial de ser implementado à escala semi industrial na INDASA;
- ii) numa segunda parte são reportados os estudos relacionados com os materiais em uso no electroestato, a fim de caracterizar físico-química e eletricamente dois isolantes de borracha utilizados nos rolos de deposição do electroestato.

3.1 Caracterização dos abrasivos

3.1.1 Desenvolvimento dos Copos de Faraday

Como documentado atrás, o conhecimento do efeito das propriedades morfológicas dos pós de abrasivos e de variáveis de operação como humidade, na qualidade da deposição electroestática é importante para otimização do produto final.

As propriedades de superfície dos abrasivos, nomeadamente, cargas elétricas e sua dependência das propriedades físico – químicas do próprio abrasivo, bem como das condições de operação, julgam-se relevantes no processo de deposição sob campos elétricos elevados. No entanto, este conhecimento não está descrito, de uma forma geral e não existe de uma forma específica, para os abrasivos da INDASA.

Esta importância levou então à necessidade de quantificar cargas superficiais em materiais isoladores, como Al_2O_3 e SiC , os abrasivos em estudo.

Como é do conhecimento geral, a identificação e quantificação de cargas superficiais em pós não é trivial. Existem algumas metodologias para medições de cargas superficiais, mas todas com limitações e muitas delas não passíveis de serem implementadas a nível fabril, como técnica de controlo regular de cargas superficiais ou mesmo como ferramenta para estudos de desenvolvimento na indústria, neste caso na INDASA. A microscopia de ponta de prova de potencial de superfície (*Kelvin Probe Force Microscopy* - KPFM) é atualmente um dos métodos mais rigorosos de quantificação de cargas, KPFM, também conhecida como microscopia de potencial de superfície, é uma variante sem contato da microscopia de força atômica (AFM). Por varrimento de uma ponta, no plano x, y, a função de trabalho da amostra pode ser mapeada localmente para correlação com as características da referida amostra. Como a função de trabalho de um material, não é uma característica intrínseca do material, mas sim uma propriedade da sua superfície, KPFM permite a caracterização em termos de cargas elétricas de uma determinada superfície [43]. Estas técnicas são atualmente muito usadas para avaliar e quantificar a corrosão e revestimentos de materiais. No entanto, têm a limitação de poder ser apenas aplicadas a amostras / materiais com rugosidades na escala nanométrica [44]. Assim, KPFM não é a técnica mais viável para caracterização de cargas de partículas individuais de pós de tamanho micrométrico, como se pretende neste trabalho.

Uma outra técnica, neste caso adequada a partículas, é a determinação do potencial Zeta. O potencial Zeta de partículas em água (ou outro meio líquido polar) é uma medida indireta das suas cargas superficiais. Do ponto de vista teórico, o potencial zeta (ζ) (expresso em volts (V) ou milivolts (mV)) é o potencial elétrico na dupla camada elétrica criada entre a partícula sólida e o meio líquido envolvente (de acordo com a teoria da Dupla Camada Elétrica - DLVO). Por outras palavras, o potencial zeta é a diferença de potencial entre o meio de dispersão e a camada estacionária de fluido ligada à partícula dispersa. Assim, é amplamente utilizado para quantificação da magnitude da carga de superfícies

de partículas num líquido. O potencial zeta é um indicador chave da estabilidade das dispersões coloidais. A magnitude do potencial zeta indica o grau de repulsão eletrostática entre partículas adjacentes com carga semelhante numa dispersão. Para moléculas e partículas que são suficientemente pequenas, um potencial zeta elevado ($> 40\text{mV}$) conferirá estabilidade à suspensão, isto é, a solução ou dispersão não terá tendência para a aglomeração, permanecendo dispersa. Por outro lado, quando o potencial é baixo ($< 30\text{ mV}$), as forças de atração podem exceder esta repulsão e a dispersão pode flocular. Portanto, coloides com potencial zeta elevado (negativo ou positivo) são eletricamente estabilizados, enquanto que coloides com potencial zeta baixo tendem a coagular ou flocular [45]. Apesar de potenciar informação sobre cargas eléctricas de superfície o potencial Zeta pode apenas ser determinado para partículas relativamente pequenas e em suspensão num meio líquido [46]. Mais uma vez uma técnica não completamente adequada para a caracterização de cargas superficiais de partículas individuais de pós de tamanho micrométrico, como se pretende neste trabalho.

Perante esta realidade, neste trabalho desenvolveu-se e utilizou-se o Copo de Faraday (*Faraday Cup*), como o instrumento para quantificação de cargas de superfície de pós micrométricos de abrasivos.

O funcionamento de um Copo de Faraday baseia-se no facto de que, quando um feixe de íons (neste caso partículas) atinge o metal, este adquire alguma carga e as partículas são neutralizadas (transferência de carga para o metal). O metal, agora carregado, poderá então ser descarregado e medir-se uma pequena corrente eléctrica que é proporcional ao número de partículas que contactou (ou embateu) no metal. A quantidade de carga transportada pode assim ser determinada (Figura 17).[47] [48]

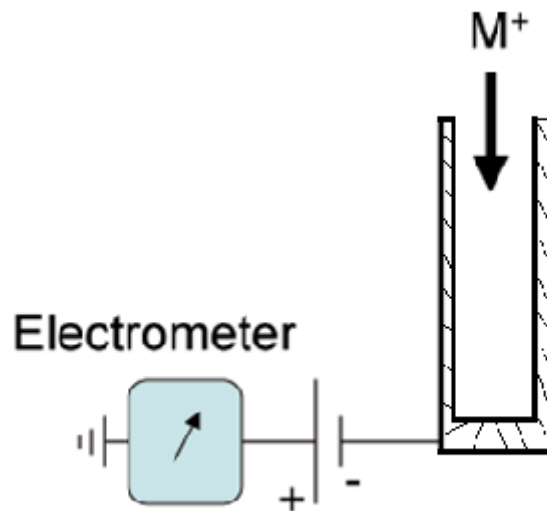


Figura 17 - - Representação esquemática do princípio de funcionamento de um Copo de Faraday (adaptado da ref. [49])

Os Copos de Faraday têm várias aplicações, sendo muito vulgares em espectrómetros de massa.

O Copo de Faraday (*Faraday Cup*) desenvolvido neste trabalho encontra-se representado na Figura 18, e neste caso desenvolvemos um Duplo Copo de Faraday, que foi ligado a um eletrômetro para registo da carga das partículas (Figura 18). Como representado na Figura 18, o dispositivo consiste em dois copos de aço inoxidável, de tamanhos diferentes e que encaixam entre si, sendo isolados por um outro copo, neste caso de um isolador elétrico como o teflon, que se coloca no meio dos dois copos metálicos.



Figura 18 - O Copo de Faraday desenvolvido neste trabalho para quantificação das cargas elétricas superficiais de pós de abrasivos. Imagem da esquerda, apresenta os três copos em separado, dois de aço inoxidável e um de teflon, que em conjunto formam o Copo de Faraday como ilustrado na imagem da direita.

Os Copos de Faraday estão ligados ao eletrômetro (Keithley 6514), que se caracteriza por uma impedância elevada (cerca de 10^{14} Ohm), o que nos permite ter uma muita sensibilidade na medição de cargas elétricas muito pequenas, da ordem dos pC, típicos dos valores de carga superficiais de materiais isoladores (ou semicondutores), e que muitas vezes estão na gama do ruído, de muitos equipamentos.

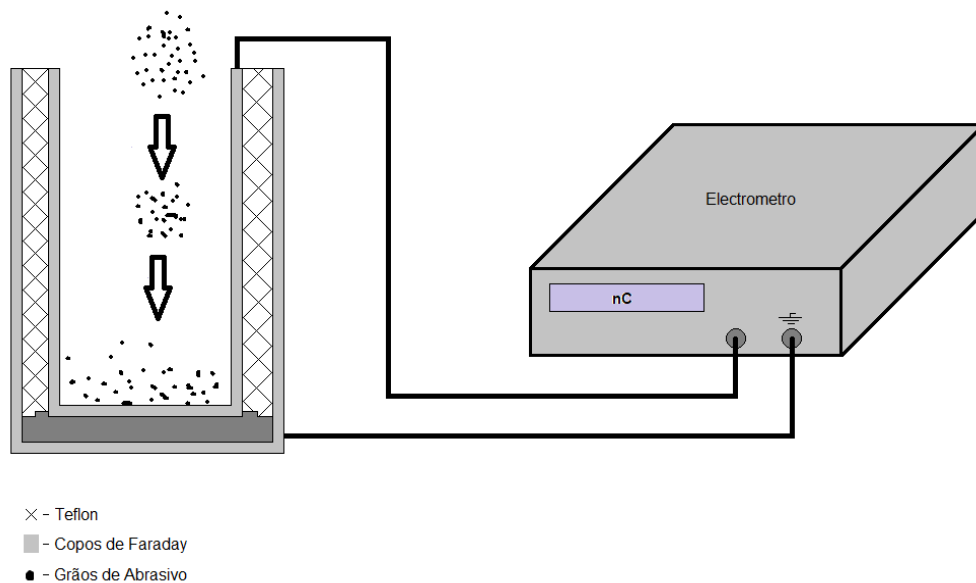


Figura 19 - Esquema representativo do funcionamento das medições das cargas superficiais utilizando o copo de Faraday.

A Figura 19 representa esquemática as ligações feitas entre os Copos de Faraday e o eletrômetro. O copo que fica no exterior será ligado à terra, será o ponto definido como o ponto de referência e servirá como bloqueio a sinais externos que possam existir e o copo interior será ligado ao eletrômetro para medidas de valores de carga elétrica. O pó abrasivo vai ser largado no copo interior, que em contacto com as paredes metálicas vai criar uma carga induzida de igual valor. Esta carga induzida, origina uma diferença de potencial que é diretamente proporcional à carga de superfície dos pós, desde que conhecido o valor da capacitância do eletrômetro. Tal é mostrado na equação seguinte:

$$Q = \Delta V * C_f \quad \text{Eq. (16)}$$

em que Q é a carga superficial, ΔV a diferença de potencial e C_f a capacitância do sistema de copos de Faraday.

Em termos do procedimento experimental, a análise consiste em depositar uma massa definida do pó de abrasivo a analisar, no interior do copo interior, recorrendo à utilização de uma espátula metálica, ligada à terra. A utilização da espátula ligada à terra permite evitar a criação de cargas tribológicas.

Para todos os testes realizados, procedeu-se à secagem de uma massa de 2 g de pó de cada amostra, à temperatura de cerca de 120 °C durante 24 h. A carga superficial foi calculada como descrito. Foram sempre efetuadas várias medidas (mínimo 3) para cada estudo de modo a garantir a reprodutibilidade das medidas e determinação do erro associado. Tratando-se de valores de cargas superficiais tão pequenos, é importante garantir o rigor das medidas.

Para o estudo do campo elétrico, utilizou-se a técnica de descarga por corona. Para cada amostra, após a secagem, foi realizada uma descarga de corona com diferentes tensões de fonte, numa gama de 0,5-8,5 kV, durante um período de 30 min. No estudo do efeito da humidade recorreu-se a uma caixa de luvas, como forma de controlar a humidade do ambiente em que está a decorrer a s medição das cargas, e as amostra em análise são deixadas nesse ambiente durante cerca de 10 min. Por fim, no estudo do efeito conjunto do campo elétrico e da variação de humidade, considerou-se a tensão de descarga de corona de 8,5 kV, repetindo-se os passos anteriormente descritos, iniciando-se pela aplicação do campo elétrico seguido da colocação do pó no ambiente com humidade controlada e conhecida.

A caracterização de cargas superficiais foi efetuada para os pós de Al_2O_3 e SiC de diferentes granulometrias, designadamente P120, P320, P1200 (tamanho médio de grão de 125 μm , 46.2 μm e 15.3 μm , respetivamente). Foi assim estudada a influência do tamanho médio de partícula na carga superficial.

3.1.2 Caracterização elétrica e electroestática de abrasivos

No processo de deposição electroestática de abrasivos, a interação do campo elétrico com as partículas do abrasivo depende das suas características físico químicas e morfológicas, bem como de parâmetros extrínsecos de operação, como a humidade e a intensidade da descarga elétrica.

Neste trabalho foram estabelecidas as relações entre humidade, tamanho de partícula e campo elétrico, para os abrasivos de Al_2O_3 e SiC e para diferentes granulometrias, conhecimento este que não está disponível.

3.1.2.1 Caracterização estrutural e morfológica

Os estudos iniciaram-se com a caracterização estrutural e morfológica dos abrasivos. Os resultados de XRD dos pós Al_2O_3 e SiC são mostrados na Figura 20. O abrasivo Al_2O_3 é maioritariamente corundum, fase- α de Al_2O_3 , que cristaliza com a estrutura hexagonal, tal como representado na Figura 20(a). Não foram detetadas segundas fases e o grau de cristalinidade desta alumina é elevado. Não se observou dependência da estrutura cristalina da granulometria.

O abrasivo SiC apresenta duas modificações da fase- α , indicando ser um material polimorfo com as estruturas cristalinas 4H e 6H, com um rácio da fase de cerca de 1:2, tal como demonstrado na imagem presente no canto superior da Figura 20(b). No gráfico de XRD do pó SiC é possível observar picos marcados com a numeração 4 e 6 que correspondem às fases 4H e 6H, respetivamente.

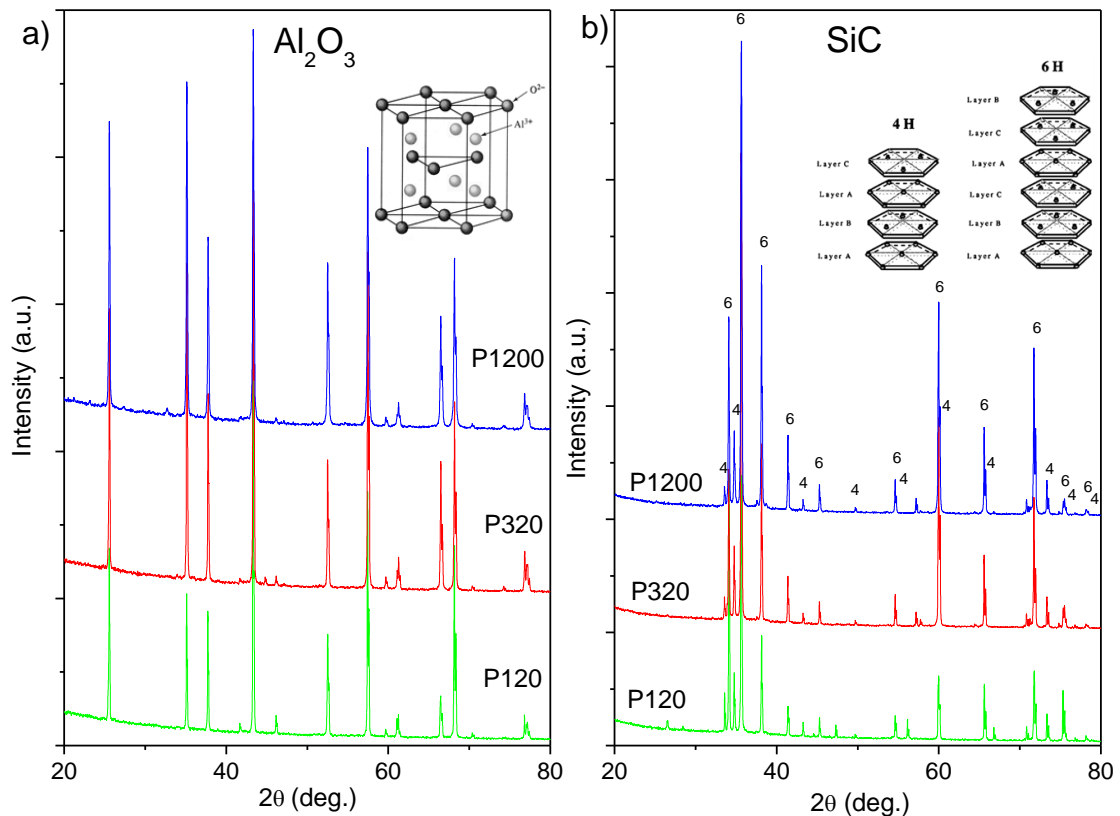


Figura 20 - Difractogramas de XRD Al_2O_3 (a) de SiC (b) com a designação FEPA P1200 (azul), P320 (vermelho) e P120 (verde). As imagens inseridas ilustram a estrutura cristalina da Al_2O_3 (corundum) e de SiC (polimorfos 4H e 6H). Os picos marcados por 4 e 6 nas linhas de XRD correspondem, respetivamente, às fases 4H e 6H de SiC.

A morfologia das partículas (forma, tamanho médio e sua distribuição) foi caracterizada por diferentes técnicas. As micrografias de SEM (Figura 21) ilustram claramente a forma prismática de ambos os abrasivos, aludindo à sua uma estrutura cristalina hexagonal. As partículas são igualmente angulosas, como resultado do seu processamento e aspeto fundamental para a aplicação a que se destinam.

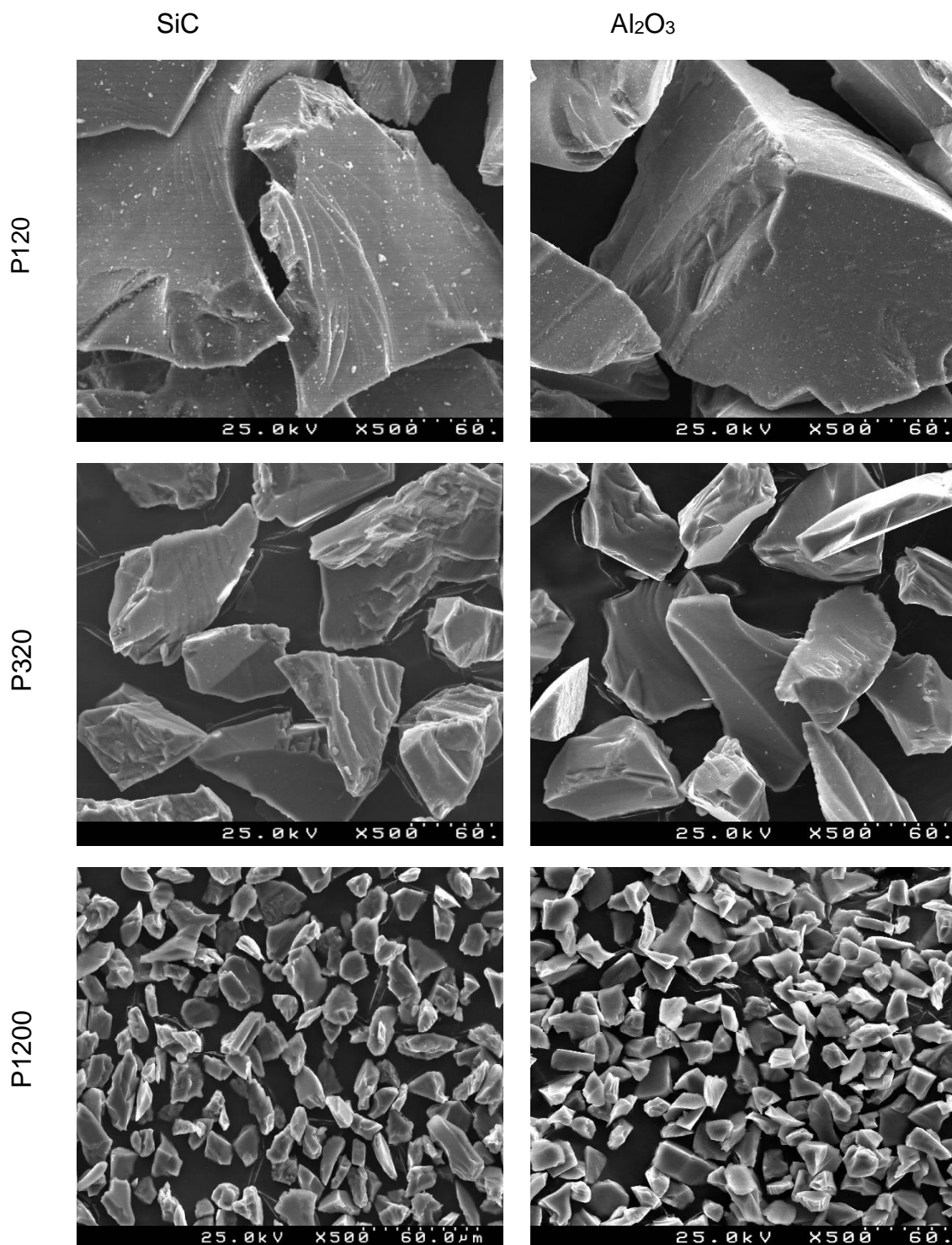


Figura 21 - Micrografias de SEM de Al₂O₃ (esquerda) e SiC (direita) dos padrões P1200 (topo), P320 (meio) e P120 (baixo).

Foi também determinada a distribuição do tamanho médio de partícula dos abrasivos através de um contador de partículas Coulter. A Figura 22 ilustra essas distribuições para SiC e Al₂O₃, bem como os valores do tamanho médio de partícula das respectivas designações P120, P320 e P1200, designadamente 156μm, 63μm e 13μm, para o caso de Al₂O₃ e 153μm, 60μm e 15μm, para SiC. Tratam-se de distribuições monomodais, com picos centrados em 155,4μm, 57,8μm e 17,2μm para Al₂O₃ e 161,2μm, 57,77μm e 14,26μm para SiC, nas respectivas distribuições granulométricas P12, P320 e P1200. De notar para os pós finos, P1200, a existência uma ligeira inflexão na curva, indicativa de certo volume de partículas finas na região de 1μm. Apesar desta inflexão ser visível para ambos os abrasivos, para a granulometria fina, é sem dúvida mais evidente para os pós de alumina.

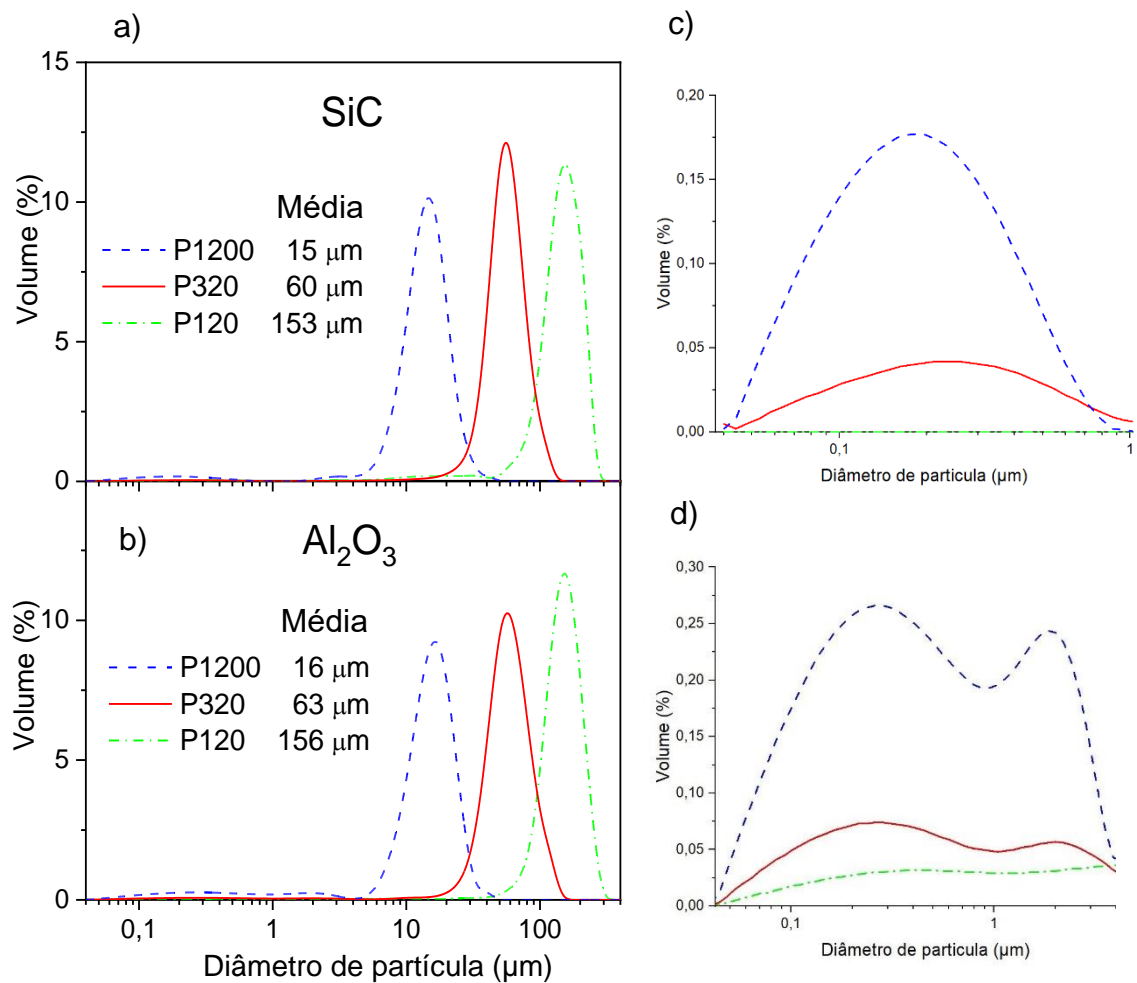


Figura 22 - Figura a) e b): Distribuição do tamanho de partícula de SiC (a) e Al₂O₃ (b) das designações FEPA P1200 (azul), P320 (vermelho) e P120 (verde) juntamente com o seu tamanho médio de partícula. Figura c) e d): zoom do gráfico na região entre 0,1μm e 1μm

Os dados obtidos para os valores médio de tamanho de partícula aproximam-se bastante dos valores fornecidos pela empresa, observados na Tabela 8.

Tabela 8 - Dados de tamanho médio de partícula

Materiais	Granulometria (µm)	Tamanho médio de partícula fornecido pela empresa(µm)	Tamanho médio de partícula calculado(µm)	Pico máximo (µm)
Al₂O₃	P120	125	156	161,2
	P320	46,2	63	57,77
	P1200	15,3	16	14,26
SiC	P120	125	153	155,4
	P320	46,2	60	57,77
	P1200	15,3	15	17,18

3.1.2.2 Caracterização elétrica e electroestática dos abrasivos

Tendo em atenção que a estabilidade de uma dispersão de partículas num meio líquido, não tem ligação direta com as propriedades de escoamento desse mesmo pó no estado seco e sob a ação de campo elétrico, consideramos no entanto que em termos de comparação, e devido às dificuldades em quantificar cargas superficiais em materiais isoladores, o conhecimento da variação da carga elétrica destes pós em água em função do pH, poderá elucidar em relação ao comportamento electroestático destes abrasivos.

As curvas de potencial zeta (figura 23) de SiC P1200 (triângulos abertos), SiC P320 (triângulos sólidos), Al₂O₃ P1200 (círculos abertos) e Al₂O₃ P320 (quadrados sólidos) em função da variação do pH, estão representadas na Figura 23. Os valores de potencial zeta são negativos tanto para SiC como Al₂O₃, e igualmente para ambas as designações FEPA P320 e P1200. Os valores de ζ aumentam com o aumento do valor de pH, sendo mais visível o efeito na região mais ácida de pH. Na região de valores mais elevados, correspondendo a um pH básico, existe uma evidente separação de comportamentos, em que o valor de ζ se torna mais elevado para Al₂O₃ comparativamente a SiC, independentemente do tamanho de partícula. Para pH básico os valores de ζ da

Al_2O_3 ($\zeta = 45\text{mV}$) são superiores aos dos pós de SiC ($\zeta = 35\text{ mV}$). Isto aponta para que em condições idênticas a carga superficial dos abrasivos de alumina é maior.

Por limitações do equipamento de medida, apenas foi possível realizar medições para o P320 e P1200, de ambos os pós abrasivos, já que o tamanho de partícula de P120 ultrapassa a gama permitida para medições para este equipamento específico. No entanto é ainda de salientar destas medidas a variação de ζ com o tamanho médio de partícula, ou seja, o efeito da granulometria. Esta variação é mais óbvia e sistemática para o caso dos pós de SiC, para os quais ζ diminui para granulometrias mais grosseiras.

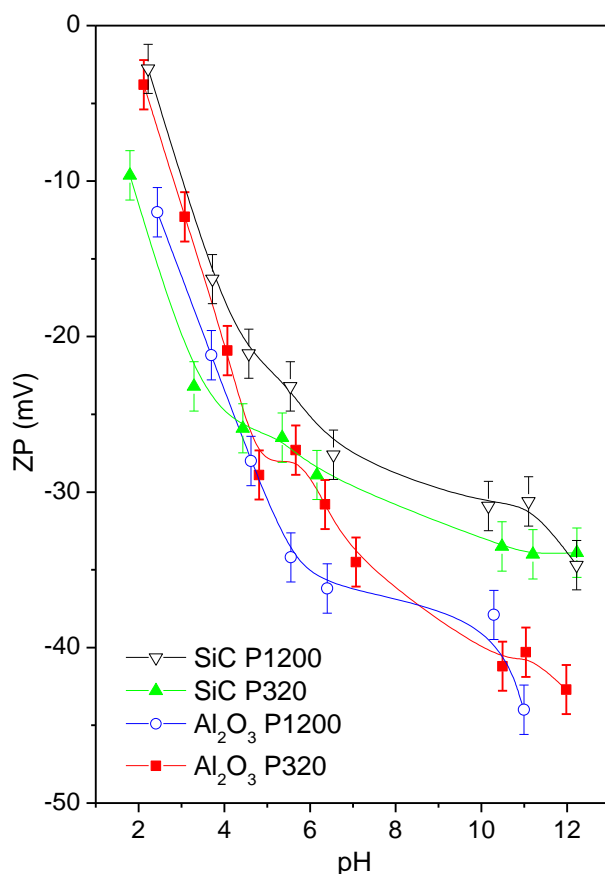


Figura 23 - Potencial Zeta de SiC P1200 (triângulos abertos), SiC P320 (triângulos sólidos), Al_2O_3 P1200 (círculos abertos) e Al_2O_3 P320 (quadrados sólidos) em função da variação do pH.

De seguida procedeu-se à caracterização da resistividade dos pós e sua dependência do tamanho de partícula e humidade.

A Figura 24 apresenta os valores de resistividade elétrica em função do tamanho de partícula e de variação da humidade. No caso de SiC, nenhuma variação significativa é observada quando existe uma variação de humidade, o que significa que esta modificação da superfície da amostra é, de certa forma, mascarada por um valor de resistividade intrinsecamente baixo, na ordem dos M Ω /mm. Esta ordem de resistividade foi também relatada por Bouanga *et al.* para um pó de SiC com tamanho médio de partícula de 54 μ m [48]. Já para Al₂O₃ existe uma variação na casa de 6 ordens de magnitude entre as resistividades de pós húmidos e seco, enquanto que para os abrasivos em virgem, sem qualquer tratamento, mostram valores intermédios. Esta variação de resistividade com humidade foi também relatada por Favre *et al* [49]. para pós de Al₂O₃ com tamanho médio de partícula de 320 μ m [50]. Esta elevada variação indica que a resistividade de um material intrinsecamente isolador, como o Al₂O₃, pode ser fortemente suprimido pela humidade em grandes áreas superficiais, característica para pós. Outro ponto a apontar é que para ambos os materiais a resistividade apresenta valores mais altos para uma granulometria intermédia, correspondendo a P320. Os resultados demonstram que, para uma atmosfera saturada com 91% H.R., ambos os pós (SiC e Al₂O₃) apresentam valores muito semelhantes. No entanto, quando estas medições são realizadas num ambiente com 52% H.R. com abrasivos virgem sem qualquer tipo de tratamento e para pós secos numa atmosfera de 17% H.R. ambos os materiais tem um comportamento bastante distinto.

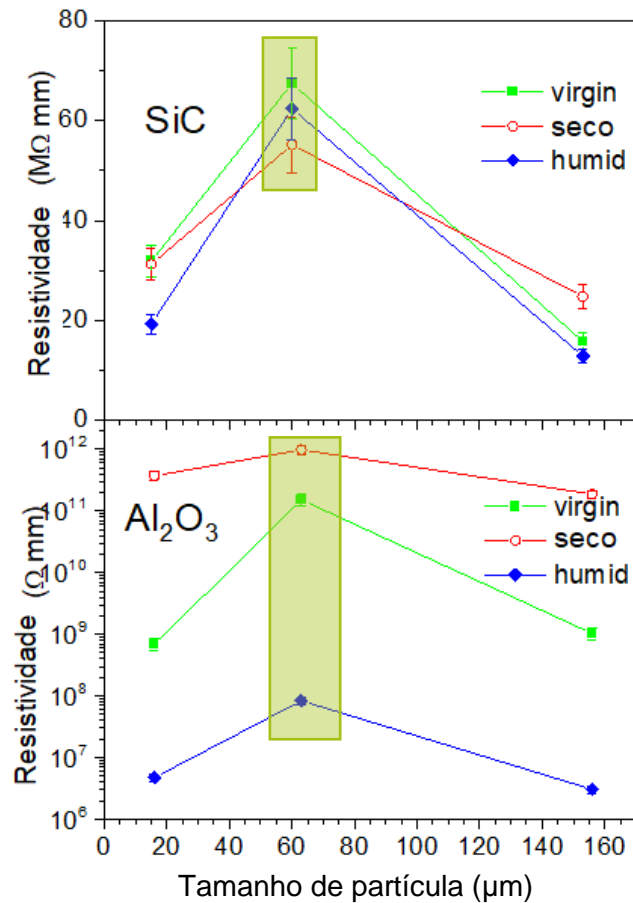


Figura 24 - Resistividade de SiC (cima) e Al₂O₃ (baixo) em função do tamanho de partícula para pó virgem (quadrado sólido), seco (círculos abertos) e húmido (diamante sólido).

Perante esta informação da resistividade dos pós abrasivos, efetuaram-se medidas de carga superficial em pós equivalentes, por recurso aos Copos de Faraday desenvolvidos neste trabalho, para este efeito.

A Figura 25, representa os valores de carga superficial de pós de Al₂O₃ e SiC sem qualquer tratamento, em função do tamanho médio de partícula.

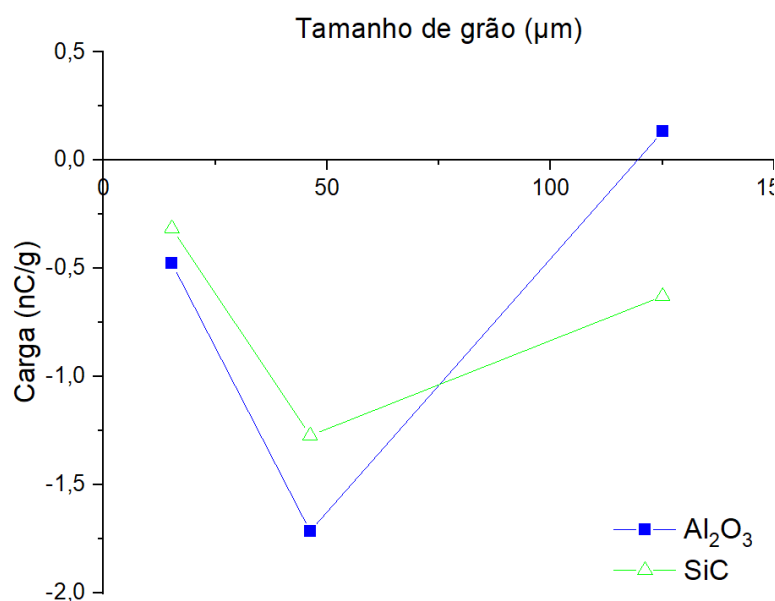


Figura 25 - Cargas superficiais de pós de SiC (verde) e Al₂O₃ (azul) sem qualquer tratamento (designados por virgens) para as granulometrias P120, P320 e P1200 virgem (sem tratamento), determinadas por Copos de Faraday.

As cargas superficiais dos pós variam entre -1,8 nC/g e 0,25 nC/g (valores máximos e mínimos determinados), onde comparando com os resultados obtidos por *Lorite, I. et al*, onde, para uma granulometria de 85 μm (próxima do valor da granulometria 46,2 μm, correspondente a P320) obtiveram valores de cerca de 2 nC/g, de onde é possível observar que estes valores se assemelham mudando apenas o sinal de carga.

As maiores cargas superficiais estão associadas aos pós de Al₂O₃. Apesar de não ser possível estabelecer uma relação direta, como discutido atrás, a mesma variação foi encontrada para os valores do potencial Zeta, indiciando um comportamento de superfície, e especificamente a nível de cargas superficiais, diferente entre os pós de SiC e os pós de Al₂O₃.

Pode ainda observar-se que existe um pico máximo, no valor de carga de -2 nC/g, para o caso da granulometria P320 (com tamanho médio de grão de 46,2 μm) para ambos os materiais, aproximando-se de uma carga nula para as granulometrias de P120 e P1200 (com tamanhos médios de grão de 125 μm e 15,3 μm).

Analisando agora a variação com a humidade, representada no gráfico da Figura 26, para SiC e Al₂O₃ P120, P320 e P1200, verifica-se um efeito marcante da humidade nas cargas de superfície destes pós, principalmente na alumina. De um modo geral a carga superficial de ambos diminui aproximando-se de valor nulo à medida que a humidade dos pós aumenta. Esta variação é mais óbvia para os pós de granulometria intermédia.

Assim os valores mais elevados de carga superficial têm sinal negativo (o que também foi demonstrado anteriormente pelo potencial Zeta) e foram determinados para os pós secos, sendo o valor máximo de -2 nc/g para Al₂O₃ P320. Este valor é duas vezes superior ao valor de -1 nc/g para SiC P320 maior que todos os outros valores quando a estamos perante um ambiente em que a humidade é inferior a 50%. Porém, quando a humidade aumenta para valores que rondam os 91% H.R. o valor de carga diminui para todos os pós e todas as granulometrias. Estas observações podem ser de alguma forma correlacionadas com a variação da resistividade destes pós, na presença de humidade, e descrita na Figura 24.

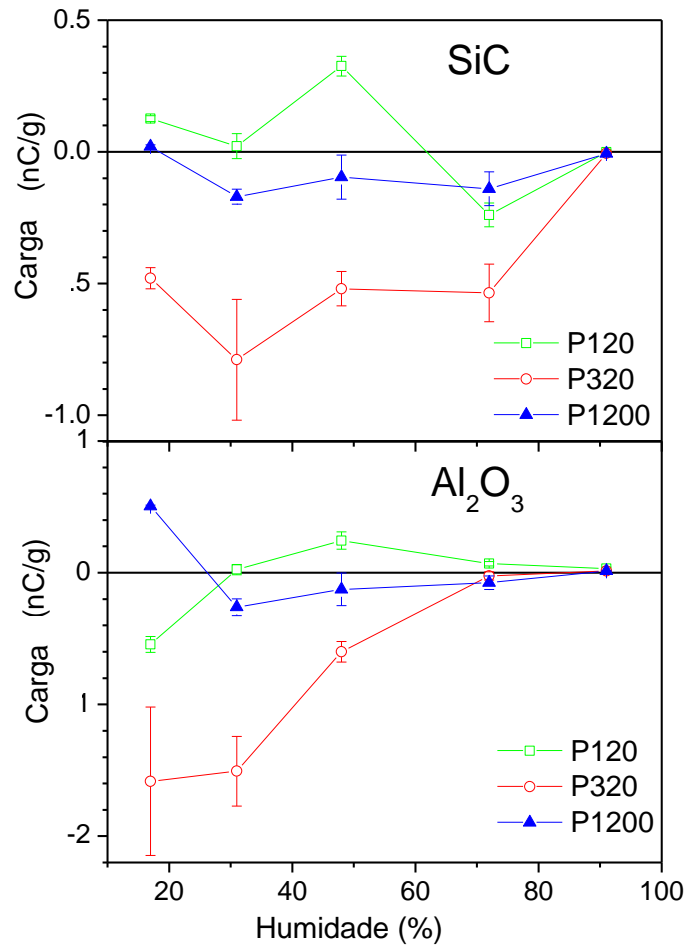


Figura 26 - Cargas superficiais em função da humidade dos pós de SiC (cima) e Al₂O₃ (baixo) de P1200 (triângulos sólidos), P320 (círculos abertos) e P120 (quadrados abertos), determinadas por Copos de Faraday.

Para identificar o efeito da polarização por descarga elétrica nas cargas de superfície, cada um destes pós foi exposto a diferentes valores de humidade, como descrito na parte experimental, e seguidamente sujeitos a uma descarga elétrica por corona, tendo-se aplicado um diferença de potencial de 8,5 kV, e as cargas superficiais medidas.

No gráfico da Figura 27, podemos observar que os valores obtidos para ambos os materiais foram muito semelhantes aos já obtidos anteriormente, demonstrados na Figura 26, em que o máximo de carga se para o Al₂O₃ se situa nos -1.8 nC para valores de baixa humidade, bem como é igual no caso do SiC, apenas sendo este valor de carga -1.4 nC. Tal como anteriormente a quantidade

de cargas superficiais diminui com o aumento de humidade, o que pode indicar que a aplicação da descarga não surtiu qualquer efeito na polarização das partículas.

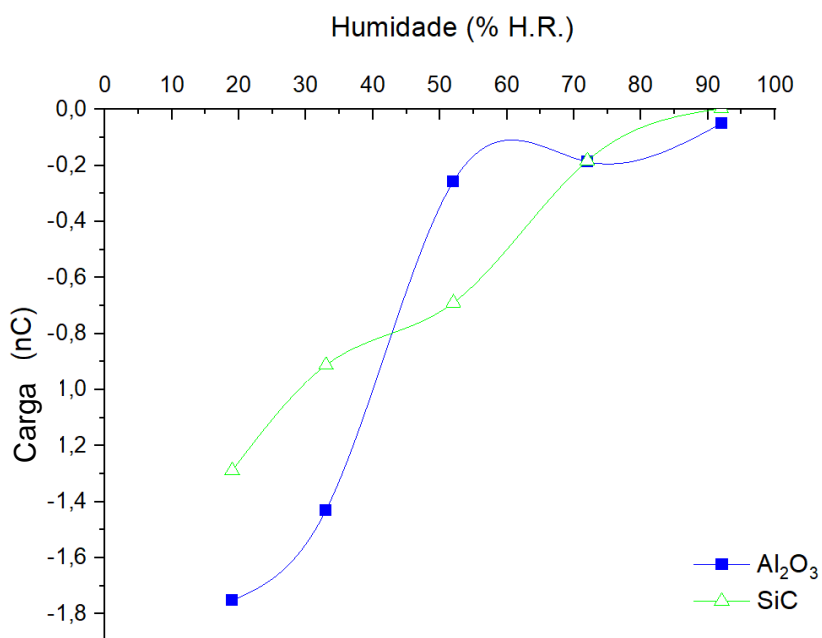


Figura 27 - Cargas superficiais de Al₂O₃ (quadrado azul) e SiC (triângulo verde) em função da humidade quando previamente foi aplicada uma descarga eléctrica de valor 8,5 kV, determinadas por Copos de Faraday.

3.1.2.3 Caracterização química

Após a caracterização eléctrica dos pós SiC e Al₂O₃ e para entendimento e identificação dos fenómenos de superfície e sua alteração, realizaram-se estudos de análises químicas a alguns destes pós. Os resultados estão descritos nas Figuras 28.

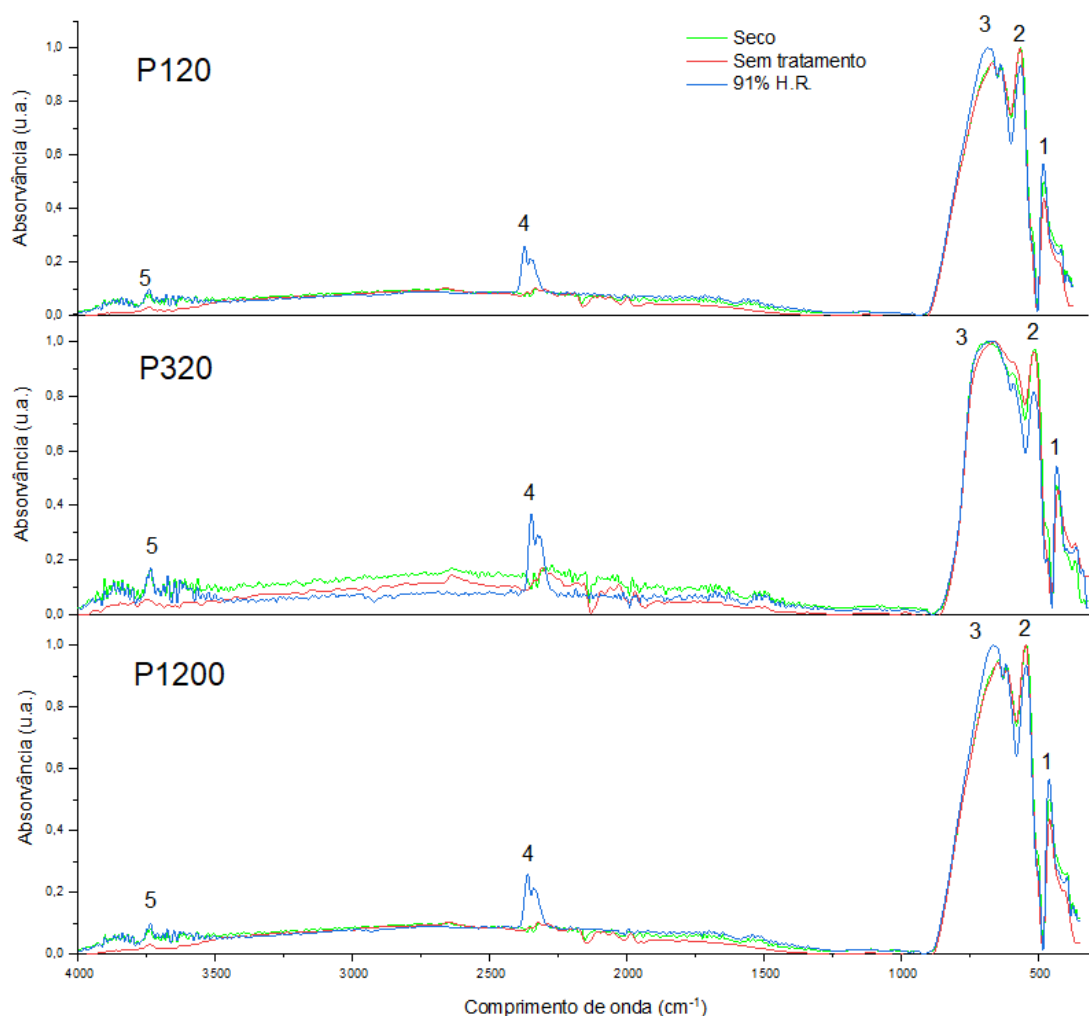


Figura 28 - Espectro de FTIR de Al₂O₃ para as granulometrias P120 (cima), P320 (meio) e P1200 (baixo). Em cada espectro temos os estado das amostras em sem tratamento (vermelho), seco (preto) e húmida (azul).

O espectro de FTIR para o abrasivo Al₂O₃ é representado por 5 picos principais que correspondem a diferentes ligações. Na gama de comprimento de onda compreendido entre 300 e 900 cm⁻¹, as bandas 1, 2 e 3, correspondem a um alongamento da ligação Al-O. Para comprimentos de onda maiores, entre 3500 - 4000cm⁻¹, deteta-se a presença de moléculas de água, representada por 5. Isto acontece quando aumentamos a humidade da amostra, como é o caso da amostra com 91% H.R. como seria de esperar. No entanto, um fenómeno que não seria de esperar é o representado pela banda no comprimento de onda 2361cm⁻¹ (4). Na Figura 29 é feita uma ampliação dos 3 espectros na região média de comprimento de onda, entre 2000 e 2600 cm⁻¹. Neste é possível

observar que no caso do pó húmido (cerca de 91%H.R.) surge um pico no comprimento de onda 2361 cm^{-1} , representado por 4, que corresponde a uma ligação de CO_2 . A presença do CO_2 é detectada quando trabalhamos com pós saturados em humidade. Uma possível explicação é que presença de humidade e correspondentes moléculas de água promovem a adsorção de CO_2 , como reportado em Boumaza *et al* [51]. Contaminações no processo de análise poderão ser também uma possível fonte, mas consideravelmente menos plausíveis.

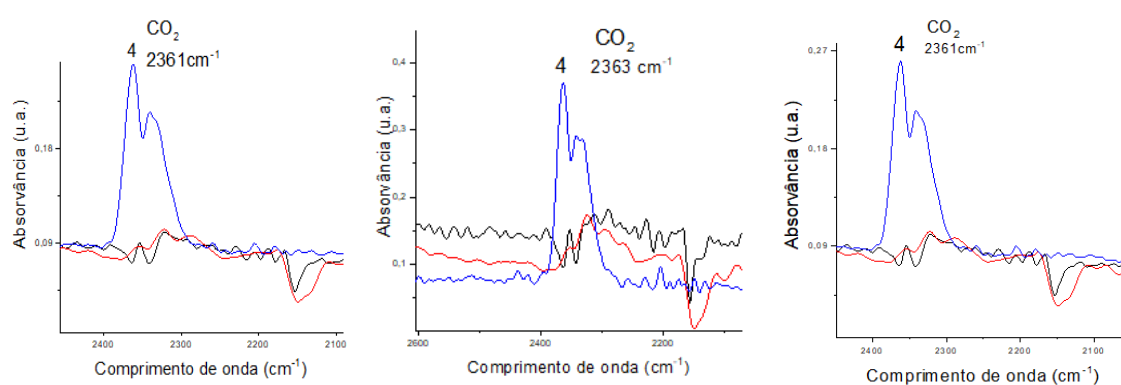


Figura 29 - Ampliação do espectro de FTIR de Al_2O_3 para as granulometrias P120 (esquerda), P320 (meio) e P1200 (direita) na gama compreendida entre $2000\text{-}2600\text{ cm}^{-1}$. Em cada espetro temos os estado das amostras em sem tratamento (vermelho), seco (preto) e húmida (azul)

Por fim, como forma de complementar a caracterização e o estudo dos fenómenos que possam estar a ocorrer à superfície das partículas, procedeu-se a uma análise de XPS para os pós de Al_2O_3 , por terem revelado comportamentos mais distintos e uma dependência mais marcada das variáveis em estudo, do que os pós de SiC. Na Figura 30, estão representados os espetros de XPS dos pós Al_2O_3 sujeitos a diversos tratamentos: pós sem tratamento, pó seco, pó seco e posteriormente humidificado, pó seco com posterior polarização e finalmente utilizou-se um pó seco, que foi de seguida humidificado e por fim polarizado, representando-se a banda C 1s e O 1s. O pico C foi utilizado para normalizar o espetro de XPS, visto que eles fazem mudança de medida para medida. O pico

O foi reportado por *Lorite et al.* como sendo o elemento que foi mais afetado pela humidade ou pelos grupos de OH.

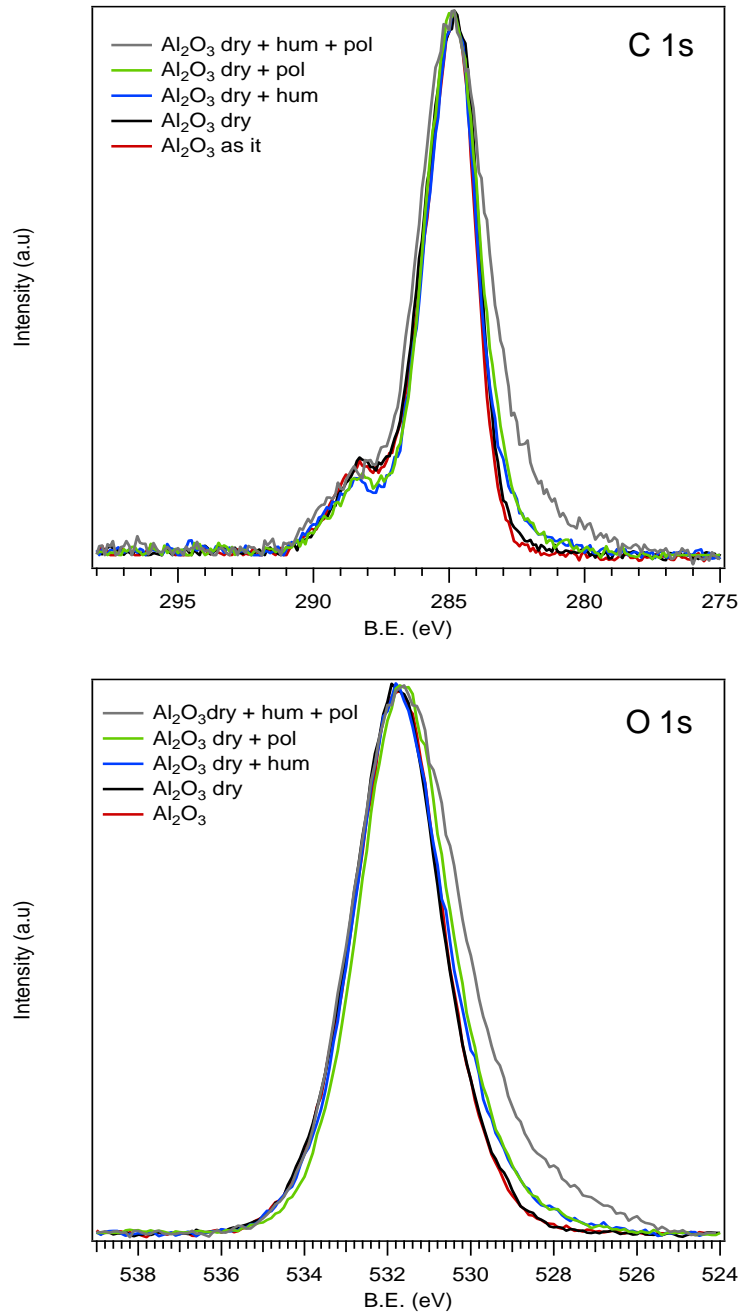


Figura 30 - Espectro XPS para Al_2O_3 nos diversos meios. Sem tratamento (vermelho); Seco (preto); Seco + húmido (azul); Seco + polarizado (verde); Seco + Húmido + polarizado (cinza)

Como se pode verificar, as análises de XPS foram inconclusivas, não tendo revelado diferenças a nível de superfície entre os diferentes pós, como as outras caracterizações claramente ilustraram. Julga-se neste caso, que o ambiente e os tratamentos prévios em que são adquiridos os espetros, possam influenciar a superfície das partículas, de tal forma que não são detetadas quaisquer alterações.

A título de sumula é então possível dizer que com base nos estudos sistemáticos atrás descritos a pós abrasivos α -SiC e α -Al₂O₃, se estabeleceram as relações entre tamanho de partícula, humidade, resistividade e carga eletrostática.

Válido para os dois abrasivos, em termos de tamanho de partícula, 15-16 μm , 60-63 μm e 153-156 μm , os pós da granulometria intermédia exibem os valores mais elevados de carga elétrica e a mais marcada dependência da humidade, bem como a maior resistividade. No entanto, comparando os pós de SiC com os de Al₂O₃, os últimos apresentam cargas elétricas de superfície cerca de duas vezes maiores em seco e humidades intermédias, acompanhados por valores de resistividade várias ordens de grandeza superior. Em condições húmidas, todos os pós revelam valores decrescentes de carga e resistividade.

Estas relações não conhecidas até ao momento, julga-se serem importantes para a otimização do processo de deposição electrostática da INDASA, podendo até implicar, por exemplo a deposição em condições de atmosfera controlada e a adaptação das condições de deposição, consoante a granulometria a depositar.

3.2 Isolador do Cilindro Terra e Tapetes transportadores

No âmbito da problemática da otimização da deposição electrostática é do interesse da INDASA o conhecimento sobre a variação das propriedades dos tapetes transportadores do electroestato com o uso e a comparação do comportamento elétrico de materiais isoladores do cilindro terra do electroestato.

3.2.1 Caracterização estrutural e elétrica do isoladores do cilindro terra

Desta análise fizeram parte duas borrachas isoladoras usadas no cilindro terra, designadas por nova (fornecedor alternativo) e usada (fornecedor habitual), cuja informação existente na INDASA é muito residual. Procedeu-se então à caracterização destes materiais.

A caracterização estrutural por XRD apresenta-se na Figura 31. O difractograma apresenta um conjunto de picos bem definidos identificados como sendo quartzo e uma banda menos bem definida para ângulos 2θ pequenos. Existem uns pequenos picos que não foram identificados. A presença de quartzo em ambos os isoladores advém do processo de produção do isolador e, como isolador elétrico que também é, em nada compromete o desempenho elétrico da referida borracha. Assim, apesar de borrachas fornecidas por diferentes fornecedores, do ponto de vista cristalográfico, são idênticas, sem diferenças relevantes.

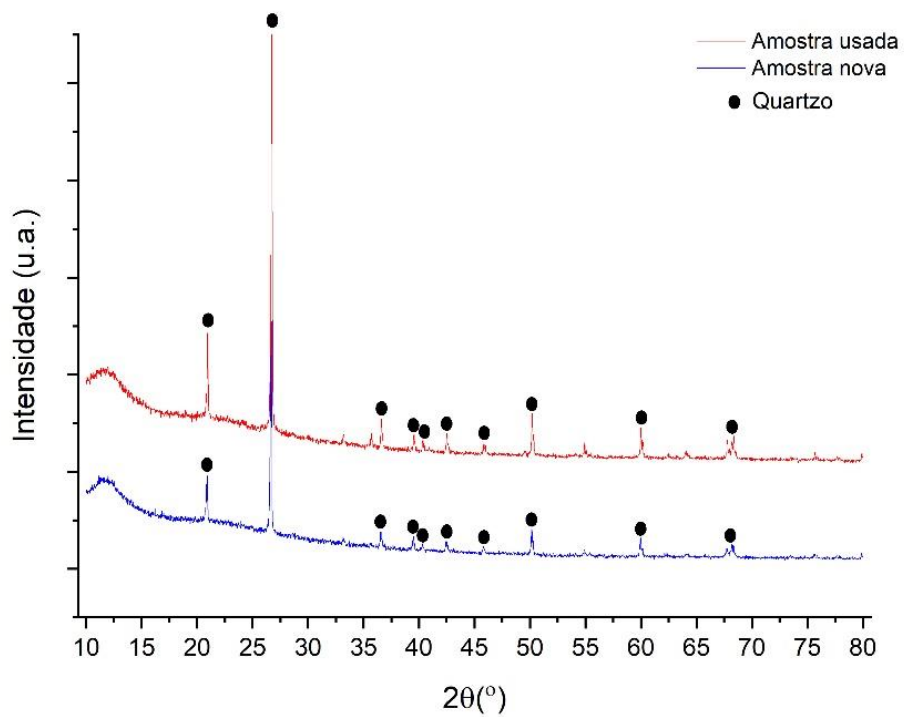


Figura 31 - Difractogramas de DRX das borrachas isoladoras nova (azul) e da usada (vermelho).

A identificação da natureza química destas borrachas foi efetuada por SEM-EDS e os respetivos espetros estão representados na Figura 32.

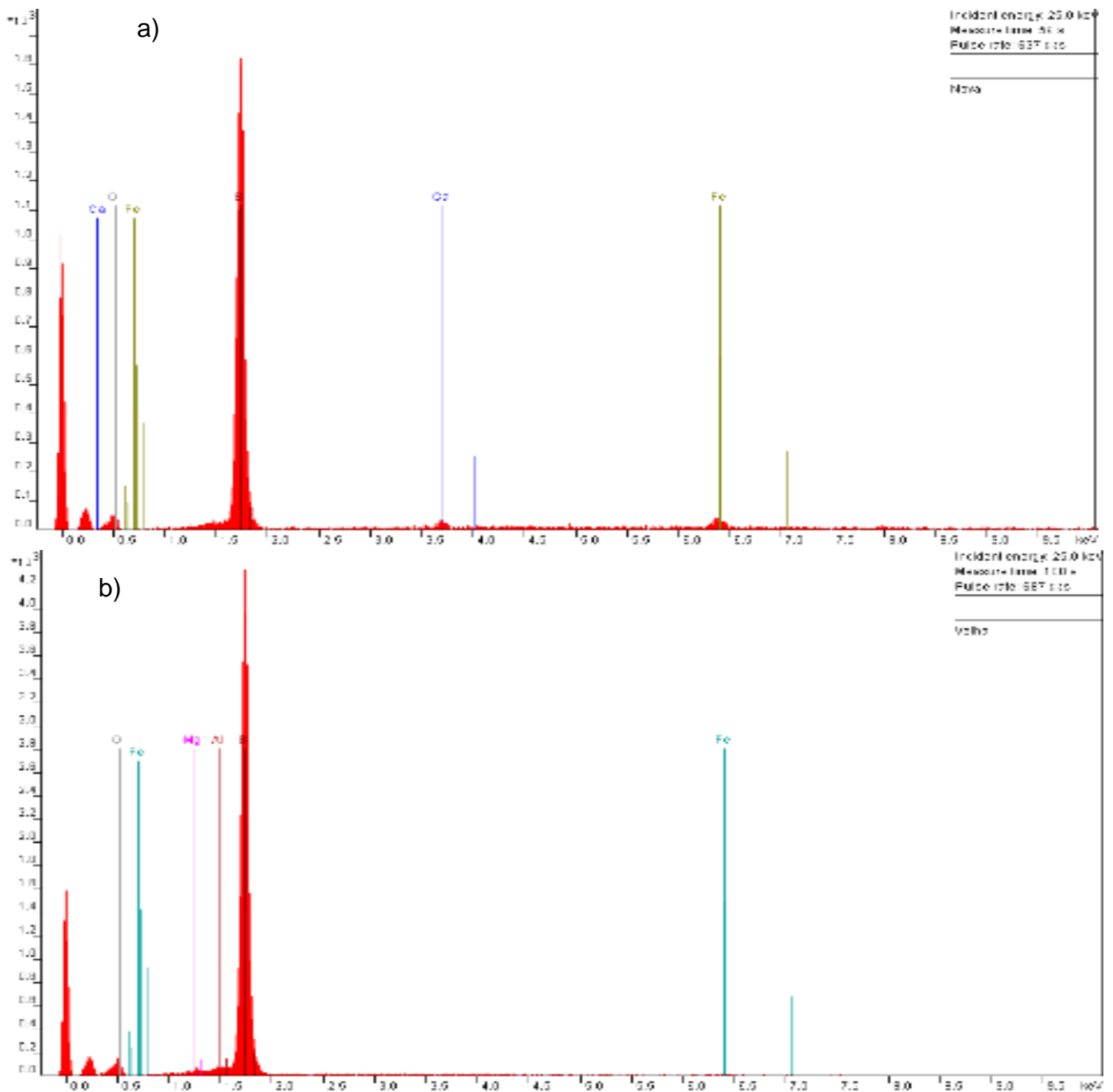


Figura 32 - Análise SEM-EDS das borracha isoladora: a) nova; b) usada

Da análise dos espectros é possível confirmar que os elementos presentes nestas borrachas são: cálcio, oxigênio, ferro, magnésio alumínio e silício.

Os espectros são muito com aparecimento dos picos correspondentes aos mesmos elementos. Os elementos presentes em menor “quantidade” como o ferro, cálcio e magnésio podem estar associados a impurezas presentes na

borracha. Por outro lado, é de notar uma pequena diferença entre o isolador novo e o usado. No caso do usado surge a presença de alumínio, enquanto que no material novo não. Isto pode explicar que existe uma degradação do material com o tempo, pois existe a presença de um alumínio, elemento este que faz parte da composição de um dos abrasivos, que será caso de estudo neste projeto como demonstrado anteriormente na sua análise. Isto demonstra que com o tempo existe uma ocupação dos poros por partículas de abrasivos.

A análise por FTIR destes materiais está representada na Figura 33 e a respetiva identificação dos picos na Tabela 9. Os espetros destas borrachas, são mais uma vez idênticos e caracterizados por: na gama de comprimento de onda mais elevado, a ligação numerada por 1, referente a um comprimento de onda com valor de 2963 cm^{-1} e 2906 cm^{-1} , corresponde a uma vibração C-H no grupo CH_3 . Para zonas intermédias de comprimento de onda, surgem duas ligações diferentes, de valor 1412 cm^{-1} e 1258 cm^{-1} , correspondendo à numeração 2, e 1050 cm^{-1} e 1002 cm^{-1} , que corresponde a 3. Estas ligações 2 e 3 correspondem a Si- CH_3 e Si-O-Si, respetivamente. Por fim, para comprimentos de onda mais baixos, surge novamente a ligação 2, aparecendo mais duas ligações distintas, denominadas por 4 e 5, que correspondem a Si $(\text{CH}_3)_2$ e a uma vibração cis CH. Estes espetros são típicos de borrachas e muito comparáveis entre si, não revelando mais uma vez diferenças a nível de ligação química dos seus compostos.

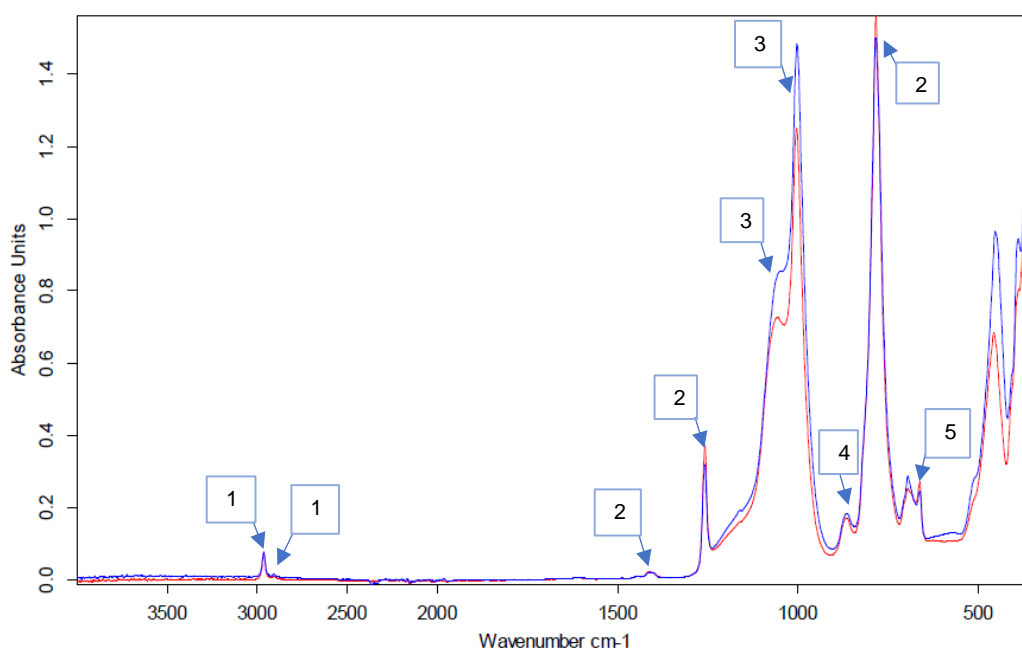


Figura 33 - Análise FTIR das borracha isoladora nova (vermelho) e da usada (azul).

No espectro é observável a existência de cinco ligações diferentes, como observado na tabela 9.

Tabela 9 - Modos de vibração presentes no espectro de FTIR de ambos os isoladores do cilindro terra.

Número de onda (cm ⁻¹)	Ligação	Referência
1	Vibração C-H no grupo CH ₃	[52]
2	Si-CH ₃	[52] e [53]
3	Si-O-Si	[53]
4	Si (CH ₃) ₂	[53]
5	Vibração cis CH	[54]

Associada à aplicação destas borrachas nos cilindros do electroestrato procedeu-se à avaliação do seu comportamento elétrico, nomeadamente a determinação da permissividade elétrica, perdas dielétricas e a rutura elétrica.

A permitividade relativa e perda dielétrica em função da variação da frequência para as borrachas nova e usada, está representada na Figura 34.

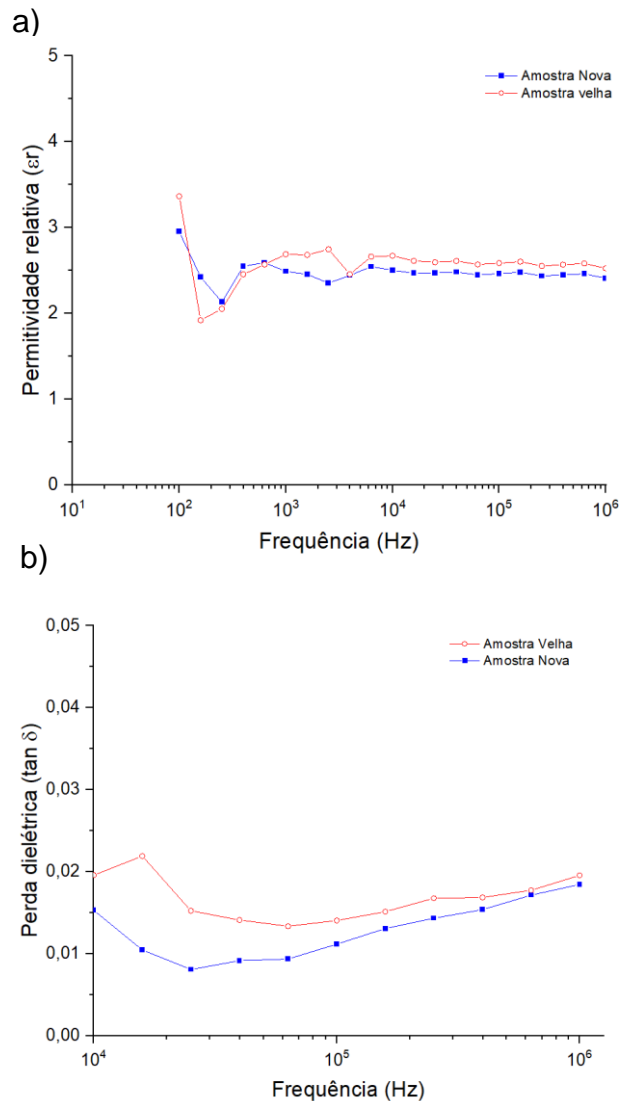


Figura 34 - Permitividade relativa (a) e perda dielétrica (b) das borrachas isoladoras nova (vermelho) e da usada (azul).

A permitividade dielétrica destas borrachas é de cerca de $\epsilon_r = 2,5$ e não varia apreciavelmente com a frequência, nesta gama de frequências. Já o valor de perda dielétrica ($\tan \delta$) varia entre um máximo de 0,05 e um mínimo de 0,01, com uma variação quase independente da frequência de medida. Mais uma vez não há variações significativas do comportamento entre os dois materiais.

A figura 35 representa a variação da densidade de corrente elétrica versus o campo elétrico para as borrachas isoladora nova (vermelho) e da usada (azul). Aplicou-se uma tensão até 1kV (máximo permitido pelo equipamento), e foi-se medindo a corrente que atravessa a amostra. À medida que o campo elétrico foi aumentando a densidade de corrente foi aumentando de um modo quase linear, para os ambos os materiais. Nas presentes condições de medida não se atingiu a rotura dielétrica e a densidade de corrente obtida apresenta valores muito baixos, na ordem dos 10^{-7} A/cm² atestando a qualidade das borrachas analisadas. Diferentemente das análises anteriores, o comportamento destes materiais do ponto de vista de densidade de corrente em função do campo elétrico não é o mesmo.

A partir deste gráfico foi possível calcular a condutividade elétrica dos materiais, determinando o declive das retas, e neste caso os valores de condutividade determinados foram de $\sigma = 4,93 \cdot 10^{-9}$ ($\Omega \cdot \text{cm}$)⁻¹, para a borracha nova, e de $\sigma = 8,21 \cdot 10^{-9}$ ($\Omega \cdot \text{cm}$)⁻¹, para a amostra usada, Apesar de muito baixos e típicos de borrachas, a condutividade da borracha nova é menor, do que a da borracha usada.

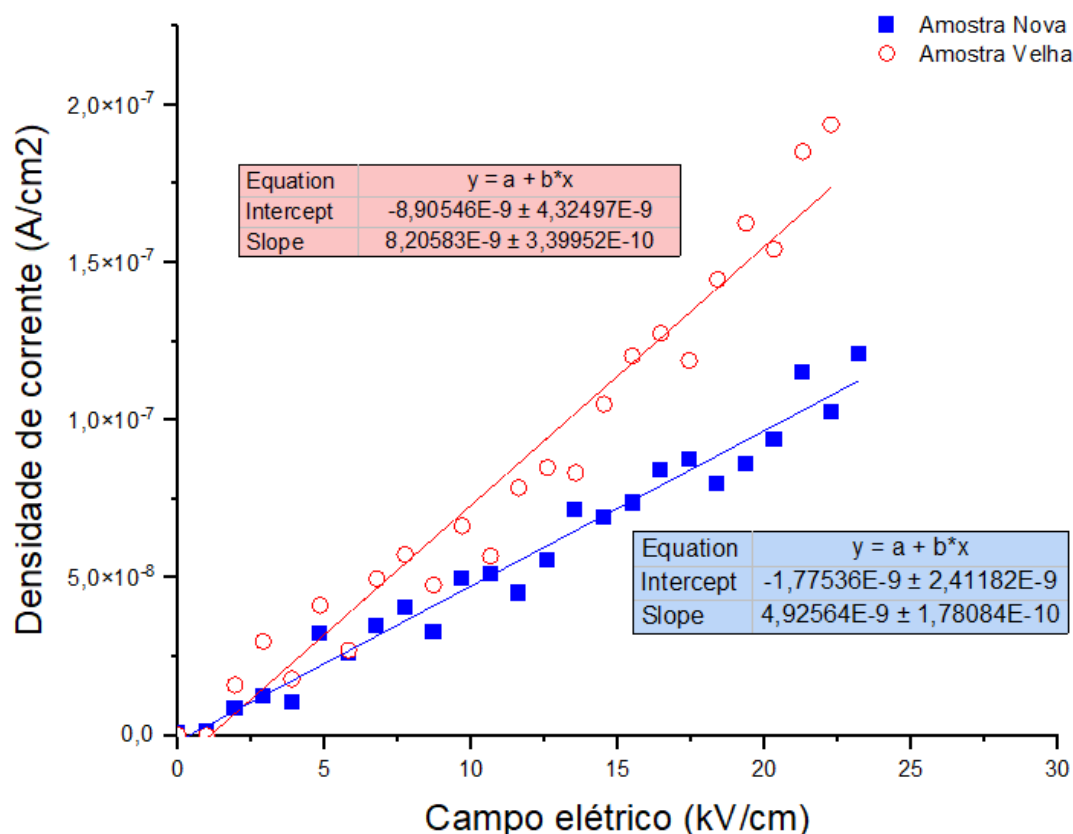


Figura 35 - Variação da densidade de corrente elétrica versus o campo elétrico para as borrachas isoladora nova (vermelho) e da usada (azul), em que o declive corresponde à condutividade das amostras.

3.2.2 Caracterização estrutural e elétrica dos tapetes transportadores (atual e novo)

Associada à aplicação destes tapetes transportadores procedeu-se à avaliação do seu comportamento elétrico, nomeadamente a determinação da permitividade elétrica e perdas dielétricas

A permitividade relativa e perda dielétrica em função da variação da frequência para as secções Centro e Lateral do tapete atual. Na figura 36, a permitividade dielétrica da secção centro e lateral apresentam, respetivamente, um máximo de $\epsilon_r = 8$ e $\epsilon_r = 7$, para frequências baixas e mínimo de $\epsilon_r = 6$ e $\epsilon_r = 5,5$, para frequências elevadas. Já o valor de perda dielétrica ($\tan \delta$) mantém-se praticamente constante em $\tan \delta = 0,1$, com uma variação quase independente

da frequência de medida. Isto mostra que não há variações significativas do comportamento entre ambas as secções.

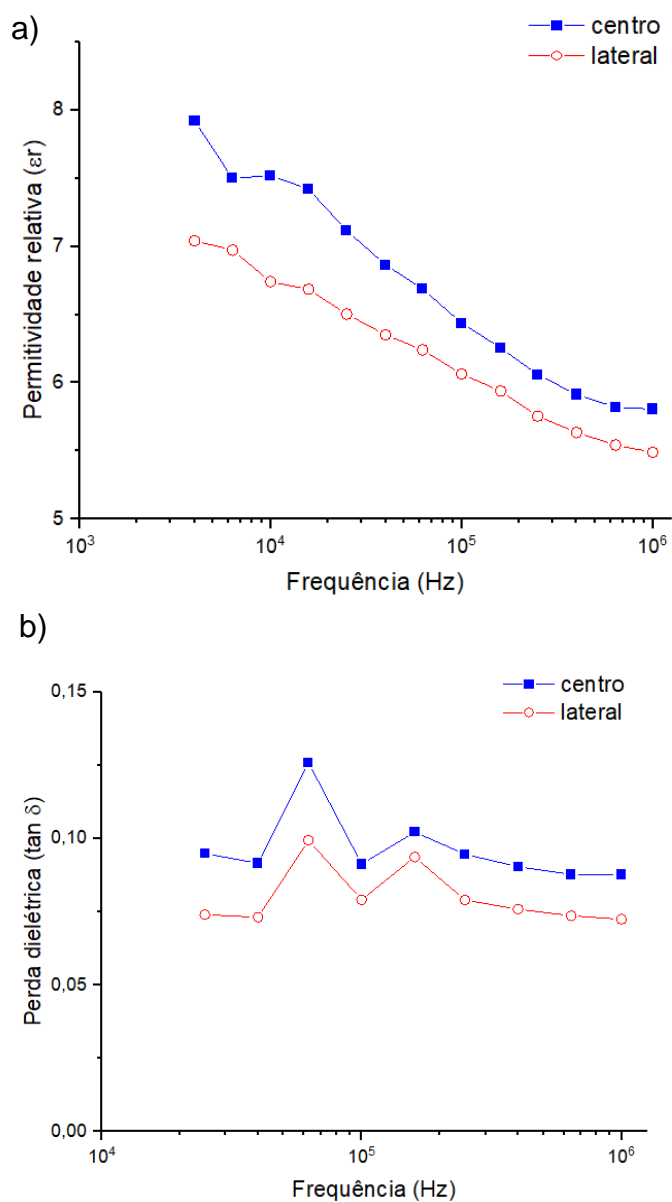


Figura 36 - Curvas da permitividade obtidas para as amostras do tapete original, comparando as secções central e lateral (a)). Curva das perdas dielétricas obtida para as amostras do tapete atual, comparando as secções central e lateral (b)).

Analisando gráfico da figura 37, verificamos que os valores de permitividade de ambos os tapetes (verde e branco) têm uma diminuição do valor de permitividade em relação ao tapete original. O valor do tapete verde atinge

uma máxima de $\epsilon_r = 4,5$ em 10 kHz diminuindo para valores mais baixos em 1 MHz de $\epsilon_r = 2$. Já o tapete branco mantém o valor de permissividade estável ao longo de todo o espectro de frequência no valor de $\epsilon_r = 2$. Neste tapetes é possível observar que com o aumento de frequência temos o aumento do valor de perdas dielétricas. Analisando o tapete verde vemos que o seu valor é superior ao do tapete original situando-se em valores com um pico máximo de $\tan\delta = 0,25$. No tapete branco as perdas dielétricas com o aumento de frequência vemos que as perdas dielétricas tomam um valor semelhante ao do tapete original, com uma valor de $\tan\delta = 0,1$.

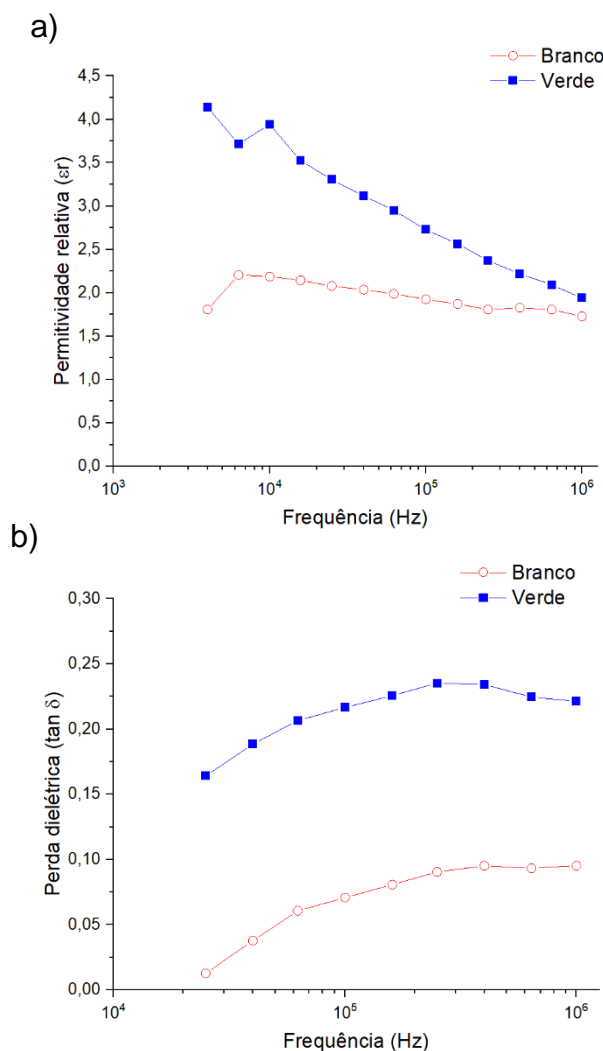


Figura 37 - Curvas da permissividade obtidas para os tapetes Verde e Branco (a). Curvas das perdas dielétricas obtidas para os tapetes novos (Verde e Branco) (b)).

Camadas Individuais

Num perspectiva mais profunda do estudo, realizou-se o estudo de cada camada que compõem os tapetes transportadores, tomando-se em consideração três partes: superfície, matriz e fibras.

- Camada Superficial

Na Figura 38 estão representadas as curvas das perdas dielétricas e da permitividade, para as secções central e lateral, da camada superficial do tapete original. A permitividade dielétrica da secção centro e lateral apresentam, respetivamente, um máximo de $\epsilon_r = 3,5$ e $\epsilon_r = 2,8$, para frequências baixas e mínimo de $\epsilon_r = 2,5$ e $\epsilon_r = 2,25$, para frequências elevadas. Já o valor de perda dielétrica ($\tan\delta$) atinge um máximo de $\tan\delta=0,07$, para a secção central e $\tan\delta=0,05$ no caso da secção lateral.

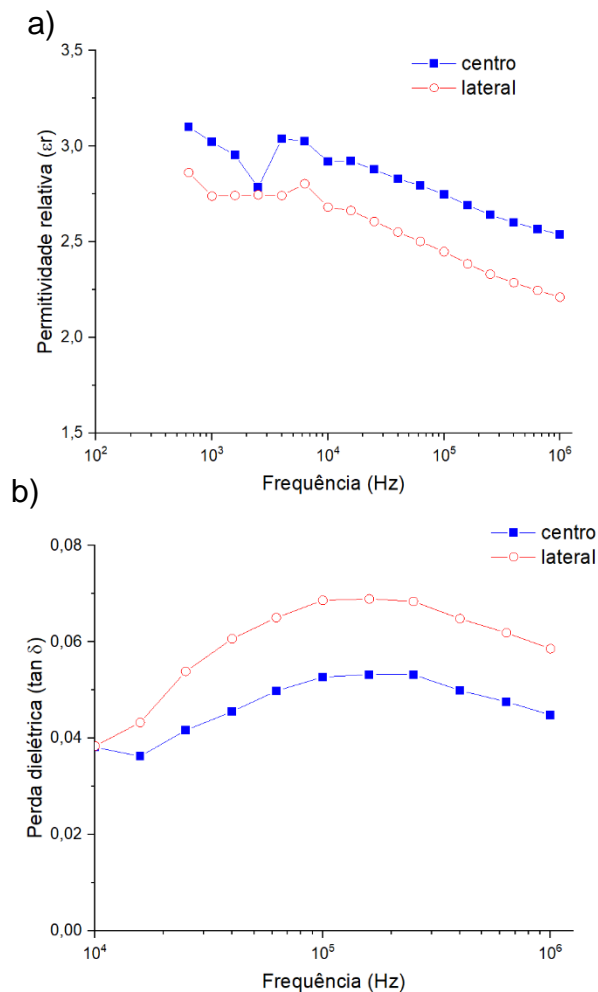


Figura 38 - Figura a): Curvas da permissividade registada para as amostras retiradas da camada superficial do tapete original. Figura b): Curva das perdas dielétricas da amostra retirada da camada superficial do tapete original.

Na figura 39, encontra-se representada agora a curva da permissividade e das perdas dielétricas da matriz do tapete original. É apresentado um comportamento mais típico. Os valores registados são muito aproximados entre as secções, mas os valores para as frequências mais baixas, são muito mais altos, quando comparados com os valores registados para as outras camadas e amostras com espessura completa. A permissividade dielétrica da secção centro e lateral apresentam, respetivamente, um máximo de $\epsilon_r = 6$ e mínimo de $\epsilon_r = 3$. A perda dielétrica ($\tan\delta$) atinge um máximo de $\tan\delta=0,5$, para a secção central

e $\tan \delta=0,3$ no caso da secção lateral, na gama de baixa frequência e mínimo de $\tan \delta=0,1$, para ambas as secções, na gama de alta frequência.

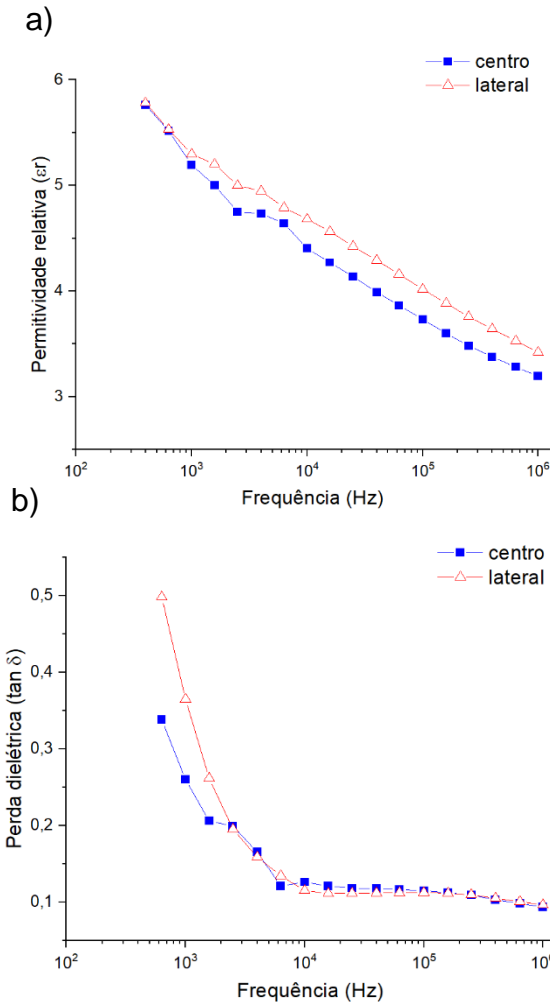


Figura 39 - Curvas da permitividade registada para as amostras retiradas da camada central (matriz) do tapete original (a)). Curva das perdas dielétricas da amostra retirada da camada central (matriz) do tapete original (b)).

-Fibras

Na figura 40, encontra-se representado agora as curvas de fibras do tapete original. A permitividade dielétrica da secção centro e lateral apresentam, respetivamente, valores máximos de permitividade de $\epsilon_r = 2,8$ e mínimo de $\epsilon_r = 2,4$, e perda com um máximo de $\tan \delta=0,07$ e mínimo de $\tan \delta=0,01$, para ambas as secções.

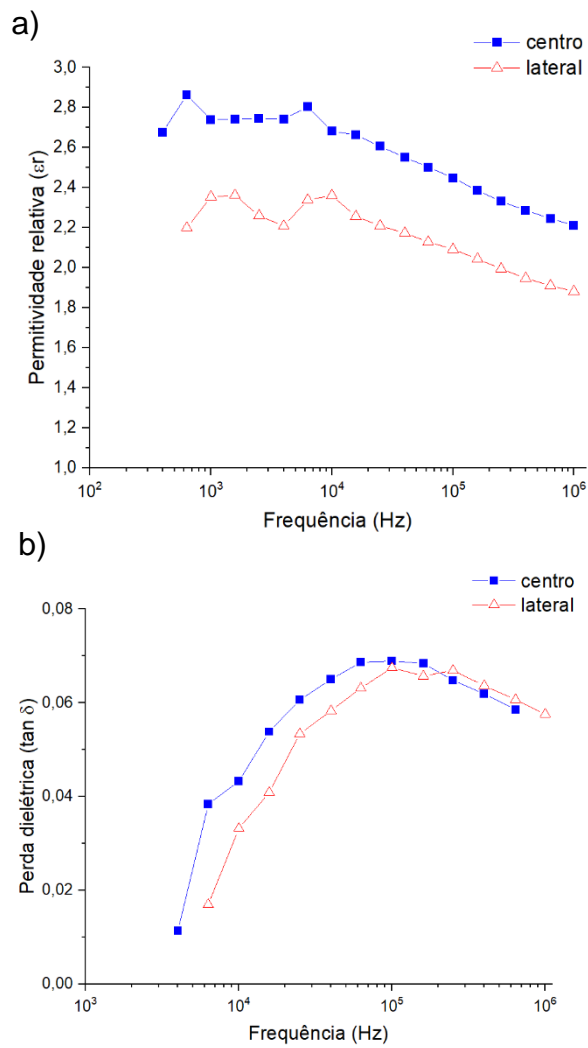


Figura 40 - Curvas da permitividade registada para as amostras retiradas da camada de tração (fibras) do tapete original (a)). Curva das perdas dielétricas da amostra retirada da camada de tração (fibras) do tapete original (b)).

4. Conclusões

Este projeto de tese, em colaboração com a INDASA SA, tratou da caracterização de materiais abrasivos para lixas de polimento de elevado desempenho, depositados por deposição electrostática.

Estes estudos envolveram os materiais abrasivos e entendimento do efeito e estabelecimento de relações entre as características físico – químicas e morfológicas e variáveis do processo (humidade e polarização elétrica) sobre as características elétricas e carga elétrica de superfície dos abrasivos.

Estes estudos envolveram também a caracterização de materiais que fazem parte do eletroestado, como é o caso da borracha isoladora do cilindro terra e do tapete de transporte.

Os nossos resultados mostram que os resultados obtidos da análise de resistividade e do estudo das cargas superficiais, dos três tamanhos de partícula, com valores de 15-16 μm , 60-63 μm e 153-156 μm , referentes à designação FEPA como P120, P320 e P1200, é possível observar que a granulometria intermédia P320 apresentam, para ambos os materiais, o máximo de resistividade e cargas superficiais. Já as partículas grosseiras, observa-se que o valor de carga é o mais baixo assim como a sua resistividade. Como caso particular temos a granulometria fina, onde surge uma hipótese de explicação do seu comportamento. Estas podem indicar algum grau de aglomeração e um comportamento próximo do comportamento das partículas grosseiras em termos de cargas superficiais e resistividade. Já a análise do efeito da humidade. Neste conclui-se que existe uma ligação entre a humidade e as partículas. A alteração do meio em que as partículas são inseridas afeta as características elétricas dos pós abrasivos, como foi possível observar através do estudo de cargas superficiais e da resistividade de Al_2O_3 e de SiC. Nos gráficos que representam as cargas elétricas e a resistividade conclui-se que com o aumento da humidade ambas as propriedades elétricas diminuem.

Também em relação aos estudos químicos à superfície das partículas, com a análise de FTIR e o XPS, a análise FTIR revelou que para o Al_2O_3 existe uma alteração na sua superfície quando este é exposto a um meio saturado de humidade. Neste material observa-se a presença de CO_2 . Isto pode ser explicado pela facto de que quando existe um elevada percentagem de água à

superfície existe uma adsorção de CO₂ na superfície Al₂O₃, o que pode explicar alguma diferença no seu comportamento elétrico. Já no caso do SiC o mesmo comportamento químico não é observado, pelo que, superficialmente este material é inerte. A partir da análise de XPS não foi possível retirar nenhuma conclusão concreta em relação à química de superfície de Al₂O₃ e de SiC, pois independentemente do meio em que era feita a preparação das amostras, é observado no espectro que não existe qualquer diferença.

Em relação aos componentes do eletroestato, os nossos resultados mostram que a análise aos dois isoladores do cilindro terra de diferentes fornecedores, os dados de difração raio-X e SEM-EDS que ambos os casos apresentam a mesma composição. Tal é vincado quando se passa para uma caracterização química, em que as análises de FTIR permanecem semelhantes entre si. Também eletricamente mostraram comportamento semelhante, apresentando um valor de permissividade elétrica de $\epsilon_r = 2,5$.

Dos tapetes em teste, o tapete Branco mostrou-se um melhor candidato a substituto para o tapete original, pois apresenta valores para as perdas dielétricas semelhantes ao tapete original. Pelo contrário, o tapete verde apresenta valores muito superiores aos restantes, o que poderá trazer problemas de funcionamento do eletroestato quando utilizados campos mais elevados. Quanto à permissividade, ambos os tapetes novos apresentam valores significativamente mais baixos, sendo que o tapete Branco apresenta valores mais diferentes quando comparados com o tapete original, do que o tapete Verde.

Este projeto permitiu o desenvolvimento de um equipamento com possibilidades de utilização em meio industrial para estudos em campo.

5. Bibliografia

- [1] INDASA (online): <https://www.indasa-abrasives.com/global/pt/pessoas> (acedido a janeiro 2019).
- [2] INDASA (online): <https://www.indasa-abrasives.com/global/pt/indasa> (acedido a janeiro 2020).
- [3] INDASA (online): <https://www.indasa-abrasives.com/global/pt/sobre> (acedido a janeiro 2020)
- [4] INDASA (online): <https://www.indasa-abrasives.com/global/pt/catalogue/abrasives> (acedido a janeiro 2020)
- [5] https://www.3m.com.pt/3M/pt_PT/empresa-pt/todos-produtos-3m/~/Todos-os-produtos-3M/Abrasivos/?N=5002385+8710644+8711017&rt=r3 (acedido em março de 2019).
- [6] <https://www.nortonabrasives.com/pt-pt/abrasivos> (acedido em março de 2019).
- [7] <https://www.siaabrasives.com/global/en/siaabrasives-ocs/coatings-and-composites-4506/> (acedido em março de 2019).
- [8] MARINESCU, Ioan D., et al. Tribology of abrasive machining processes. Elsevier, 2004.
- [9] Niżankowski, C., History and prospects of abrasive development, Mechanik Vol.90, No.11, 2017, 1003-1005.
- [10] W.H. Gitzen, Alumina as a Ceramic Material, The American Ceramic Society, Westerville, 1970.
- [11] Lee, W. E., and Rainforth, W. M., Ceramic Microstructures: Property Control by Processing, Chapman & Hall, London, 1994.
- [12] Hart, LeRoy D., Alumina Chemicals: Science and Technology Handbook, American Ceramic Society, Westerville, Ohio, 1990.
- [13] Gitzen, Walter H., Alumina as a Ceramic Material, The American Ceramic Society, Columbus (OH), 1970.
- [14] Bayer process production of alumina, PATENT US4036931A, 1976
- [15] Shackelford, J.F. and Doremus, R.H., Editors, Ceramic and Glass Materials Structure, Properties and Processing, published by Springer Science & Business Media, 2008, 1-5.

- [16] Wefers, K. and Misra, C., Oxides and Hydroxides of Aluminum, Alcoa Technical Paper No. 19, Revised, Alcoa Research Laboratories, 1987, 20.
- [17] Dörre, E. and Hüber, H., Alumina: Processing, Properties and Applications, Materials Research and Engineering, Springer Berlin Heidelberg, 1984.
- [18] Sparavigna, A. C., The Invention of Carborundum, the Synthetic Silicon Carbide, Philica, 2018
- [19] Brezeanu, G., Silicon carbide (SiC): a short history. an analytical approach for SiC power device design. In CAS 2005 Proceedings. 2005 International Semiconductor Conference Vol. 2, 2005, 345-348, IEEE, outubro de 2005
- [20] Cheung, R. Silicon carbide microelectromechanical systems for harsh environments. World Scientific, 2006.
- [21] R.F. Davis, Silicon Carbide, Reference Module in Materials Science and Materials Engineering, Elsevier, 2017
- [22] Hasabit: <http://www.habasit.com/en/index.htm> (acedido a janeiro 2020)
- [23] Lu G, Gao P, Emulsions and Microemulsions for Topical and Transdermal Drug Delivery, Elsevier, 2010, 59-94
- [24] Gumustas M, Sengel-Turk C, Gumustas A, Ozkan S, Uslu B, Effect of Polymer-Based Nanoparticles on the Assay of Antimicrobial Drug Delivery Systems, Elsevier, 2017, 67-108
- [25] Awaja, F.; Gilbert, M.; Kelly, G.; Fox, B. and Pigram, P.J., Adhesion of polymers, Progress in Polymer Science, Vol. 34, No. 9, 2009, 948-968.
- [26] Okhay, O., Strontium titanate based films for tunable device applications, Universidade de Aveiro, 2009.
- [27] Callister, W. D., & Rethwisch, D. G., Materials science and engineering: an introduction Vol. 9, 2018, New York: Wiley.
- [28] Zhou, W., & Wang, Z. L. (Eds.), Scanning microscopy for nanotechnology: techniques and applications. Springer science & business media, 2007.
- [29] R. J. Snyder and L. Robert, Introduction to X-ray Powder Diffractometry, John Wiley and Sons, New York, 1996.
- [30] Brandon, D. and Kaplan, W. D. Microstructural Characterization of Materials, Springer Science & Business Media, 2007.

- [31] Tumanov, N. A., Boldyreva, E. V., & Ahsbahs, H., Structure solution and refinement from powder or single-crystal diffraction data? Pros and cons: An example of the high-pressure β' -polymorph of glycine. *Powder Diffraction*, 23(4), 307-316, 2008
- [32] de Graef, M., McHenry, M. E., & Keppens, V., Structure of materials: An introduction to crystallography, diffraction, and symmetry. *Acoustical Society of America Journal* Vol.124, No.3, pp-1385, 2008.
- [33] Roque-Malherbe, R.M.A., Adsorption and Diffusion in Nanoporous Materials, CRC Press, New York, pp. 79–105, 2007
- [34] Ramos, J.P. Effect of Calcium Oxide Microstructure on the Diffusion of Isotopes, Universidade de Aveiro, CERN, 2012.
- [35] German, R. M., A measure of the number of particles in agglomerates. *International journal of powder metallurgy* (1986) Vol.32, No.4, 1996, 365-373.
- [36] Shameer, P. M., & Nishath, P. M. (2019). Exploration and enhancement on fuel stability of biodiesel: A step forward in the track of global commercialization. In *Advanced Biofuels*, pp. 181-213, Woodhead Publishing.
- [37] Mannina, G., Presti, D., Montiel-Jarillo, G., & Suárez-Ojeda, M. E. (2019). Bioplastic recovery from wastewater: a new protocol for polyhydroxyalkanoates (PHA) extraction from mixed microbial cultures. *Bioresource technology*, 282, 361-369.
- [38] Hortigüela Gallo, M.J. and Otero Irueta, G., *X-ray photoelectron spectroscopy: a surface characterization technique*, UA Editora, 2019.
- [39] Han, T., Josh, M., & Liu, H. (2019). Effects of aligned fractures on the dielectric properties of synthetic porous sandstones. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, 172, 436-442.
- [40] Xu, Z., Zhang, Y., & Zhang, Y. (2018). The influence of parameters of disk electrode with guard electrode system and sample on permittivity error caused by equivalent electrode area calculation and its correction method. *Measurement*, 129, 37-50.
- [41] Agilent Technologies, *Agilent Basics of Measuring the Dielectric Properties of Materials*, Application Note, 2006.

- [42] Ray, S., An introduction to high voltage engineering, PHI Learning Pvt. Ltd., 2013.
- [43] Nonnenmacher, M., o'Boyle, M. P., & Wickramasinghe, H. K. (1991). Kelvin probe force microscopy. *Applied physics letters*, Vol.58, No.25, 2921-2923.
- [44] I. Bdikin et al., *Appl. Mater. Today* 8, 2017, 18–25
- [45] Bhattacharjee, S. (2016). DLS and zeta potential – what they are and what they are not? *J. Control Release* 235, 337–351.
- [46] Vilarinho et al., *J. Phys. Chem. B* 117, 2013, 1670–1679
- [47] Lorite, I.; Martí'n-González, M.S.; Romero, J.J.; Garcí'a, M.A.; Fierro, J.L.G.; Ferná'ndez, J.F., Electrostatic charge dependence on surface hydroxylation for different Al₂O₃ powders, *Ceram. Int.* 38, 2012, 1427–1434.
- [48] Lorite, I.; Romero, J.J.; Ferná'ndez, J.F., Factores que afectan la carga electrostática en polvos cerâmicos, *Bol. Soc. Esp. Cerám. Vidrio* 50, 2011, pp.
- [49] Bouanga, C.V.; Savoie, S.; Fréchet, M.F.; Couderc, H.; David, E., Electrical resistivity characterization of silicon carbide by various methods, 2012 *IEEE International Symposium on Electrical Insulation*, San Juan, PR, 2012, 43-47,
- [50] Favre, F., Villieras, F., Duval, Y., McRae, E., & Rapin, C. (2005). Influence of relative humidity on electrical properties of α -Al₂O₃ powders: Resistivity and electrochemical impedance spectroscopy. *Journal of colloid and interface science* Vol.286, No.2, 615-620.
- [51] Boumaza, A., Djelloul, A., & Guerrab, F. Specific signatures of α -alumina powders prepared by calcination of boehmite or gibbsite. *Powder Technology* Vol.201, No.2, 177-180, 2010.
- [52] Z. Yang, L. Feng, S. Diao, S. Feng, C. Zhang, Study on the synthesis and thermal degradation of silicone resin containing silphenylene units, *Thermochimica Acta* 521, 170– 175, 2011.
- [53] Y. Gao, J. Wang, X. Liang, Z. Yan, Y. Liu, Y. Cai, Investigation on Permeation Properties of Liquids into HTV Silicone Rubber Materials, *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation* Vol. 21, No. 6, dezembro 2014

[54] Ramesh, S., Leen, K. H., Kumutha, K., & Arof, A. K. (2007). FTIR studies of PVC/PMMA blend based polymer electrolytes. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, Vol.66, No.4-5, 1237-1242.