



**DANIELA CRISTINA  
SANTOS ESTIMA**

**DESENVOLVIMENTO DE TESTES FÍSICOS PARA O  
CONTROLO DE QUALIDADE DE SELANTES-  
ADESIVOS UTILIZADOS NA CONSTRUÇÃO**



**DANIELA CRISTINA  
SANTOS ESTIMA**

**DESENVOLVIMENTO DE TESTES FÍSICOS PARA O  
CONTROLO DE QUALIDADE DE SELANTES-  
ADESIVOS UTILIZADOS NA CONSTRUÇÃO**

Dissertação apresentada à Universidade de Aveiro para cumprimento dos requisitos necessários à obtenção do grau de Mestre em Engenharia Química, realizada sob a orientação científica do Doutor João António Baptista Pereira de Oliveira, Professor Associado do Departamento de Química da Universidade de Aveiro, e em ambiente industrial pela Engenheira Raquel Alexandra Vieira Elias.



## **o júri**

presidente

Professora Doutora Ana Margarida Madeira Viegas de Barros Timmons  
Professora Auxiliar do Departamento de Química da Universidade de Aveiro

Professora Doutora Maria da Conceição Vaz Angélico  
Professora Adjunta do Departamento de Ambiente de Recursos Naturais da Escola  
Superior Agrária do Instituto Politécnico de Bragança

Professor Doutor João António Baptista Pereira de Oliveira  
Professor Associado do Departamento de Química da Universidade de Aveiro

## **agradecimentos**

Quero começar por agradecer aos meus pais e ao meu irmão que ao longo destes anos me deram a estabilidade e o apoio necessários para que o fim desta etapa se tornasse possível.

Agradeço especialmente à Tita, à Ana, à Tânia, à Sara, à Bia, à Bárbara e à Panta que sempre me apoiaram, até quando acreditar em mim mesma foi difícil.

Agradeço à PECOL por me ter recebido e por me ter dado a oportunidade de integrar na indústria dos silicões, a toda a equipa do setor dos químicos pela simpatia e generosidade e à Sandra pelo companheirismo ao longo deste estágio.

Agradeço ao Sérgio que sempre foi um suporte nas mais diversas áreas ao longo do meu percurso académico.

Agradeço ao Professor Doutor João Oliveira pela orientação e apoio dados ao longo desta dissertação.

Agradeço à Doutora Ana Ribeiro e à Doutora Sandra Magina pela disponibilidade e auxílio com a máquina de testes universais e com o colorímetro, respetivamente.

## **palavras-chave**

Selantes, Adesivos, Testes físicos, Normas europeias, Padrões internacionais, Equipamentos laboratoriais, Controlo de qualidade.

## **resumo**

A área dos selantes-adesivos encontra-se num constante desenvolvimento além de que é cada vez mais diversificada tendo em consideração as suas aplicações, sendo a indústria de construção o setor do mercado global que mais emprega este tipo de produtos.

Devido ao crescimento contínuo da utilização destes produtos, a PECOL pretende investir num processo de produção de alguns desses selantes-adesivos. Assim, esta dissertação teve como objetivo melhorar o controlo de qualidade realizado pela empresa através de testes físicos que cumprem normas europeias e / ou padrões internacionais, tanto para os produtos que apenas passam pelo processo de enchimento como para os que irão ser produzidos no futuro e, conseqüentemente, perceber quais os equipamentos laboratoriais necessários para melhor equipar o laboratório.

Para isso foram utilizados seis tipos de produtos: silicones de cura acética, *oxime* e *alcoxy*, selante-adesivo híbrido, selante-adesivo à base de poliuretano e selante acrílico. Para cada um destes produtos foram realizados testes físicos à tensão / deformação, à dureza, à densidade, à extrusão, ao tempo de formação de película, à contração, à cor e ao escorrimento. Cada resultado obtido foi comparado ao valor da respetiva ficha técnica a fim de validar a informação lá contida. Para os testes em que não existiam valores de referência, a média dos ensaios obtida foi considerada como valor de referência para ensaios futuros.

A realização de todos os testes correu de forma satisfatória e dentro do esperado, tal como a maioria dos resultados obtidos, não sendo os valores obtidos significativamente diferentes dos de referência.

**keywords**

Sealants, Adhesives, Physical tests, European standards, International standards, Laboratory equipment, Quality control.

**abstract**

The sealants-adhesives realm is in constant development and is increasingly diversified considering its applications. The sector of the global market that most employs this type of products is the construction industry.

Due to the continuous growth in the use of these products, PECOL intends to invest in a production process for certain sealant-adhesives. Therefore, this dissertation is aimed to improve the quality control carried out by the company through physical tests that comply with european and / or international standards, namely for the products that only go through the filling process and for those that will be produced in the future and therefore acknowledging what laboratory equipment is necessary to better equip the laboratory.

For this purpose, six types of products were used: acetic, *oxime* and *alkoxy* curing silicones, hybrid sealant-adhesive, polyurethane-based sealant-adhesive and acrylic sealant. For each of these products, physical tests were carried out on stress / strain, hardness, density, extrusion, skin-formation time, shrinkage, colour and resistance to flow. Each result obtained was compared to the respective value in the technical file in order to validate the information contained therein. However, for the tests which there were no reference values, the average of the obtained results was considered as a reference value for future tests.

The performance of all tests was satisfactory and within expectations, as were the majority of the results obtained. The values obtained weren't significantly different from the reference values.

# Índice

Lista de Figuras .....	ix
Lista de Tabelas .....	xii
Acrónimos .....	xiv
Nomenclatura .....	xv
1. Introdução.....	1
1.1 Sobre o Grupo PECOL .....	1
1.2 Adesivos, Selantes e Selantes-Adesivos .....	2
1.2.1 Acrílicos .....	4
1.2.2 Poliuretanos .....	5
1.2.3 Silicones .....	7
1.2.4 Híbridos.....	11
1.2.4.1 MSP à base de poliuretano .....	12
1.3 Testes Físicos Padronizados .....	13
1.3.1 Testes Estáticos.....	14
1.3.1.1 Teste de Tensão / Deformação.....	14
1.3.1.2 Teste de Dureza.....	16
1.3.1.3 Teste de Densidade .....	17
1.3.1.4 Teste de Extrusão .....	18
1.3.1.5 Teste de Tempo de Formação de Película.....	18
1.3.1.6 Teste de Contração.....	18
1.3.1.7 Teste de Cor.....	19
1.3.1.8 Teste de Escorrimento / Flacidez .....	21
2. Procedimento Experimental .....	23
2.1 Testes Estáticos.....	26
2.1.1 Teste de Tensão / Deformação .....	26
2.1.2 Teste de Dureza .....	28
2.1.3 Teste de Densidade .....	29
2.1.4 Teste de Extrusão .....	31
2.1.5 Teste de Tempo de Formação de Película.....	32
2.1.6 Teste de Contração.....	32
2.1.7 Teste de Cor.....	33



2.1.8	Teste de Escorrimento / Flacidez .....	34
3.	Resultados Experimentais .....	35
3.1	Testes Estáticos.....	35
3.1.1	Teste de Tensão / Deformação .....	35
3.1.2	Teste de Dureza .....	38
3.1.3	Teste de Densidade .....	39
3.1.4	Teste de Extrusão .....	42
3.1.5	Teste de Tempo de Formação de Película.....	44
3.1.6	Teste de Contração.....	48
3.1.7	Teste de Cor.....	49
3.1.8	Teste de Escorrimento / Flacidez .....	52
4.	Conclusão .....	55
5.	Referências .....	57
Apêndice A.....		61
	Teste de Tensão / Deformação .....	61
	Teste de Dureza .....	63
	Teste de Densidade.....	64
	Teste de Extrusão.....	68
	Teste de Tempo de Formação de Película.....	69
	Teste de Contração .....	69
	Teste de Cor .....	72
	Teste de Escorrimento / Flacidez.....	77

# Lista de Figuras

Figura 1 – Características qualitativas de tensão-deformação de adesivos, selantes-adesivos e selantes. <sup>[1]</sup> ...	3
Figura 2 – Classificação qualitativa de adesivos, selantes-adesivos e selantes. <sup>[1]</sup> .....	3
Figura 3 – Estrutura molecular do metil metacrilato. ....	4
Figura 4 – Estrutura molecular do A: polidialquilsiloxano e do B: polidimetilsiloxano. ....	7
Figura 5 – Estrutura química da metiletilcetoxima. (MEKO). ....	9
Figura 6 – Representação do comportamento de um fluido pseudoplástico (não-newtoniano) comparativamente ao fluido newtoniano A: tensão aplicada vs. taxa de deformação e B: viscosidade vs. taxa de deformação. ....	15
Figura 7 – Imagem ilustrativa do provete e do movimento da força de alongamento até à quebra. ....	15
Figura 8 – Esquema representativo da curva obtida num teste de tensão / deformação. <sup>[20]</sup> .....	16
Figura 9 – Características dos penetradores utilizados nos durómetros tipo Shore A e Shore D para uma mesma carga aplicada. <sup>[21]</sup> .....	17
Figura 10 – Espaço de cores CIELAB tridimensional. <sup>[27]</sup> .....	19
Figura 11 – Representação da luz refletida A: especular e B: difusa. <sup>[25]</sup> .....	20
Figura 12 – SA MSP .....	23
Figura 13 – Silicone neutro de base <i>alcoxy</i> . ....	24
Figura 14 – Silicone neutro de base <i>oxime</i> com pentan-2-ona. ....	24
Figura 15 – Silicone de base acética. ....	25
Figura 16 – Cola e Veda (PU). ....	25
Figura 17 – Selante Acrílico. ....	26
Figura 18 – Demonstração de um provete preso nas garras da máquina pronto a ser alongado.....	26
Figura 19 – Esquema do provete em formato de haltere e respetivas dimensões. ....	27
Figura 20 – Demonstração do sistema do teste de dureza e do valor da calibração do aparelho. ....	28
Figura 21 – Imagem representativa de uma amostra em formato de filme com as dimensões pretendidas pela norma. ....	29
Figura 22 – Demonstração da utilização do durómetro num filme de silicone acético bordô.....	29
Figura 23 – A: Demonstração do enchimento de um tubo <i>falcon</i> com o SA MSP para o teste de densidade ao produto fluido e B: tubo <i>falcon</i> cheio pronto a ser pesado. ....	30

Figura 24 – Demonstração do suporte artesanal feito de acrílico, do arame e da garra metálica utilizados no teste de densidade ao produto curado e respetiva medição da massa da amostra A: em seco ( $P_0$ ) e B: imersa em água destilada ( $P_1$ ). .....	31
Figura 25 – Demonstração da realização de um teste de extrusão.....	31
Figura 26 – Demonstração do método de verificação do tempo de formação de película num filme de SA. ....	32
Figura 27 – Anel de metal não corrosivo e respetivas dimensões.....	33
Figura 28 – Demonstração de uma medição das coordenadas de A: um corante e de B: um filme de silicone <i>alcoxy</i> . ....	34
Figura 29 – Cartão utilizado no teste de escorrimento para o SA PU. ....	34
Figura 30 – Representação gráfica dos valores experimentais obtidos para o teste de tensão / deformação da força, em N, em função do deslocamento, em mm. ....	35
Figura 31 – Representação gráfica dos valores experimentais obtidos para o teste de dureza a $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$ e respetivos valores de referência, em Shore A.....	38
Figura 32 – Representação gráfica dos valores experimentais obtidos para os testes de densidade ao produto fluido e curado a $(20,0 \pm 0,5)^\circ\text{C}$ e respetivos valores de referência para o produto curado, em $\text{g cm}^{-3}$ . ....	41
Figura 33 – Representação gráfica dos valores experimentais obtidos para os testes de densidade ao produto fluido e curado a $(20,0 \pm 0,5)^\circ\text{C}$ e respetivos valores de referência, em $\text{g cm}^{-3}$ . ....	42
Figura 34 – Demonstração da existência de bolhas de ar no interior do cartucho. ....	43
Figura 35 – Representação gráfica dos valores experimentais obtidos para o teste de extrusão a $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$ e respetivos valores de referência, em $\text{g min}^{-1}$ . ....	43
Figura 36 – Representação gráfica dos valores experimentais obtidos para o teste de tempo de formação de película e respetivos valores de referência, em min. ....	44
Figura 37 – Aspeto do A: selante acrílico e do B: SA MSP, após 5 dias no frigorífico demonstrando falhas de coesão. ....	47
Figura 38 – Demonstração da formação de bolhas de ar no interior do silicone acético devido ao aceleração do processo de cura com o aumento da temperatura.....	47
Figura 39 – Representação do anel preenchido com o produto A: antes do procedimento e B: após o procedimento (perda de massa).....	48
Figura 40 – Representação gráfica dos valores experimentais obtidos para o teste de contração e respetivos valores de referência, em %. ....	48

Figura 41 – Gráfico representativo das coordenadas CIELAB obtidas para os vários ensaios às cores dos silicones.....	51
Figura 42 – Ampliação da região limite das coordenadas CIELAB obtidas para os vários ensaios às cores dos silicones. ....	52
Figura 43 – Demonstração da ausência de deslocamento para o caso do silicone <i>OxP</i> . ....	53
Figura 44 – Demonstração do desnível observado após 24 h A: para o SA PU e B: para o MSP cristal....	53
Figura 45 – Regressão linear dos valores da temperatura, em K, e densidade, em g cm <sup>-3</sup> .....	67
Figura 46 – Gráfico representativo das coordenadas CIELAB obtidas para os vários ensaios às cores dos corantes. ....	74
Figura 47 – Ampliação da região limite das coordenadas CIELAB obtidas para os vários ensaios às cores dos corantes. ....	74
Figura 48 – A: Cartão utilizado no teste de escorrimento, B: Ampliação da imagem inicial (A) para os silicones <i>Al</i> , <i>OxP</i> e acético e para o SA MSP e C: Ampliação da imagem inicial (A) para o SA PU, selante acrílico e um SA MSP cristal da concorrência .....	77

## Lista de Tabelas

Tabela 1 – Vantagens e desvantagens dos selantes acrílicos. <sup>[8]</sup> .....	5
Tabela 2 – Vantagens e desvantagens dos PUs. <sup>[8]</sup> .....	6
Tabela 3 – Vantagens e desvantagens dos silicones. <sup>[8]</sup> .....	8
Tabela 4 – Resumo das características e respetiva comparação entre os silicones de cura neutra: pior, intermédio e melhor. ....	10
Tabela 5 – Comparação das propriedades entre silicones e poliuretanos: muito pobre, pobre, moderado e bom. <sup>[13]</sup> .....	11
Tabela 6 – Vantagens e desvantagens dos SPUR. <sup>[5]</sup> .....	13
Tabela 7 – Valores determinados em cada ensaio para a resistência à tração, para a resistência à tração na rutura, para o <i>modulus</i> 100 % e para o módulo de elasticidade, em MPa, e para a percentagem de alongamento na rutura e alongamento na região elástica, em % .....	36
Tabela 8 – Valores médios da resistência à tração, da resistência à tração na rutura e do módulo de elasticidade, em MPa, e de percentagem de alongamento na região elástica, em %, para os seis produtos em estudo.....	37
Tabela 9 – Valores experimentais obtidos para as densidades dos produtos fluidos e corrigidas dos produtos curados a $(20,0 \pm 0,5)$ °C e respetivos valores de referência, em $\text{g cm}^{-3}$ .....	40
Tabela 10 – Cores representativas das coordenadas CIELAB obtidas para as amostras de corante no modo SCE ( $L^*$ , $a^*$ , $b^*$ ).....	50
Tabela 11 – Cores representativas das coordenadas CIELAB obtidas para as amostras de silicone no modo SCE ( $L^*$ , $a^*$ , $b^*$ ).....	50
Tabela 12 – Dimensões dos provetes utilizados nos ensaios experimentais e valores obtidos experimentalmente do alongamento na rutura, em mm, da força máxima registada, da força registada na rutura e da força observada para 100 % de alongamento, em N.....	61
Tabela 13 – Valores obtidos experimentalmente a $(20 \pm 1)$ °C para a dureza, valores médios, desvios-padrão e respetivos valores de referência, em Shore A, e valores de <i>t</i> de <i>student</i> experimentais.....	63
Tabela 14 – Valores obtidos experimentalmente a $(20,0 \pm 0,5)$ °C para a massa do <i>falcon</i> cheio, em g, respetivas densidades do produto fluido e valores de referência, em $\text{g cm}^{-3}$ .....	64
Tabela 15 – Valores obtidos experimentalmente a $(20,0 \pm 0,5)$ °C para as massas das amostras no ar, imersas em água e no ar com correção da flutuabilidade do ar, em g, respetivas densidades, densidades corrigidas do produto curado e valores de referência, em $\text{g cm}^{-3}$ .....	65

Tabela 16 – Valores da temperatura, em K e °C, e da densidade da água destilada, em kg m <sup>-3</sup> e g cm <sup>-3</sup> , utilizados na interpolação. <sup>[33]</sup> .....	66
Tabela 17 – Valores médios da densidade corrigida do produto curado, em g cm <sup>-3</sup> , valores obtidos para o desvio-padrão, em g cm <sup>-3</sup> , e para o t de <i>student</i> experimental. ....	67
Tabela 18 – Valores obtidos experimentalmente a (20 ± 1) °C para as massas extrudadas, em g, e respectivas taxas de extrusão e valores de referência, em g min <sup>-1</sup> . ....	68
Tabela 19 – Valores obtidos experimentalmente para o teste de tempo de formação de película e respectivos valores de referência, em min. ....	69
Tabela 20 – Valores obtidos experimentalmente para as massas, em g, contração, em %, e respectivos valores de referência. ....	70
Tabela 21 – Valor médio da contração do SA PU e valor do desvio-padrão, em %, e valor do t de <i>student</i> experimental. ....	71
Tabela 22 – Valor médio da perda de massa (contração) e do desvio-padrão, em %, e valor da variância, em % <sup>2</sup> , para cada silicone acético. ....	71
Tabela 23 – Valores das coordenadas CIELAB obtidas experimentalmente para o teste de cor e respectiva média. ....	73
Tabela 24 – Valores das coordenadas CIELAB obtidas experimentalmente para o teste de cor aos silicones Al e OxP já curados e respectiva média. ....	75

## Acrónimos

Ac	Silicone acético;
Acr	Selante acrílico;
Al	Silicone neutro de base <i>alcoxy</i> ;
BD	Bordô (Cor de vinho);
BR	Branco;
CZ	Cinzento;
HM	Módulo alto;
LM	Módulo baixo;
MEKO	Metiletilcetoxima;
MMA	Metil metacrilato;
MSP	Polímero de silano modificado (selante-adesivo híbrido);
Ox	Silicone neutro de base <i>oxime</i> ;
OxB	Silicone neutro de base <i>oxime</i> com butan-2-ona;
OxP	Silicone neutro de base <i>oxime</i> com pentan-2-ona;
PDMS	Polidimetilsiloxano;
PU	Selante-adesivo à base de poliuretano;
PU <sub>s</sub>	Selantes-adesivos à base de poliuretano;
PVC	Policloreto de vinilo;
Ref	Valor de referência;
RTV	Vulcanização à temperatura ambiente;
SA	Selante-adesivo;
SCE	Componente especular excluído;
SCI	Componente especular incluído;
SPUR	Selante-adesivo híbrido à base de poliuretano;
TFP	Tempo de formação de película;
TR	Transparente;
UTS	Resistência à tração final;
UV	Radiação ultravioleta;

## Nomenclatura

$A$	Área da secção transversal do provete;	[mm <sup>2</sup> ]
$a^*$	Coordenada do eixo vermelho-verde (teste de cor);	-
$b^*$	Coordenada do eixo amarelo-azul (teste de cor);	-
$E$	Módulo de elasticidade;	[MPa]
$E_b$	Percentagem do alongamento na rutura;	[%]
$F_b$	Força registada na rutura;	[N]
$F_{crit}$	Valor crítico do teste F para 95 % de confiança;	-
$F_e$	Força observada num determinado alongamento;	[N]
$F_{exp}$	Valor experimental do teste F;	-
$F_m$	Força máxima registada;	[N]
$L_b$	Comprimento do provete na rutura;	[mm]
$L_0$	Comprimento inicial da porção estreita do provete;	[mm]
$L^*$	Coordenada do eixo da luminosidade (teste de cor);	-
$m_E$	Massa extrudada no teste de extrusão durante 15 s;	[g]
$m_{falcon\ cheio}$	Massa do <i>falcon</i> cheio de produto para o teste de densidade ao produto fluido;	[g]
$m_1$	Massa do anel de metal antes do preenchimento com o selante-adesivo;	[g]
$m_3$	Massa do anel de metal imediatamente após o preenchimento com o selante-adesivo;	[g]
$m_5$	Massa do anel de metal preenchido com o selante-adesivo imediatamente após o ciclo de temperaturas;	[g]
$N$	Número de determinações;	-
$\overline{PM}$	Perda de massa média;	[%]
$P_0$	Massa inicial para o teste de densidade ao produto curado;	[g]
$P_1$	Massa final para o teste de densidade ao produto curado imerso em água;	[g]
$s$	Desvio-padrão;	-
$S_e$	Tensão num determinado alongamento;	[MPa]



$s_{pool}$	Variância média pesada;	[%]
$t$	Espessura da porção estreita do provete;	[mm]
$T$	Temperatura;	[K]
$t_{crit}$	t de <i>student</i> para 95 % de confiança;	-
$T_{crit}$	Valor crítico para o teste de Grubb;	-
$t_{exp}$	t de <i>student</i> experimental;	-
$T_{exp}$	Valor experimental para o teste de Grubb;	-
$TS$	Resistência à tração;	[MPa]
$TS_b$	Resistência à tração na rutura;	[MPa]
$V_{falcon}$	Volume do <i>falcon</i> para o teste de densidade ao produto fluido;	[cm <sup>3</sup> ]
$W$	Largura da porção estreita do provete;	[mm]
$\bar{x}$	Valor médio experimental de um produto;	-
$x_i$	Valor médio experimental de uma amostra;	-
$\Delta F$	Força aplicada longitudinalmente ao provete;	[N]
$\Delta L$	Deformação absoluta;	[mm <sup>2</sup> ]
$\Delta m$	Perda de massa;	[%]
$\varepsilon$	Deformação de tração (alongamento na região elástica);	[%]
$\mu$	Valor de referência;	-
$\rho_{curado}$	Densidade do produto curado;	[g cm <sup>-3</sup> ]
$\rho_{curado\ corrigida}$	Densidade corrigida do produto curado;	[g cm <sup>-3</sup> ]
$\overline{\rho_{curado\ corrigida}}$	Densidade média corrigida do produto curado;	[g cm <sup>-3</sup> ]
$\rho_{fluido}$	Densidade do produto fluido;	[g cm <sup>-3</sup> ]
$\rho_{liq,ref}$	Densidade do líquido de referência;	[g cm <sup>-3</sup> ]

# 1. Introdução

## 1.1 Sobre o Grupo PECOL

O grupo PECOL com sede em Águeda foi fundado em 1983, tendo quatro estruturas industriais nas suas instalações: a PECOL - Sistemas de Fixação que comercializa e distribui uma vasta gama de produtos de fixação, nomeadamente produtos químicos, a PECOL AUTOMOTIVE que é a maior unidade de fabrico de peças por estampagem a frio na Península Ibérica, a RETSACOAT mais especializada em tratamentos térmicos e a SERMOCOL que é uma unidade de fabrico de ferramentas e peças especiais em metal duro.

Em Espanha existem duas unidades industriais com as mesmas características das duas primeiras mencionadas anteriormente. Além disso, o grupo possui diversos pontos de negócio em Portugal, Espanha, Itália, Angola, Polónia e Marrocos.

Inicialmente a atividade da empresa passava por fabricar parafusos e, posteriormente, com os anos, foi expandindo o negócio, tendo agora uma vasta gama de produtos. Assim, além dos parafusos, a empresa comercializa buchas, abraçadeiras, fitas adesivas, silicones, vedantes, colas, pulverizadores, desinfetantes, ferramentas de corte, equipamentos de proteção individual, ferramentas elétricas e manuais, ferragens para madeira e materiais de soldadura.

Derivado do aumento de vendas dos produtos químicos a PECOL encontra-se num processo de evolução no que diz respeito à produção de alguns produtos como, por exemplo, desinfetantes, silicones e colas. Por esse motivo, surgiu este tema para a dissertação, visto que o controlo de qualidade destes produtos ainda é rudimentar. Assim, este trabalho tem como objetivo o estudo de normas europeias e padrões internacionais para perceber quais os equipamentos necessários para a renovação / melhoria do laboratório da empresa, de forma a melhorar os métodos internos de controlo de qualidade e desenvolver novos métodos utilizando alguns equipamentos disponíveis na Universidade de Aveiro. Assim, verificadas as melhorias no controlo de qualidade que a empresa poderá efetuar futuramente, esta irá investir na aquisição de equipamentos necessários para implementar o laboratório nas suas instalações de forma a melhorar a qualidade dos produtos comercializados.

## 1.2 Adesivos, Selantes e Selantes-Adesivos

Nos dias de hoje, a colagem é uma tecnologia indispensável para unir dois ou mais substratos de forma definitiva. Assim, a área dos adesivos e dos selantes está em constante desenvolvimento e é amplamente diversificada, principalmente no que se refere à tecnologia química e às suas aplicações.<sup>[1]</sup>

No que diz respeito ao mercado global de selantes e adesivos a indústria da construção é a que apresenta uma maior fatia de mercado, seguida da indústria automóvel e do uso geral pelo consumidor.<sup>[2]</sup>

Assim, quando se procura utilizar um selante ou um adesivo é necessário ter em conta as variações a que o material irá estar sujeito, como por exemplo: variações de temperatura, de humidade, condições atmosféricas adversas, etc. Deste modo, os substratos irão sofrer pequenas variações como a contração de volume, a dilatação e até a movimentação dos mesmos. Portanto, é importante que os selantes tenham propriedades elásticas para absorver essas movimentações.

O adesivo ou selante irá ser aplicado numa junta, que é, nada mais nada menos, que uma lacuna entre duas superfícies que é preenchida por uma camada de adesivo.

Um adesivo é um material não-metálico que é caracterizado por unir substratos através de forças de adesão e coesão, transmitindo cargas de forma uniforme entre os substratos colados, isto é, por toda a área da junta, o que possibilita que a espessura do material seja utilizada até à sua capacidade máxima de carga. Os adesivos são aplicados em forma de gel no substrato e, após secarem, endurecem / solidificam.<sup>[1]</sup>

Por sua vez, um selante tem como principal função preencher e vedar uma junta composta por vários tipos de materiais de construção, sendo introduzido no estado viscoso. Esta vedação tem como função excluir gases (por exemplo o ar), líquidos (por exemplo a água), sólidos (por exemplo as poeiras), ruído e evitar a perda de energia (alterações de temperatura). O sucesso desta vedação advém da capacidade de adesão do selante ao material onde é aplicado, da sua coesão e flexibilidade.<sup>[1],[3]</sup>

A adesão é o fenómeno de atração entre duas superfícies (iguais ou diferentes) que entram em contacto através de forças intermoleculares como, por exemplo, uma interface sólida (substrato) e um polímero. Por outro lado, o fenómeno de coesão é a força de atração entre partículas homogéneas adjacentes dentro de um mesmo corpo, isto é, a força que mantém os materiais unidos como, por exemplo, as forças intermoleculares que mantêm um polímero unido.<sup>[1]</sup>

Por fim, para escolher o produto mais adequado para uma determinada aplicação é necessário entender o que significa o módulo, que é a capacidade de movimentação dos selantes / adesivos que

podem ser classificados como produtos de alto módulo (menor elasticidade, ideal para colagens), médio módulo e baixo módulo (maior elasticidade).

Pela Figura 1 é possível observar que entre os adesivos e os selantes puros situam-se os selantes-adesivos (SA) que se encontram na região de transição da transferência de carga e que se diferenciam pelas características de tensão - deformação.<sup>[1]</sup>

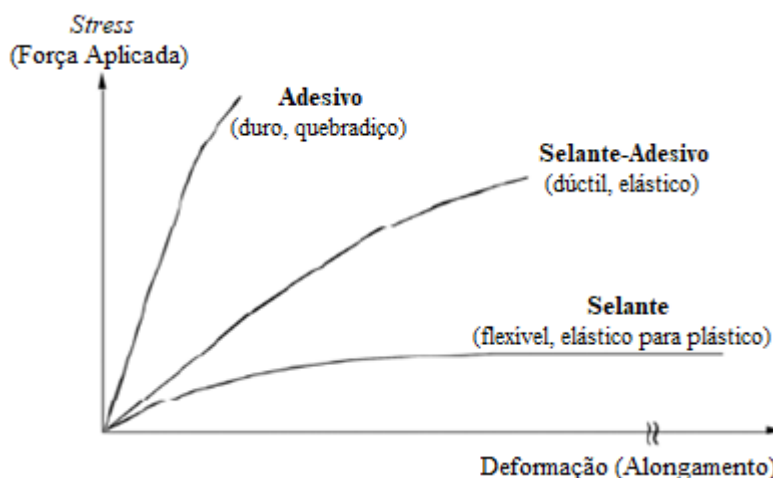


Figura 1 – Características qualitativas de tensão-deformação de adesivos, selantes-adesivos e selantes.<sup>[1]</sup>

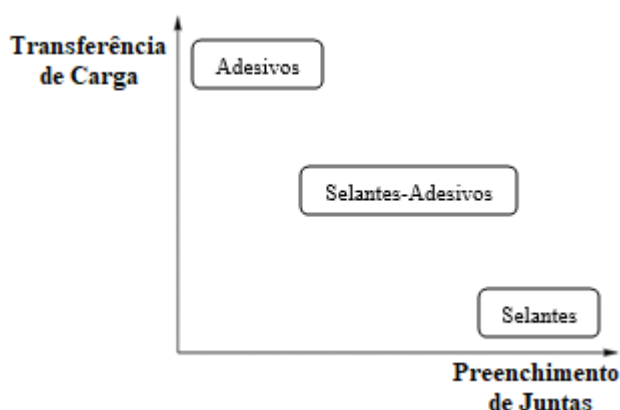


Figura 2 – Classificação qualitativa de adesivos, selantes-adesivos e selantes.<sup>[1]</sup>

Outro critério que diferencia os adesivos, os selantes e os selantes-adesivos é a capacidade de preencher as juntas. Pela Figura 2 percebe-se que os selantes podem preencher até vários centímetros, mas os adesivos não, podendo ir apenas até juntas com espaçamento menor ou igual a 1 mm. De forma análoga, os selantes-adesivos encontram-se numa posição intermédia podendo preencher juntas até 5 mm de largura.<sup>[1]</sup>

De acordo como o seu tipo químico, os SA podem classificar-se como silicões de base neutra (*alcoxy* e *oxime*) e de base ácida (acética), à base de poliuretano (PU) e híbridos (polímero de silano modificado - MSP).

A característica principal dos SA é utilizar reagentes de cura atmosféricos (humidade, oxigénio, luz e dióxido de carbono) ou de substrato (humidade, substrato e produtos de oxidação do substrato). É importante saber que o reagente de cura deve difundir-se para a polimerização (reticulação / cura) ser facilitada e para se obterem as propriedades finais pretendidas.<sup>[4]</sup>

Os produtos que curam por reação com a humidade atmosférica são designados de selantes-adesivos de vulcanização à temperatura ambiente (RTV), sendo que estes podem ser RTV-1 (um componente) ou RTV-2 (dois componentes).<sup>[5]</sup>

A taxa de cura da parte que se encontra em contacto com o ar de um selante-adesivo depende principalmente da reatividade do agente de reticulação e da atividade do catalisador, no entanto, a taxa de cura no interior do selante-adesivo (que não está em contacto com o ar) depende, não só dos fatores referidos anteriormente, como também da sua permeabilidade ao vapor de água através da massa e da concentração dos componentes reativos presentes no produto.<sup>[5]</sup>

Por fim, é preciso ter uma ideia geral da constituição de um selante-adesivo que é composto maioritariamente por polímero e cargas (ou enchimento, que dão resistência ao produto), contendo ainda múltiplos adesivos, plastificantes (óleos de silicone não reativos), agentes de reticulação, promotores de adesão, catalisadores de cura e / ou pigmentos e fungicidas. As cargas mais utilizadas são a sílica coloidal pirogenada e / ou uma variedade de carbonatos de cálcio e dióxido de titânio que, para além de ter a função de carga, também é utilizado como pigmento e estabilizador.<sup>[5],[6]</sup>

### 1.2.1 Acrílicos

Os selantes acrílicos são baseados em misturas monoméricas ou oligoméricas de metacrilato. Os monómeros são geralmente líquidos de baixa viscosidade e incolores. Para formulações de selantes acrílicos existem alguns metacrilatos importantes, no entanto, nas formulações mais modernas tem sido regularmente utilizado o metil metacrilato (MMA), Figura 3.<sup>[4],[7]</sup>

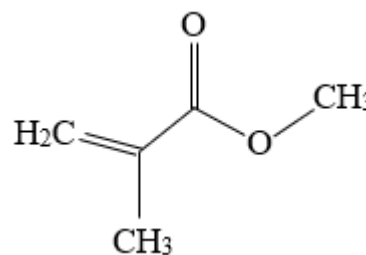


Figura 3 – Estrutura molecular do metil metacrilato.

Nestes selantes à base de metacrilato são adicionados, frequentemente, endurecedores de borracha de forma a melhorar a sua dureza e flexibilidade que, por vezes, contêm nas suas extremidades grupos reativos para permitir a reticulação com o metacrilato. Assim, à medida que o selante vai curando, as borrachas vão formando ligações com os monómeros / oligómeros de metacrilato formando as cadeias do polímero. Além disso, de forma a minimizar o custo são também adicionados outros ingredientes como espessantes, antioxidantes, pigmentos e enchimentos.<sup>[4],[7]</sup>

Após ser aplicado, o selante acrílico forma uma película elástica devido à evaporação da água contida no selante. A cura dos selantes acrílicos é obtida pelo uso de um primário de substrato que é um produto químico que vai permitir / aumentar a adesão do selante ao substrato (por exemplo adesivos denominados “aeróbicos”), funcionando bem em substratos metálicos.<sup>[4]</sup>

O selante acrílico tem como características o facto de não escorrer, ser inodoro e não provocar a corrosão nos metais, sendo ideal para preencher fissuras sujeitas a pequenas dilatações / contrações. Estes selantes são comumente usados em juntas onde o movimento é entre 5 % e 15 %.<sup>[8]</sup>

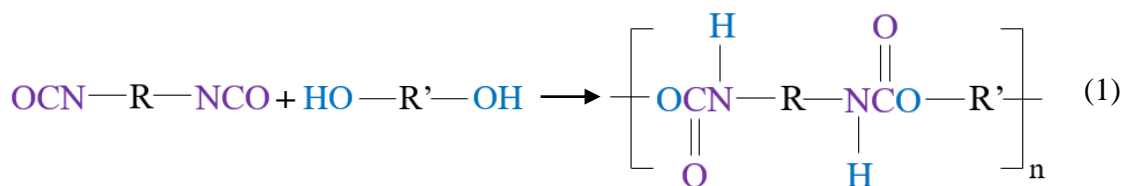
Na Tabela 1 encontram-se algumas vantagens e desvantagens dos selantes acrílicos.<sup>[8]</sup>

Tabela 1 – Vantagens e desvantagens dos selantes acrílicos.<sup>[8]</sup>

Vantagens	Desvantagens
Facilidade de aplicação;	Sensível ao movimento precoce da junta;
Pode ser aplicado em substratos húmidos;	Requer proteção contra congelamento durante o armazenamento;
Baixa toxicidade;	Resistência limitada à água;
Baixo odor;	Não deve ser usado abaixo de 5 °C;
Pode ser pintado;	A cura é altamente dependente do clima;
Excelente resistência aos raios UV e às condições climáticas adversas;	Baixa resistência ao molde (dependente do plastificante);
Adesão razoável a substratos de construção habitualmente utilizados;	Endurecimento com o envelhecimento (depende da formulação);
Custo relativamente baixo;	Elevada contração (evaporação de água);

## 1.2.2 Poliuretanos

Os SA à base de poliuretano (PUs) são formados por reação química entre um di / poli-isocianato e um di / poli-ol, formando grupos de uretano repetidos, normalmente na presença de um catalisador, conforme esquematizado na Equação 1.<sup>[9]</sup>



Estes SA têm alto potencial como adesivos conferindo força, dureza e resistência ao rasgamento. A natureza polar da ligação do uretano resulta ainda numa forte adesão a diversos substratos e a sua versatilidade química permite a formulação de vários produtos.<sup>[10]</sup>

Os PUs de um componente, que contêm grupos terminais de isocianato (-NCO) e hidroxilos (-OH), polimerizam (curam) em contacto com a humidade do ar e são considerados selantes-adesivos de cura lenta. Por outro lado, as formulações de dois componentes têm sido usadas para acelerar o processo de cura, uma vez que neste caso a mistura, e conseqüente reação, entre as cadeias

poliméricas que contêm só grupos terminais de isocianato e as que contêm só com grupos terminais hidroxilo apenas vai ocorrer quando se utilizar o produto.<sup>[4],[11]</sup>

Os PUs depois de curados não são corrosivos para os metais e não contêm grupos terminais de isocianatos (libertados aquando da cura), logo não são prejudiciais para a saúde e ambiente. Além disso, resistem bem em ambientes quimicamente agressivos como, por exemplo, água salgada, calcário e produtos de limpeza, são inodoros, podem ser lixados e pintados; no entanto é sempre recomendado testar previamente antes de pintar, pois as diferentes características das tintas / vernizes irão influenciar a cura dos mesmos.

Os PUs podem ser aplicados na construção como, por exemplo, em juntas de pavimentos, instalação de janelas de madeira e metal, vedação de telhados e juntas de dilatação, etc.<sup>[11]</sup>

Na Tabela 2 encontram-se algumas vantagens e desvantagens dos PUs.<sup>[8]</sup>

Tabela 2 – Vantagens e desvantagens dos PUs.<sup>[8]</sup>

<b>Vantagens</b>	<b>Desvantagens</b>
Elevada capacidade de movimento e grande recuperação elástica (75 % a 85 %);	Baixa permeabilidade do produto fluido ao gás (resultando na cura lenta para formulações de um componente);
Alta resistência à perfuração, ao rasgo e à abrasão;	Propriedades de aplicação insatisfatórias a baixa temperatura;
Pode ser pintado e lixado;	Resistência limitada a altas temperaturas;
Boa adesão a uma variedade de substratos;	A variedade de formulações pode causar grandes diferenças no desempenho;
Baixa permeabilidade do produto curado ao gás (propriedade de barreira desejada);	Descoloração (amarelecimento) para formulações à base de isocianato aromático;
Boa flexibilidade a baixas temperaturas (embora o módulo aumente);	Os raios UV a longo prazo vão provocar a descoloração (pode ocorrer a formação radicais no interior do produto fazendo com que este perca propriedades), não sendo adequado para envidraçamento estrutural;

### 1.2.3 Silicones

O nome silicone descreve compostos poliméricos polidialquilsiloxanos com a fórmula genérica  $R_2SiO$ , Figura 4A. Na maior parte dos silicones, R é o radical metilo (polidimetilsiloxano, abreviado como PDMS), Figura 4B.<sup>[3]</sup>

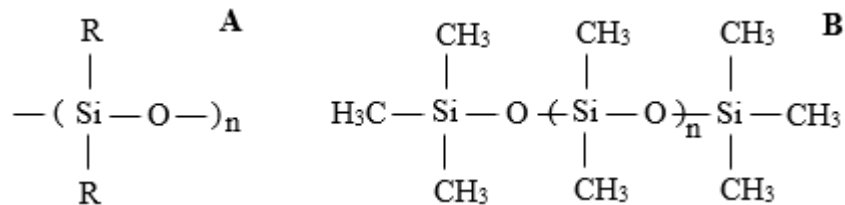


Figura 4 – Estrutura molecular do A: polidialquilsiloxano e do B: polidimetilsiloxano.

O silicone tem propriedades elásticas e é concebido para selar e vedar, garantindo uma flexibilidade suficiente para absorver as movimentações. Este é visto como o material de maior sucesso nas mais diversas aplicações industriais onde a longevidade é a principal preocupação, tendo como propriedades interessantes o grande alongamento, a excelente estabilidade térmica, a boa resistência à radiação ultravioleta (UV), as boas propriedades humectantes, a excelente resistência à água, aos produtos químicos, às condições climáticas adversas, ao envelhecimento e ao calor, a alta permeabilidade a gases, o bom comportamento de amortecimento e antifricção, forças intermoleculares fracas e excelentes propriedades dielétricas, a baixa volatilidade para pesos moleculares altos e alta volatilidade para pesos moleculares baixos.<sup>[11],[12]</sup> Além disso, ao silicone para uso sanitário é adicionado um elevado nível de fungicida, visto que este em ambientes húmidos e quentes é atacado por bolor.<sup>[6]</sup>

Ao contrário dos PUs, os silicones diferenciam-se pela sua flexibilidade e têm como função principal selar e não colar, o que implica que a junta tem de ser bem dimensionada para não existir descolamento ou fraturas.



Na Tabela 3 encontram-se algumas vantagens e desvantagens dos silicones.<sup>[8]</sup>

Tabela 3 – Vantagens e desvantagens dos silicones.<sup>[8]</sup>

<b>Vantagens</b>	<b>Desvantagens</b>
Excelente estabilidade térmica e climática (sem variação das propriedades com o envelhecimento, resistente aos UV);	Alta permeabilidade ao gás durante a cura (falta de propriedade de barreira);
Resistência à oxidação e ao ozono;	Não podem ser pintados;
Silicones de um componente de cura rápida são viáveis;	Problema de odor com alguns sistemas de cura;
Alta capacidade de movimentação (até +100 % / -50 %), alta recuperação elástica (85 % a 98 %);	Baixa resistência ao rasgo para formulações transparentes;
Alta permeabilidade do produto curado ao gás (silicones de um componente de cura rápida);	Agarra as poeiras (sujidade) e ganha manchas com certas formulações;
Capacidade de molhar substratos difíceis (devido à baixa tensão superficial), boa adesão a uma variedade de substratos;	Não deve ser aplicado em superfícies molhadas ou húmidas (má adesão);
Aplicação viável a baixas temperaturas mantendo uma boa flexibilidade;	
Boa resistência ao fogo;	

Atualmente existem dois tipos de curas mais utilizadas, a cura ácida (base acética) e a cura neutra (base *alcoxy* e base *oxime*), existindo ainda um processo de cura neutra que liberta amidas que, no entanto, já não é muito utilizado.

No caso de cura ácida de base acética, como o próprio nome indica, ocorre a libertação de ácido acético durante o processo de cura, tendo estes silicones uma elevada ação fungicida, o que os torna adequados para selar e vedar juntas expostas a um elevado índice de humidade, tendo outras características como o grande poder de adesão em superfícies vidradas, o baixo módulo, excelentes propriedades de aplicação, a rápida formação de película e o longo prazo de validade. Por outro lado, não é aconselhado utilizar este produto em mármore, betão e cimento fibroso devido à libertação do ácido acético durante o processo de cura, nem em metais como chumbo, cobre, latão, ferro ou zinco porque pode provocar corrosão.<sup>[6]</sup>

Na cura neutra de base *alcoxy* (*Al*) ocorre a libertação de um álcool (normalmente metanol) durante o processo de cura conferindo um aspeto brilhante ao produto; no entanto, esta libertação é mínima, logo não ocorre contração de volume considerável depois de seco, não é corrosivo para metais, tem uma grande aderência em quase todos os substratos e um grande prazo de validade. Porém, não é aconselhado aplicar em pedra natural porque pode provocar manchas e não deve ser aplicado em colagem de espelhos nem juntas de piscinas. Por último, na cura neutra de base *oxime* (*Ox*) ocorre a

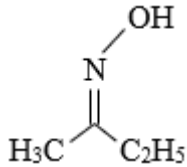


Figura 5 – Estrutura química da metiletilcetoxima (MEKO).

libertação de oximas (normalmente butan-2-ona *oxime*, mais conhecida por metiletilcetoxima (MEKO), Figura 5) durante o processo de cura. Devido às exigências do mercado e aos problemas ambientais derivados da toxicidade da butan-2-ona *oxime* (*OxB*), tem-se vindo a substituir esta substância por pentan-2-ona *oxime*, visto ser menos prejudicial para a saúde do utilizador e para o ambiente (apenas é contabilizada a libertação do álcool (normalmente metanol) como solvente volátil, uma vez que a pentan-2-ona *oxime* não é tóxica). Assim, o silicone de cura neutra

*oxime* com pentan-2-ona (*OxP*) tem uma ótima aderência em substratos porosos e não porosos, não mancha materiais de pedra natural (ao contrário do silicone acético e *alcoxy*) e é mais fácil de alterar a razão polímero / cargas. Apesar disso, apresenta restrições de utilização como, por exemplo, não ser aconselhado o uso em construções de aquários, não ser recomendado para superfícies que estejam húmidas ou continuamente sujeitas à imersão em água, nem para superfícies que venham a ser pintadas (a película de tinta pode acabar por estalar e rachar).

Na Tabela 4 encontram-se resumidas as características principais entre os silicones de cura neutra e sua respectiva comparação.

Tabela 4 – Resumo das características e respectiva comparação entre os silicones de cura neutra: **pior**, **intermédio** e **melhor**.

Características	OxB	OxP	Al	Observações
Substâncias perigosas	●	●	●	OxB: Só nos casos em que a butan-2-ona <i>oxime</i> > 2 %;
Tempo de formação da película	●	●	●	
Produto com carga	●	●	●	OxB: densidade > 1,22 g cm <sup>-3</sup> OxP: densidade produto branco ≈ 1,20 g cm <sup>-3</sup> , os outros é ≈ 0,98 g cm <sup>-3</sup> Al: densidade ≈ 1 g cm <sup>-3</sup>
Extrusão	●	●	●	
Fungicida	●	●	●	Ação reforçada na categoria dos sanitários;
Gama de cores	●	●	●	Alargada;
Transparência	●	●	●	O Al é um produto mais puro (tem menos cargas);
Aderência	●	●	●	O Ox adere melhor em substratos difíceis (betão, PVC, plásticos...);
Preço	●	●	●	O Al tem preço menos competitivo porque leva menos cargas;

Comercialmente encontram-se silicones de um ou mais componentes, sendo os primeiros os mais comercializados.<sup>[5]</sup>

Os silicones são muito permeáveis à humidade e, por norma, os de um componente curam a uma taxa de, aproximadamente, 1 mm a 2 mm por dia, dependendo da largura da junta, da humidade e da temperatura. Por terem uma grande permeabilidade, estes curam mais rápido quando comparados aos restantes polímeros sem silicone de um componente.<sup>[6]</sup>

Relativamente aos produtos com mais de um componente, normalmente não dependem da penetração da humidade atmosférica para curar e, por esse motivo, são utilizados, também, quando o nível de humidade é inferior. Assim, as indústrias que necessitam de um produto que cure rápido optam

então pelos produtos de dois componentes, pois a sua vantagem é que curam mais rápido nas zonas interiores da junta, podendo ainda ser acelerada por exposição a altas temperaturas ou pela adição de um catalisador (diferente dos utilizados nos produtos de um componente).<sup>[5],[6]</sup>

Nos silicones RTV existe uma alta transmissão de vapor que facilita a rápida cura por humidade, formando subprodutos não corrosivos. Estudos mais recentes apontam para a formulação de silicones RTV de cura por luz e humidade, visto que a sua exposição à luz, próxima da radiação UV (mecanismo de radicais livres), é especialmente importante para atingir o endurecimento dos produtos, e a cura por humidade (mais lenta, convencional) permite a obtenção de todas as propriedades num período de 72 h. A solução para obter estas propriedades é combinar os silicones RTV convencionais com resinas (por exemplo, polidimetilsiloxano com grupos terminais de metacrilóxi).<sup>[4]</sup> Na Tabela 5 encontra-se a comparação das propriedades entre um silicone e um PU.<sup>[13]</sup>

Tabela 5 – Comparação das propriedades entre silicones e poliuretanos: muito pobre, pobre, moderado e bom.<sup>[13]</sup>

Propriedades	Silicone	Poliuretano
Recuperação das propriedades elásticas	●	●
Resistência aos raios UV	●	●
Velocidade de cura (um componente)	●	● a ●
Capacidade de extrusão a baixa temperatura	●	●
Resistência ao rasgo	●	●
Preço	●	●
Capacidade de ser pintado	●	●
Adesão sem primário ao betão	●	●
Resistência à hidrólise	●	●
Não borbulhante	●	●

#### 1.2.4 Híbridos

Nos últimos anos foram desenvolvidos vários sistemas de SA híbridos (MSP) constituídos por, no mínimo, dois tipos de materiais poliméricos de diferentes categorias. Comercialmente é possível encontrar MSP com estruturas de poliisobutileno, poliacrilato, poliéter e poliuretano (SPUR), sendo os dois últimos os mais comuns, porém neste estudo apenas se utilizarão SPUR. Os MSP baseados nestes polímeros têm um processo de cura semelhante aos silicones e são muito valorizados devido às suas características únicas, pois podem ser utilizados na indústria aeroespacial e eletrónica.<sup>[8],[13]</sup>

Os MSP apresentam um alto poder adesivo como é característico dos PUs e uma grande flexibilidade relacionada com os grupos siloxanos presentes nos silicones. Devido a estas características, os MSP são formulados para potenciar as melhores características de cada material polimérico que o constitui diminuindo as limitações individuais destes, exemplo disso é a combinação das vantagens de um vedante com grande elasticidade com a possibilidade de ser lixado, pintado e polido. Estes produtos têm vindo a ser cada vez mais comercializados porque é possível formulá-los de forma personalizada, além de não conterem solventes e isocianatos na sua formulação final.<sup>[13]</sup>

A vantagem dos MSP é que os pontos de reticulação necessários para conferir elasticidade são formados durante o processo de cura, o que os torna mais fáceis de manusear e, além disso, são capazes de curar sem bolhas, possuem boa adesão a praticamente todos os substratos e não apresentam problemas consideráveis para a saúde. Outras características que os diferenciam são a excelente resistência aos raios UV e às condições climáticas adversas e a aplicação em ambientes húmidos. Por outro lado, durante o processo de cura ocorre uma pequena libertação de metanol.<sup>[14]</sup>

Estes MSP podem ser utilizados nas mais diversas áreas como a indústria de construção civil e elétrica, a reparação automóvel, a colagem de pedras naturais, sistemas de isolamento e proteção, entre outras.

#### 1.2.4.1 MSP à base de poliuretano

Para maximizar as vantagens (a adesão do PU e a versatilidade química de cura com silício) e colmatar as desvantagens dos PUs e dos silicones, foram desenvolvidos os MSP à base de poliuretano (SPUR). Os produtos comercializados atualmente apresentam um baixo módulo, um bom alongamento, uma boa adesão a uma enorme quantidade de substratos, uma melhor resistência às condições atmosféricas e podem ser pintados, após curarem, com tintas à base de solvente e de água. Os SPUR de um componente, comparativamente aos PUs, apresentam um melhor equilíbrio entre a reatividade e a estabilidade de armazenamento e, além disso, visto que o processo de cura não envolve isocianato, não há formação de bolhas causadas pelo dióxido de carbono não sendo prejudicial para a saúde do aplicador, nomeadamente na indústria de construção e transportes.<sup>[8],[15],[16]</sup>

Na Tabela 6 encontram-se as vantagens e desvantagens dos SPUR.<sup>[5]</sup>

Tabela 6 – Vantagens e desvantagens dos SPUR.<sup>[5]</sup>

<b>Vantagens</b>	<b>Desvantagens</b>
Química de cura livre de isocianato (em comparação com os PUs);	Baixa permeabilidade do produto fluido ao gás (resultando em formulações de um componente de cura lenta);
Sem gaseificação ou formação de bolhas (em comparação com os PUs);	Os raios UV a longo prazo vão provocar a descoloração (pode ocorrer a formação radicais no interior do produto fazendo com que este perca propriedades), não sendo adequado para envidraçamento estrutural.
Baixo odor, não corrosivo;	Resistência limitada a altas temperaturas;
Boa flexibilidade a baixas temperaturas (embora o módulo aumente);	Não deve ser aplicado em superfícies molhadas ou húmidas (má adesão);
Baixa permeabilidade do produto curado ao gás (propriedade de barreira benéfica);	
Boa resistência às condições climáticas adversas;	
Adesão a uma ampla gama de substratos;	
Pode ser pintado;	
Alta recuperação elástica;	

### 1.3 Testes Físicos Padronizados

Os testes são utilizados para estudar o comportamento de uma junta sob condições pré-definidas para refletir o uso pretendido e são complementados por outros que determinam as características específicas dos materiais. Desta forma, combinando os vários tipos de testes obtém-se uma previsão mais confiável e adequada do tipo de produto a utilizar.<sup>[17]</sup>

Sendo assim, existem várias razões pelo qual se devem testar os selantes-adesivos tais como controlar a qualidade e o processo de colagem, verificar se as características correspondem aos valores presentes nas fichas técnicas e também se se adequam aos requisitos do cliente; selecionar o selante adequado para os diversos materiais a serem colados ou vedados e os seus métodos de aplicação;

confirmar a eficácia de um determinado processo de colagem avaliando quais as técnicas para o aplicar, quais os substratos onde podem ser aplicados, quais as condições de secagem, cura, formação da película de filme, dureza, flexibilidade e durabilidade; investigar quais os parâmetros críticos que influenciam o desempenho do polímero.<sup>[18]</sup>

Para realizar estes testes é necessário seguir padrões e especificações. Os principais países industrializados criaram os seus próprios métodos de teste e os seus padrões, sendo as normas mais importantes as alemãs (DIN) e as americanas (ASTM). Tendo em conta que existem várias normas era difícil existir uma coerência de valores entre os diversos países, pelo que, em 1985 o Comité Europeu de Normalização sistematizou todos os métodos de teste em normas europeias (EN). Além disso, existe também a organização de padrões internacionais (ISO) em Genebra que está a tentar sistematizar a nível mundial, tendo já definido muitos métodos de teste de acordo com os padrões internacionais.<sup>[17],[18]</sup>

### 1.3.1 Testes Estáticos

#### 1.3.1.1 Teste de Tensão / Deformação

A reologia é o estudo das deformações e escoamentos de fluidos e sólidos que inclui a elasticidade, a viscosidade, a plasticidade e a tixotropia, sendo esta última explicada no ponto 1.3.1.8. A viscosidade (resistência ao fluxo) é a característica reológica mais importante dos líquidos (revestimentos e tintas) e está relacionada com a atração molecular no produto, ou seja, é uma propriedade física que caracteriza a resistência de um fluido ao escoamento.<sup>[18]</sup> Existem dois tipos de fluidos, os newtonianos e os não-newtonianos em que o que os distingue é a forma como reagem às tensões, Figura 6. Um fluido newtoniano (por exemplo a água) é caracterizado por ter uma viscosidade constante, isto é, seja qual for a tensão aplicada nesse fluido, ele irá apresentar sempre o mesmo comportamento; já um fluido não-newtoniano (por exemplo um silicone) é significativamente afetado pela tensão de corte (força por unidade de área), ou seja, a tensão de corte não é diretamente proporcional à taxa de deformação (alteração na deformação do produto com o tempo), pois uma tensão mais forte irá tornar o produto mais fluido. Assim, para um fluido não-newtoniano mais viscoso (maior atrito) é necessária mais força para causar a sua deformação, que acontece sempre que o fluido é movido ou distribuído (espalhamento ou derramamento).<sup>[19]</sup>

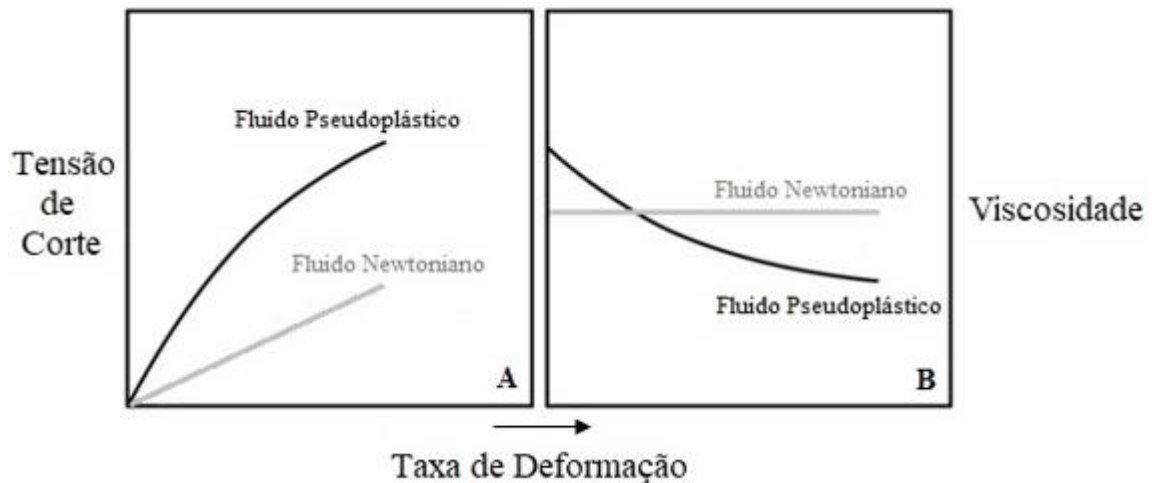


Figura 6 – Representação do comportamento de um fluido pseudoplástico (não-newtoniano) comparativamente ao fluido newtoniano A: tensão aplicada vs. taxa de deformação e B: viscosidade vs. taxa de deformação.

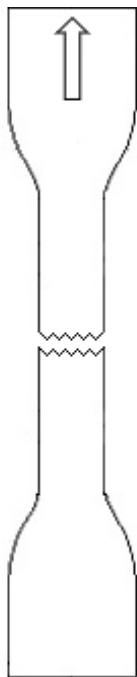


Figura 7 – Imagem ilustrativa do provete e do movimento da força de alongamento até à quebra.

O teste de tensão / deformação é realizado em amostras com formato de haltere, Figura 7, para que o produto tenha uma distribuição uniforme de tensões e, assim, quando são aplicadas forças de tensão, este alonga e falha em condições bem definidas. As propriedades que podem ser determinadas são a resistência à tração, a resistência à tração na rutura, o alongamento na rutura, a tensão num determinado alongamento e o alongamento numa determinada tensão.

Neste teste é importante entender o conceito de recuperação elástica que é a capacidade de um material voltar à sua forma original quando a carga que causa a deformação é removida. Um material é puramente elástico se a deformação aumenta linearmente com o aumento da tensão aplicada. Um produto exibe um forte comportamento viscoelástico quando a relação tensão / deformação não é linear e a resposta da amostra é fortemente dependente do tempo e da taxa de aplicação da carga. Outro conceito importante é o alongamento que é a extensão produzida na amostra por uma tensão de tração, expressa como uma percentagem do comprimento, ou seja, é o parâmetro que indica o alongamento do material em relação ao comprimento original (em %), já o alongamento na rutura é a deformação

de tração no comprimento de teste no ponto de rutura. O alongamento não pode ser usado para prever o comportamento de materiais sujeitos a cargas repentinas ou repetidas.

A tensão de tração é a tensão aplicada de modo a alongar a amostra e é calculada como a força aplicada por unidade de área da secção transversal original. A resistência à tração é a tensão máxima de tração que o material suporta (registada na extensão da amostra até ao ponto de rutura), sendo avaliada



pela carga aplicada por unidade de área, e a resistência à tração na rutura, como o próprio nome indica, é a tensão de tração registada no momento da rutura. Este teste é realizado porque se pode obter um perfil completo das propriedades de tração de cada produto, Figura 8.<sup>[20]</sup> Os dados são apresentados num gráfico na forma de uma curva de tensão / deformação que demonstram como o material reage às forças que lhe foram aplicadas.

O módulo de elasticidade ou de Young quantifica a resistência de um material à deformação não permanente ou elástica e corresponde ao declive da região linear da curva Força Aplicada vs. Deformação (Figura 8) calculado pelo método dos mínimos quadrados. Nesta região o material volta ao seu estado inicial, ou seja, ao seu estado antes de lhe ter sido aplicada qualquer tipo de carga (recuperação elástica), calculando-se assim a deformação de tração (deslocamento entre partes de um corpo em relação a um comprimento de referência). Quando

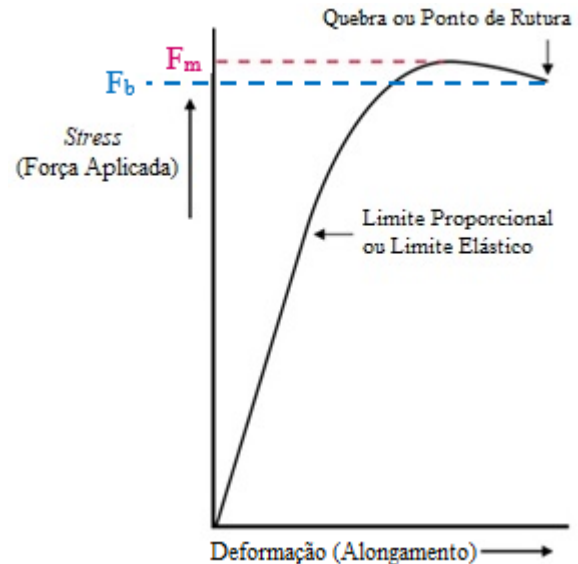


Figura 8 – Esquema representativo da curva obtida num teste de tensão / deformação.<sup>[20]</sup>

a curva começa a perder a linearidade, ou seja, entra na região plástica, o material começa a sofrer deformações permanentes. Além disso, durante o teste também se pode quantificar o alongamento que o material sofre após a deformação plástica.

Uma das propriedades mais importantes a determinar sobre um material é a força máxima registada ( $F_m$ ) que permite calcular a resistência à tração. É de salientar que a resistência à tração pode ou não coincidir com a ponto de rutura.<sup>[20]</sup>

### 1.3.1.2 Teste de Dureza

A dureza é a medida de resistência de um material à penetração e varia com o tempo, uma vez que alguns materiais utilizados neste tipo de teste têm uma grande capacidade para recuperar a sua forma original após sofrerem uma deformação. Assim sendo, a dureza de um material depende do seu módulo de elasticidade, das suas propriedades viscoelásticas e é uma propriedade amplamente utilizada para caracterizar os materiais e verificar se são adequados para o fim pretendido.

O teste de dureza é realizado com um durómetro e é um teste simples, fácil de executar, rápido, barato e não destrutivo. A dureza é medida através de uma escala Shore que avalia a dureza superficial

de materiais poliméricos. A escala Shore A é utilizada quando os materiais em estudo são elastômeros mais macios como, por exemplo, borrachas, e a escala Shore D é usada quando os materiais em avaliação são elastômeros mais duros e polímeros termoplásticos ou termofixos. Na Figura 9 é possível observar as diferenças entre os dois tipos de penetradores utilizados. Além disso, a forma do penetrador, a força aplicada sobre o filme de SA e a duração da aplicação influenciam os resultados obtidos para uma mesma amostra, de tal forma que não pode haver uma relação simples entre os resultados obtidos com dois durômetros diferentes ou com outro instrumento para medir a dureza.<sup>[21]</sup>

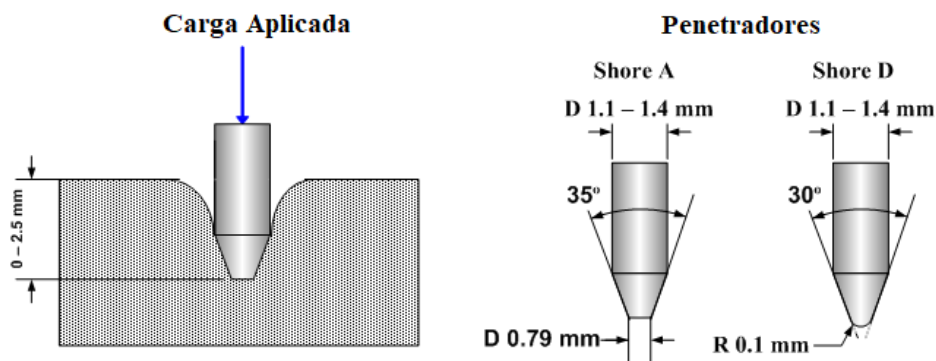


Figura 9 – Características dos penetradores utilizados nos durômetros tipo Shore A e Shore D para uma mesma carga aplicada.<sup>[21]</sup>

### 1.3.1.3 Teste de Densidade

Nesta dissertação vão ser realizados dois tipos de testes de densidade, a densidade absoluta e a densidade aparente. A densidade absoluta ou massa volúmica de um material é a relação entre a massa de uma amostra e o seu volume sem considerar os poros do material (volume verdadeiro), já a densidade aparente é definida como a relação entre a massa e o volume, incluindo o volume dos poros (volume aparente), ou seja, a densidade aparente irá ser sempre menor que a densidade absoluta para uma mesma amostra.<sup>[22]</sup>

Existem várias técnicas que permitem determinar com precisão a densidade de materiais sólidos, viscosos e líquidos. No caso dos SA, para o estudo da densidade absoluta a amostra irá estar na sua forma fluida, já para o estudo da densidade aparente a amostra irá estar na sua forma sólida (após a cura). A medição da densidade é um parâmetro importante de qualidade, seja para a matéria-prima como para o produto final. A densidade da matéria-prima é utilizada para verificar a pureza do material e uma mudança do seu valor pode ter um resultado prejudicial na qualidade do produto final e no seu funcionamento (atributos essenciais de desempenho, como força, elasticidade e resistência à rutura, podem ser afetados), logo nos testes de densidade a variação dos valores obtidos deve ser mínima.<sup>[19]</sup>

Resumindo, a medição da densidade é uma forma simples e económica de controlar a qualidade e garantir que as matérias-primas e produtos finais atendam às especificações. Neste estudo a densidade absoluta, com a amostra no estado fluido, irá ser necessária para avaliar a qualidade do material quando chega do fornecedor e a densidade aparente, com a amostra no estado sólido, irá avaliar a qualidade do produto final obtido, logo é justificável a realização do controlo de qualidade pelos dois métodos.

#### 1.3.1.4 Teste de Extrusão

A extrusão é expressa como a massa extrudada de um SA num tempo definido para uma determinada temperatura. Este teste é realizado medindo a quantidade de produto que passa, a uma determinada pressão, através de uma ponteira de diâmetro conhecido. O teste de extrusão fornece resultados de forma qualitativa sobre a fluidez / viscosidade do produto (quanto maior for a fluidez, menor será a viscosidade e vice-versa) de modo que o consumidor opte pelo produto que se adequa melhor ao fim pretendido e, ao mesmo tempo, para o fabricante, esses mesmos resultados podem ajudar no desenvolvimento da formulação do próprio produto. Além disso, este teste pode ser utilizado como parâmetro de controlo de qualidade para medir a estabilidade do prazo de validade, medindo a quantidade de produto extrudado de forma a comparar com o valor de referência.<sup>[23]</sup>

#### 1.3.1.5 Teste de Tempo de Formação de Película

Até ao instante em que ocorre a formação de película é possível manusear os produtos sem danificar o seu aspeto visual, isto é, o produto pode ser trabalhado e reajustado sem causar imperfeições visíveis para o utilizador. Assim, este teste vai permitir informar sobre o tempo que cada produto necessita para a formação dessa película. Apesar disso, é importante saber que este é um teste subjetivo, pois cada utilizador tem a sua sensibilidade, além de que os resultados obtidos variam significativamente de acordo com as condições ambientais como, por exemplo, a temperatura e a humidade a que o produto é exposto.

#### 1.3.1.6 Teste de Contração

O objetivo do teste de contração é determinar a variação da massa e do volume dos SA usados nas juntas. A variação do conteúdo sólido é analisada para fins de controlo de qualidade, sendo a proporção entre a massa da amostra antes e depois da secagem, possibilitando a determinação da quantidade de água ou solvente que foi evaporada durante o processo de cura do SA. Este teste é importante devido a alguns fabricantes reduzirem o custo de um SA diminuindo o conteúdo sólido presente no mesmo, aumentando a quantidade de água e / ou solventes, o que leva a consequências

como não haver conteúdo sólido ativo suficiente para promover a adesão entre os substratos e o SA. Para os selantes acrílicos o conteúdo sólido varia de 75 % a 85 % o que significa uma contração significativa durante o processo de cura, ao contrário dos silicones, PUs e MSP que apresentam um conteúdo de sólidos elevado sendo praticamente desprezável a contração que sofrem o que lhes confere uma maior elasticidade.<sup>[24]</sup>

### 1.3.1.7 Teste de Cor

A cor é uma característica estética importante do dia-a-dia, sendo muito subjetiva, uma vez que, diferentes pessoas têm percepções distintas para uma mesma cor. A aparência da cor de um objeto depende da sua superfície, dos ângulos e da intensidade com que a luz é refletida para o olho.<sup>[25]</sup> Por esse motivo é importante que existam sistemas universais que caracterizem as cores e que sejam independentes da percepção do utilizador como, por exemplo, o sistema de cores CIELAB (sistema padrão utilizado em todo o mundo), Figura 10. Este sistema consiste num espaço de cores tridimensional e é construído a partir de três eixos perpendiculares entre si. O eixo  $L^*$  é o eixo da luminosidade, onde 0 significa cor preta e 100 é a intensidade máxima de luz que é visível sem causar lesões nos olhos, ou seja, cor branca (os tons de cinza encontram-se neste eixo). As cores cromáticas são descritas usando os outros dois eixos no plano horizontal, o eixo  $a^*$  é o eixo vermelho-verde e o eixo  $b^*$  é o eixo amarelo-azul. Cada cor é então representada pelas coordenadas  $(L^*, a^*, b^*)$  – ponto de cor.<sup>[26]</sup>

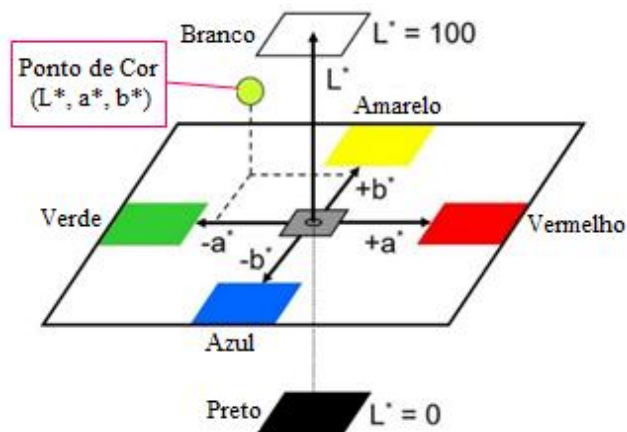


Figura 10 – Espaço de cores CIELAB tridimensional.<sup>[27]</sup>

O objetivo do teste de cor é definir um padrão de base de forma que novos lotes de corantes / produtos possam ser comparados e assim verificar a consistência da cor apresentada ao consumidor final. Além disso, com este sistema é possível comparar duas cores e verificar se estas podem ser

consideradas semelhantes ou não, dependendo do valor do desvio obtido. Esta comparação não será objeto do presente trabalho.

O espectrofotômetro pode quantificar a cor “verdadeira” e a cor aparente de um objeto, isto é, este aparelho pode medir com o componente especular incluído (SCI) e com o componente especular excluído (SCE). Na reflexão especular, a luz reflete com o mesmo ângulo de incidência, mas na direção oposta, Figura 11A. Esta reflexão ocorre com mais intensidade em superfícies brilhantes, fazendo com que um objeto evidencie cores mais vivas e mais saturadas. No entanto, nem toda a luz incidente num objeto é refletida nesse mesmo ângulo, sendo absorvida pelo objeto e espalhada noutras direções, Figura 11B, ou seja, tem-se o fenómeno de reflexão difusa. Esta última ocorre com mais intensidade em superfícies ásperas, texturizadas e irregulares, tonando o objeto menos saturado e com cor mais opaca.<sup>[25]</sup>

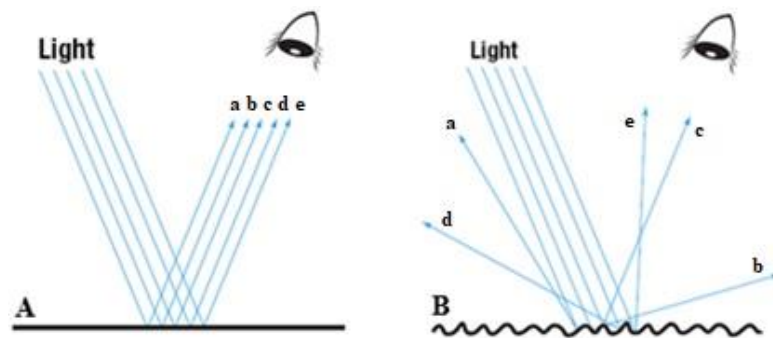


Figura 11 – Representação da luz refletida A: especular e B: difusa.<sup>[25]</sup>

Por exemplo, um objeto brilhante tingido de azul parecerá mais saturado e brilhante, por outro lado, um objeto com superfície áspera tingido com a mesma cor parecerá mais opaco. Fazendo uma medição no modo SCI ambos os objetos apresentariam os mesmos valores de cor, sendo assim o modo ideal para combinar cores. O mesmo não iria acontecer com a medição no modo SCE que iria apresentar diferentes valores de cor para os dois objetos, isto é, o objeto com superfície áspera iria coincidir com uma região mais clara e menos saturada do espaço de cores CIELAB tridimensional, enquanto o objeto brilhante iria coincidir com uma região mais escura e saturada do mesmo espaço de cores.<sup>[25]</sup>

Assim, para medir a cor “verdadeira” utiliza-se o modo SCI, que inclui a luz especular refletida e difusa, não sendo afetada por quaisquer condições de superfície, já para medir a cor aparente de um objeto utiliza-se o modo SCE, que exclui qualquer luz especular refletida, sendo por isso mais sensível às condições de superfície.<sup>[25]</sup>

### 1.3.1.8 Teste de Escorrimento / Flacidez

Antes de explicar o que é o teste de escorrimento importa explicar o que é a tixotropia. Um produto exibe uma boa tixotropia se, quando é agitado, a sua viscosidade diminui, mas que, sem agitação não escorre. A tixotropia é a capacidade que um produto tem de escorrer ou ficar agarrado a um substrato. A vantagem de um produto que não escorra é que este fique durante o máximo de tempo possível em contacto com o substrato enquanto cura permitindo assim criar as ligações entre o substrato e o produto. Além disso, é vantajoso quando se quer aplicar o produto em superfícies verticais e quando se quer obter uma camada de produto mais espessa.<sup>[28]</sup>

Assim, este teste vai determinar a resistência ao escorrimento dos SA. Quanto maior for a concentração de solvente ou do enchimento, mais barato fica para o fabricante produzir o produto final, no entanto isto leva a problemas de consistência, logo este teste é necessário para que o fabricante ajuste a quantidade de solvente (necessário para dispersar o SA até uma consistência que permita o espalhamento) e enchimento de forma a corrigir a inconsistência do produto final.



## 2. Procedimento Experimental

Para a realização dos testes físicos foram utilizados procedimentos internos de gestão de qualidade da empresa e procedimentos mencionados nas normas europeias e padrões internacionais. Para os testes que seguiram as normas e / ou os padrões é de referir que se realizaram algumas modificações quer devido às necessidades da empresa, quer devido ao equipamento disponível. Além disso, foram consultadas as fichas técnicas dos produtos de forma a comparar os valores obtidos experimentalmente com os anunciados nas respetivas fichas técnicas (valores de referência). Para as propriedades que não constassem nas respetivas fichas técnicas adotaram-se os valores médios dos ensaios de forma a tornar esses valores os de referência associados a cada produto (padrão de base).

Neste estudo utilizaram-se os produtos da empresa mencionados a seguir. É de salientar que os produtos utilizados são RTV-1.



Figura 12 –  
SA MSP.

O MSP, Figura 12, é um produto com base em polímeros de silano modificados, que combina um forte poder de colagem com uma elasticidade adequada. É um SA de grande qualidade, perfeito para colagens e vedações para a maior parte dos substratos e superfícies (porosos e não porosos). Apresenta um bom isolamento contra a chuva, neve, raios UV e temperatura, mantendo sempre a elasticidade.<sup>[29]</sup>

Características: cura em contacto com o ar e humidade, isento de solventes (bom para o meio ambiente), alta elasticidade, alto módulo, elevada adesão em diversos materiais, alta resistência aos raios UV, não corrosivo, pode ser pintado (mesmo quando fresco), aplicável em pedra natural, aplicável a baixas temperaturas, cor estável (não se altera com o tempo) e excelente aderência em PVC, madeira tratada, betão, pedra natural, vidro, alumínio, aço, inox, zinco, etc.<sup>[29]</sup>

Algumas aplicações: é utilizado como adesivo elástico em rodapés, janelas, placas, materiais de isolamento, revestimentos, grades, plásticos, telhas e caleiras e como selante elástico em vedações de juntas, janelas, portas, telhados, calhas, paredes, chaminés e juntas de cozinhas e casas de banho. Aconselhado para a indústria de construção, automóvel, construção naval, interiores e exteriores, etc.<sup>[29]</sup>



O Silicone Neutro de Base *Alcoxy*, Figura 13, é um produto que apresenta um bom isolamento contra a chuva, neve, raios UV e temperatura, mantendo sempre a elasticidade. Resiste a movimentações constantes da junta até 25 % numa ampla amplitude de temperatura.<sup>[29]</sup>

Características: fácil de aplicar, rápida formação de película, quase inodoro, baixa contração de volume depois de seco, sem solventes voláteis, cura em contacto com o ar e humidade, alta elasticidade, baixo módulo, não corrosivo, excelente aderência sem primário em tijolo, vidro, cerâmica, lacados, madeira, PVC, metais (alumínio, zinco, aço, cobre) e vários plásticos.<sup>[29]</sup>

Algumas aplicações: todo o tipo de juntas de isolamento, dilatação e contração, isolamento e vedação em todo o tipo de janelas e portas, isolamento de sistemas de ventilação e condutas e manutenção automóvel.<sup>[29]</sup>



Figura 13 – Silicone neutro de base *alcoxy*.



Figura 14 – Silicone neutro de base *oxime* com pentan-2-ona.

O Silicone Neutro de Base *Oxime* com pentan-2-ona (0 % MEKO), Figura 14, é uma solução totalmente inovadora, pois é isento de butan-2-ona *oxime*, destacando-se por não possuir efeitos prejudiciais para a saúde e meio ambiente. Apresenta maior resistência às condições climáticas adversas e maior resistência a produtos químicos (por exemplo produtos de limpeza), mantendo sempre a elasticidade.<sup>[29]</sup>

Características: fácil de aplicar, melhor poder de adesão e maior resistência térmica em comparação com o *OxB*, rápida formação de película, inodoro, não corrosivo, isento de solventes ou vapores corrosivos, alta elasticidade, baixo módulo, cura em contacto com o ar e humidade, baixa contração de volume depois de seco, excelente aderência sem primário na maioria dos substratos usados na construção como alumínio acetinado, PVC, lacados, inox, aço, vidro, betão, cobre, etc.<sup>[29]</sup>

Algumas aplicações: vedações elásticas em aplicações de vidros em aros de alumínio, madeira ou PVC, adequado para cozinhas e casas de banho, juntas de pavimentação (placas de betão, autoestradas, pistas de aeroportos), junções em autocaravanas, condutas de ventilação, caleiras e tubagens.<sup>[29]</sup>

O Silicone de Base Acética, Figura 15, é um produto que, depois de seco, proporciona juntas flexíveis que garantem um excelente isolamento. Apresenta um bom isolamento contra a chuva, neve, raios UV e temperatura, mantendo sempre a elasticidade.<sup>[29]</sup>

Características: rápida formação de película (película resistente e de elevada elasticidade), ação fungicida, baixa contração de volume depois de seco, odor característico (libertação de ácido acético), cura em contacto com o ar e humidade, alta elasticidade, baixo módulo, excelente aderência sem primário na maioria das aplicações sanitárias: vidro, azulejo, cerâmica, esmalte, alumínio, madeira envernizada / pintada e vários plásticos.<sup>[29]</sup>

Algumas aplicações: isolamentos de vidros, janelas e portas, vedação de juntas (por exemplo aros de janelas), vedação de juntas expostas a elevados níveis de humidade (por exemplo aplicações sanitárias e cozinhas) e aplicações industriais (automóvel, aeronáutica e construção naval).<sup>[29]</sup>



Figura 15 – Silicone de base acética.



Figura 16 – Cola e Veda (PU).

O Cola e Veda (PU) em formato cilíndrico envolvido em folha de alumínio (*foil*), Figura 16, é um produto à base de poliuretano que cura em contacto com a humidade do ar, para selagens e colagens elásticas. Apresenta um bom isolamento contra a chuva, neve, raios UV e temperatura, boa resistência à água, ácidos fracos, alcalinos fracos, esgotos, óleos minerais e vegetais, gorduras e combustíveis.<sup>[29]</sup>

Características: excelente aderência em diversos materiais, permanentemente elástico, pode ser pintado depois de curado, não corrosivo, não escorre, isento de silicone, alto módulo proporcionando colagens de alta resistência e tem muito boa aderência à maior parte dos substratos usados na construção, tem excelente resistência mecânica, boa consistência e tixotropia.<sup>[29]</sup>

Algumas aplicações: selagem de juntas verticais, horizontais e em solos de betão, isolamento de canalizações, selagem de emendas em construções metálicas e de madeira, instalações de ventilação, colagem de telhas e rodapés, reparações em carroçaria automóvel, vedação de juntas em portas e janelas e como adesivo elástico multiusos em aplicações no interior e no exterior em soleiras, degraus, perfis, painéis de isolamento, placas de cobertura, elementos pré-fabricados, etc.<sup>[29]</sup>

O Selante Acrílico, Figura 17, é um produto com base numa dispersão acrílica. Após a aplicação, o produto forma uma película elástica, devido à evaporação da água contida no selante. Apresenta um bom isolamento contra a variação de temperatura.<sup>[29]</sup>

Características: fácil de aplicar, após curado forma uma película à prova de água, pode ser pintado, não contém óleos, não escorre, inodoro, não corrosivo, elevada durabilidade, capacidade de movimentação de 7,5 %, boa adesão em substratos como betão, madeira pintada, alumínio anodizado e PVC.<sup>[29]</sup>

Algumas aplicações: adequado para juntas interiores sujeitas a pouco movimento, para preenchimento de fissuras em interiores e exteriores (desde que não estejam imersas em água) e para selar tubos em instalações de ar condicionados ou ventilações, extremidades e parapeitos das janelas, portas, tubos de PVC, pladur e tetos falsos, etc.<sup>[29]</sup>



Figura 17 –  
Selante  
Acrílico.

## 2.1 Testes Estáticos

### 2.1.1 Teste de Tensão / Deformação



Figura 18 – Demonstração de um provete preso nas garras da máquina pronto a ser alongado.

O teste de tensão / deformação seguiu a norma ISO 37:1994 (E).<sup>[30]</sup> O equipamento utilizado foi uma máquina de testes universal (*Shimadzu AG-X/R*) com uma célula de carga de 1 kN. Este teste consiste simplesmente em prender nas duas garras da máquina o provete na sua forma vertical, Figura 18, sendo de seguida alongado, pela garra superior, a uma velocidade de  $500 \text{ mm min}^{-1}$  até quebrar. Para este teste utilizaram-se provetes em formato de haltere (tipo 1) com as dimensões indicadas na Figura 19 (alteração relativamente à norma da espessura que era de  $(2,0 \pm 0,2) \text{ mm}$  e da largura que era de  $(6,0 \pm 0,4) \text{ mm}$ ). Esta alteração deveu-se a só existirem no laboratório da empresa este tipo de provetes. Enquanto o provete é esticado é registada a força em função do deslocamento (alongamento) até à sua rutura.

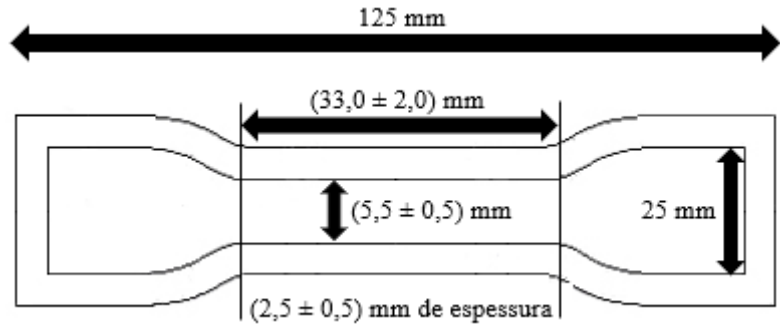


Figura 19 – Esquema do provete em formato de haltere e respectivas dimensões.

Com os dados obtidos é possível determinar vários parâmetros característicos de cada produto. Pela Equação 2 é calculada a resistência à tração ( $TS$ ), pela Equação 3 é calculada a resistência à tração na rutura ( $TS_b$ ), pela Equação 4 é determinada a percentagem de alongamento na rutura ( $E_b$ ) e pela Equação 5 é determinada a tensão num determinado alongamento ( $S_e$ ) que, neste caso, foi de 100 %, também conhecida como *Modulus 100 %*. O módulo de elasticidade ( $E$ ) é obtido através do programa *Trapezium Lite X*, no entanto, pode-se calcular também pela Equação 6, e pela Equação 7 é determinada a deformação de tração ou alongamento na região elástica ( $\epsilon$ ).

$$TS / MPa = \frac{F_m (N)}{W (mm) \times t (mm)} \quad (2)$$

Onde  $F_m$  é força máxima registada,  $W$  é a largura e  $t$  é a espessura da porção estreita do provete.

$$TS_b / MPa = \frac{F_b (N)}{W (mm) \times t (mm)} \quad (3)$$

Onde  $F_b$  é a força registada na rutura.

$$E_b / \% = \frac{100 \times (L_b - L_0) (mm)}{L_0 (mm)} \quad (4)$$

Onde  $L_b$  é o comprimento na rutura e  $L_0$  é o comprimento inicial da porção estreita do provete.

$$S_e / MPa = \frac{F_e (N)}{W (mm) \times t (mm)} \quad (5)$$

Onde  $F_e$  é a força observada num determinado alongamento.

$$E / MPa = \frac{\frac{\Delta F (N)}{A (mm^2)}}{\frac{\Delta L (mm)}{L_0 (mm)}} \quad (6)$$

Onde  $A$  é a área da secção transversal do provete,  $\Delta F$  é a força aplicada longitudinalmente ao provete e  $\Delta L$  é a deformação absoluta (incremento no comprimento do provete), ou seja, a fração no numerador é a tensão e a fração no denominador é a deformação relativa. Além disso, é importante salientar que o declive da região linear de cada curva obtida é  $\Delta F / \Delta L$ .

Em relação ao módulo de elasticidade, este não deve ser determinado utilizando pontos iniciais do ensaio, pois como a máquina parte da velocidade inicial zero ainda não atingiu a velocidade do teste. No entanto, no caso dos silicões OxP e acético foi necessário recorrer ao ponto zero, uma vez que a região linear das curvas obtidas é pequena.

A demonstração para obter a Equação 7 através da Equação 6 encontra-se no Apêndice A.

$$\varepsilon / \% = \frac{\Delta L (mm)}{L_0 (mm)} \times 100 = \frac{\Delta F (N)}{A (mm^2) \times E (MPa)} \times 100 \quad (7)$$

### 2.1.2 Teste de Dureza

O teste de dureza é um dos testes que já era realizado no procedimento interno de gestão da qualidade da empresa, no entanto foi melhorado de acordo com a norma EN ISO 868:1998.<sup>[31]</sup> Na Figura 20 encontram-se o equipamento utilizado que foi um durómetro tipo Shore A (*Sauter HDA 100-1*) e a respetiva montagem do sistema. Para verificar se o durómetro está calibrado utiliza-se o bloco de teste calibrado “*Test Block 24,3*” que vem com o aparelho. Aplica-se força suficiente para fazer um contacto firme entre a superfície superior do bloco de teste e o aparelho e a leitura deve estar de acordo com o valor indicado, que neste aparelho é de 24,3 Shore A, caso contrário, devem ser feitas a calibração zero e a calibração final.



Figura 20 – Demonstração do sistema do teste de dureza e do valor da calibração do aparelho.

A superfície da amostra deve ser plana e as dimensões da amostra devem ser suficientes para permitir que as medições sejam feitas a pelo menos 12 mm de cada borda e, além disso, a amostra deve ter pelo menos 6 mm de espessura, Figura 21.

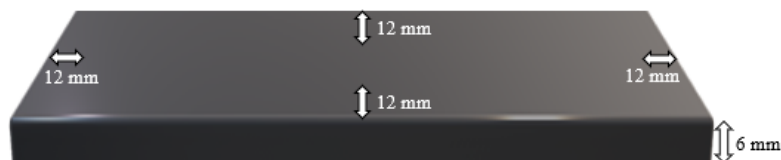


Figura 21 – Imagem representativa de uma amostra em formato de filme com as dimensões pretendidas pela norma.

A dureza não depende da humidade relativa, logo as amostras devem ser armazenadas à temperatura do ensaio durante pelo menos 1 h antes da realização do mesmo.

A amostra é colocada numa superfície rígida, horizontal e plana. O durómetro é posicionado verticalmente tocando com a base, onde se encontra o penetrador, na superfície do filme de SA (amostra), Figura 22. Finalizada a montagem, após  $(15 \pm 1)$  s lê-se o valor indicado no visor do durómetro. Esse valor é conseguido através da resistência que o polímero oferece quando o penetrador o tenta perfurar. Para cada produto a ser testado realizaram-se três ensaios e em cada ensaio fizeram-se cinco medições de dureza em posições diferentes com uma distância mínima entre si de 6 mm, determinando-se o valor médio.



Figura 22 – Demonstração da utilização do durómetro num filme de silicone acético bordô.

### 2.1.3 Teste de Densidade

Para o teste de densidade ao produto curado (densidade aparente) vai ser seguida a norma ISO 1183 – A:1987 (E).<sup>[32]</sup> Relativamente ao teste de densidade ao produto fluido (densidade absoluta) é um dos testes que já era realizado no procedimento interno de gestão da qualidade da empresa.

Os equipamentos utilizados para a determinação da densidade do produto fluido ( $\rho_{fluido}$ ) foram uma balança de precisão digital (*EU-C 7500PT LCD*,  $\pm 0,1$  g), tubos *falcon* de ( $17,4 \pm 0,1$ ) mL e uma pistola pneumática (*Milwaukee M12 PCG 12V*).

O teste de densidade para o produto fluido, Figura 23, passa por tarar um tubo *falcon* com tampa vazia, fazer um corte no fundo para conseguir o preenchimento completo do tubo (impedir a formação de bolhas de ar), encher o tubo com o produto, Figura 23A, fechá-lo com a tampa, retirar os excessos, Figura 23B, e pesar ( $m_{falcon\ cheio}$ ), Equação 8.

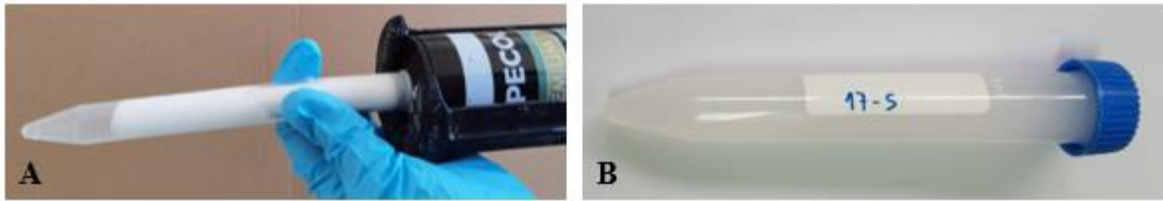


Figura 23 – A: Demonstração do enchimento de um tubo *falcon* com o SA MSP para o teste de densidade ao produto fluido e B: tubo *falcon* cheio pronto a ser pesado.

$$\rho_{fluido} / g\ cm^{-3} = \frac{m_{falcon\ cheio} (g)}{V_{falcon} (cm^3)} \quad (8)$$

Os equipamentos utilizados para a determinação da densidade do produto curado ( $\rho_{curado}$ ) foram um gobelé de 250 mL, um termómetro, uma balança de precisão digital (*Nahita 5062*  $\pm 0,01$  g) e um conjunto de acessórios incluindo um suporte artesanal feito em acrílico, um arame e uma garra metálica para garantir que todos os produtos ficam submersos no líquido de referência (água destilada), Figura 24.

O teste de densidade para o produto curado passa por tarar o suporte de acrílico, o arame e a garra imersa em água, pesar a amostra no ar ( $P_0$ ), Figura 24A, colocar a amostra na garra e imergi-la num gobelé com um líquido de densidade conhecida ( $\rho_{liq.ref}$ ), que neste caso foi água destilada a ( $20,0 \pm 0,5$ ) °C<sup>[33]</sup>, e pesar de novo ( $P_1$ ), Figura 24B. É calculada a densidade do produto curado pela Equação 9, pela Equação 10 é corrigida a massa da amostra pesada no ar ( $P_0\ corrigida$ ) para compensar o efeito da impulsão do ar na amostra e, de novo, pela Equação 9, substituindo  $P_0$  por  $P_0\ corrigida$  é calculada a densidade corrigida do produto curado ( $\rho_{curado\ corrigida}$ ).

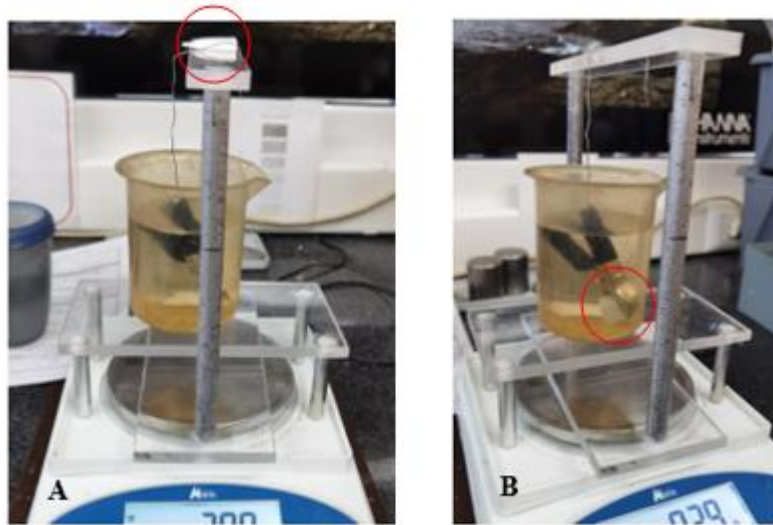


Figura 24 – Demonstração do suporte artesanal feito de acrílico, do arame e da garra metálica utilizados no teste de densidade ao produto curado e respetiva medição da massa da amostra A: em seco ( $P_0$ ) e B: imersa em água destilada ( $P_1$ ).

$$\rho_{curado} / g\ cm^{-3} = \frac{P_0 (g)}{P_0 (g) - P_1 (g)} \times \rho_{liq,ref} (g\ cm^{-3}) \quad (9)$$

$$\text{Onde } \rho_{liq,ref} = 0,9977\ g\ cm^{-3}$$

$$P_{0\ corrigida} / g = P_0 (g) \times \left( 1 + \frac{0,001 \times 2}{\rho_{curado} (g\ cm^{-3})} \right) \quad (10)$$

## 2.1.4 Teste de Extrusão

O teste de extrusão é um dos testes que já era realizado no procedimento interno de gestão da qualidade da empresa e seguiu algumas diretrizes da norma EN 29048:1990 (ISO 9048:1987).<sup>[34]</sup> Os equipamentos utilizados foram uma pistola pneumática (*Milwaukee M12 PCG 12V*) e uma balança de precisão digital (*EU-C 7500PT LCD, ± 0,1 g*). Este teste permite avaliar de forma qualitativa a fluidez / viscosidade do produto e, conseqüentemente, a facilidade para o utilizador de o aplicar. Assim, quanto maior for a extrusão do produto, maior será a fluidez (menor viscosidade) e a facilidade de aplicação. A realização deste teste passa por medir a quantidade de massa extrudada ( $m_E$ ), de um SA previamente acondicionado a  $(23,5 \pm 0,1)^\circ\text{C}$ , com uma ponteira de 2 mm de diâmetro durante  $(15 \pm 1)$  s a uma pressão de 2 bar, Figura 25.

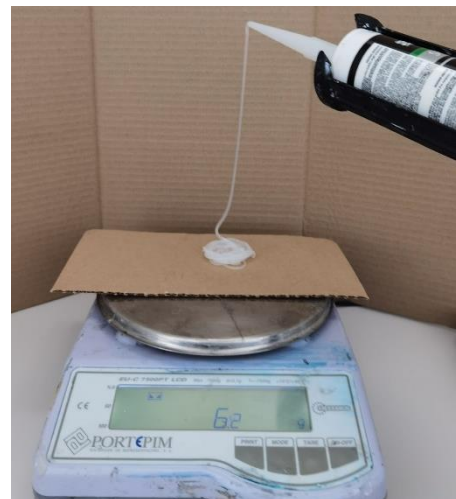


Figura 25 – Demonstração da realização de um teste de extrusão.



Assim, a extrusão é calculada através da Equação 11.

$$\text{Extrusão} / g \text{ min}^{-1} = \frac{m_E (g) \times 60 (s/\text{min})}{15 s} \quad (11)$$

### 2.1.5 Teste de Tempo de Formação de Película

O teste de tempo de formação de película (TFP) não seguiu nenhuma norma específica e foi desenvolvido de forma a complementar o sistema de gestão de qualidade da empresa. Este teste é simples de realizar sendo necessário um filme de SA, uma vareta de plástico e um cronómetro, Figura 26. Para preparar os filmes é necessário colocar o SA sobre uma película antiaderente e espalhá-lo com o auxílio de uma espátula adaptada para que estes fiquem com uma espessura de 6 mm. Assim, após a formação do filme de SA começa-se a cronometrar o tempo e vai-se tocando suavemente com a vareta de plástico até se verificar que já existe uma película, ou seja, que a vareta já não danifica visualmente o filme, parando-se a contagem do tempo. Este procedimento foi realizado às temperaturas de  $(3,0 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$ ,  $(18,0 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$ ,  $(20,0 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$  e  $(50,0 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$ . Para a realização deste teste a  $(50,0 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$  utilizou-se uma estufa (*Memmert INE 400*) e para a realização a  $(3,0 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$  utilizou-se um frigorífico (*JOCEL*).



Figura 26 – Demonstração do método de verificação do tempo de formação de película num filme de SA.

### 2.1.6 Teste de Contração

O teste de contração seguiu a norma EN ISO 10563:1991.<sup>[35]</sup> Os equipamentos utilizados foram uma balança de precisão digital (*EU-C 7500PT LCD*,  $\pm 0,1$  g) e uma estufa (*Memmert INE 400*), além dos anéis de metal não corrosivo que tinha como dimensões as representadas na Figura 27 (alteração da espessura relativamente à norma que era de 10 mm, do diâmetro interno que era de 30 mm e do diâmetro externo que era de 34 mm).



Figura 27 – Anel de metal não corrosivo e respectivas dimensões.

A realização do teste permite avaliar de forma quantitativa a perda de massa derivada da evaporação de solventes durante o processo de cura. Para este teste são realizados três ensaios e o processo é relativamente simples, isto é, cada anel é pesado ( $m_1$ ), colocado no substrato antiaderente, preenchido com o SA e pesado novamente ( $m_3$ ), sendo de seguida submetido a  $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$  durante 7 dias, a  $(70 \pm 2)^\circ\text{C}$  durante 6 dias e, por fim, novamente a  $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$  durante 1 dia. Após este ciclo, cada anel é pesado ( $m_5$ ) de modo a calcularem-se as perdas

de massa ( $\Delta m$ ), Equação 12. É de salientar que ao longo dos vários dias as amostras eram pesadas de forma a acompanhar a perda de massa de cada produto.

$$\Delta m / \% = \left| \frac{m_5 - m_3}{m_3 - m_1} \right| \times 100 \quad (12)$$

### 2.1.7 Teste de Cor

O teste de cor teve como objetivo criar um padrão de base para referenciar as cores disponíveis para corar os silicones, no entanto, devido aos valores obtidos para os corantes, que serão demonstrados posteriormente, procedeu-se à análise da cor com amostras de silicone *alcoxy* já curado, o que também é de interesse, uma vez que o objetivo da empresa é começar a produzir alguns silicones em pequena escala, misturando o corante e a matéria-prima, e compará-los aos já existentes. Este teste não seguiu nenhuma norma específica e foi desenvolvido de forma a complementar o sistema de gestão de qualidade da empresa. Assim, este teste baseou-se simplesmente em medir as coordenadas CIELAB utilizando um espectrofotómetro portátil (*KONICA MINOLTA CM-2300d*), Figura 28, e o programa *SpectraMagic NX*. Para cada amostra foram feitas 5 medições em pontos diferentes e realizada a média para determinar as coordenadas de cada cor. As coordenadas CIELAB médias foram convertidas em coordenadas RGB <sup>[36]</sup> visto que é um dos sistemas utilizados pelo *Microsoft Office 365*.

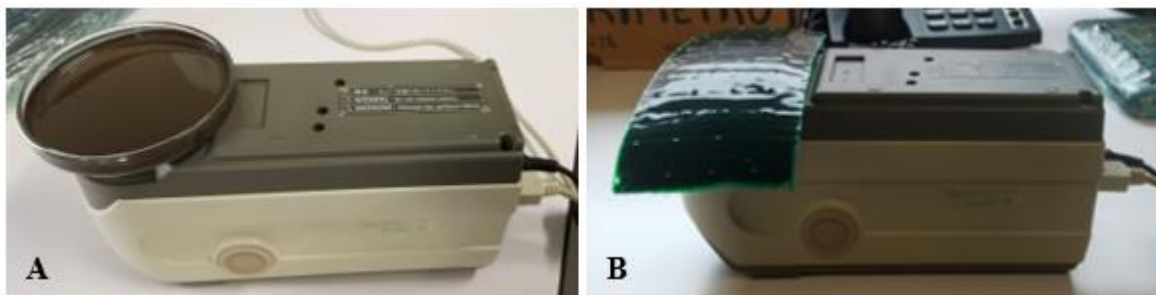


Figura 28 – Demonstração de uma medição das coordenadas de A: um corante e de B: um filme de silicone *alcoxy*.

### 2.1.8 Teste de Escorrimento / Flacidez

O teste de escorrimento teve como objetivo avaliar a tixotropia dos produtos, isto é, determinar a resistência ao escorrimento dos produtos a serem utilizados nas juntas de superfícies verticais. Este teste não seguiu nenhuma norma específica e foi desenvolvido de forma a complementar o sistema de gestão de qualidade da empresa. Assim, este teste baseou-se em utilizar um cartão (também se adequava se fosse em azulejo, betão, tijolo, alumínio, ...) na posição vertical e colocar duas quantidades predefinidas de cada produto, uma sem carga e outra sujeita à carga de uma chapa com pesos entre 21,4 g e 22,1 g (Figura 48, Apêndice A) como mostra a Figura 29 para o caso do SA PU. Após 24 h foi avaliado o deslocamento tanto para a quantidade predefinida sem carga como para a chapa relativamente à sua posição inicial (linha preta).



Figura 29 – Cartão utilizado no teste de escorrimento para o SA PU.

### 3. Resultados Experimentais

De seguida encontram-se os resultados dos vários testes físicos efetuados aos seis produtos referidos anteriormente e respetiva comparação com as fichas técnicas de cada um.

#### 3.1 Testes Estáticos

##### 3.1.1 Teste de Tensão / Deformação

Os dados experimentais obtidos encontram-se na Tabela 12 do Apêndice A. Na Figura 30 estão representados esses valores experimentais onde é possível distinguir os vários ensaios de cada produto e na Tabela 7 encontram-se os valores determinados através das equações referidas no procedimento experimental e respetivos valores mínimos de referência.

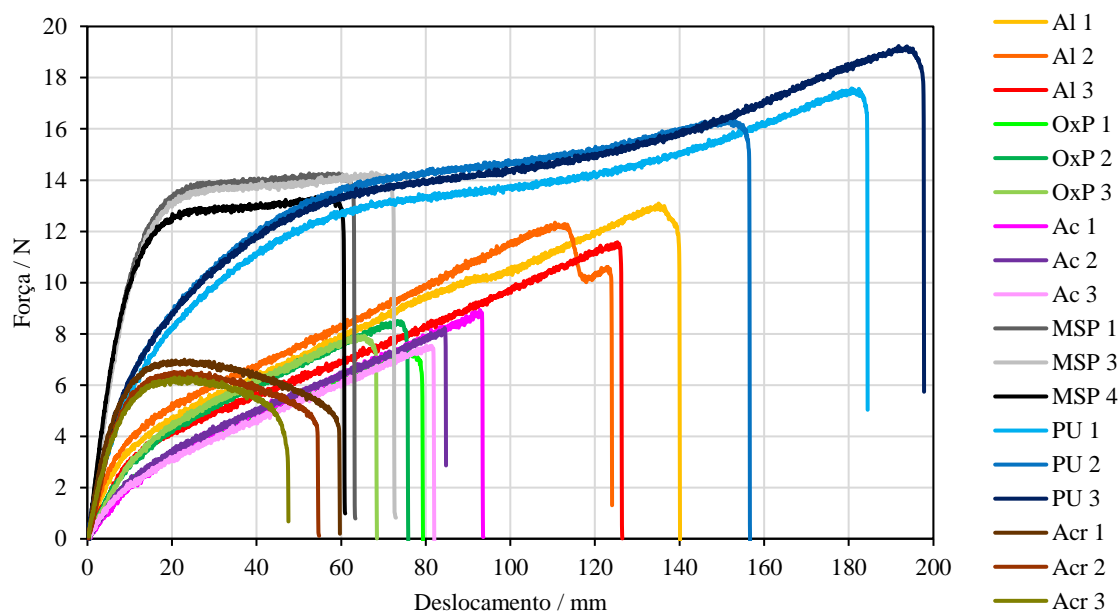


Figura 30 – Representação gráfica dos valores experimentais obtidos para o teste de tensão / deformação da força, em N, em função do deslocamento, em mm.

Pela observação da Figura 30 é possível verificar que o SA PU é o que apresenta maior força máxima registada, maior força de rutura e maior alongamento do provete, já o selante acrílico (Acr) é o que apresenta o menor deslocamento, seguido do SA MSP, e menor valor de força máxima registada, seguido dos silicões OxP e acético. Além disso, os SA PU e MSP apresentam dois regimes claros, o elástico (recuperação elástica, zona linear) e o plástico (deformação permanente). Por outro lado, verifica-se que a máquina não detetou a rutura dos provetes de selante acrílico (a forma da curva é diferente e não apresenta o pico da mesma forma que as restantes).

Tabela 7 – Valores determinados em cada ensaio para a resistência à tração, para a resistência à tração na rutura, para o *modulus* 100 % e para o módulo de elasticidade, em MPa, e para a percentagem de alongamento na rutura e alongamento na região elástica, em %.

<b>Ensaio</b>	$TS /$ MPa	$TS_b /$ MPa	$E_b /$ %	$S_e /$ MPa	$E /$ MPa	$\varepsilon /$ %
<b>Al 1</b>	0,959	0,874	413,1	0,425	1,034	14,2
<b>Al 2</b>	0,825	0,691	368,5	0,415	1,155	11,6
<b>Al 3</b>	0,790	0,776	376,3	0,353	0,713	19,2
<b>Ref</b>	0,7	-	300	0,37	-	-
<b>OxP 1</b>	0,586	0,526	235,7	0,349	0,649	24,8
<b>OxP 2</b>	0,618	0,584	227,7	0,398	0,809	18,0
<b>OxP 3</b>	0,534	0,496	201,1	0,379	0,708	19,0
<b>Ref</b>	1,1	-	500	< 0,4	-	-
<b>Ac 1</b>	0,694	0,682	277,7	0,342	0,536	29,0
<b>Ac 2</b>	0,615	0,615	250,2	0,344	0,634	23,6
<b>Ac 3</b>	0,522	0,512	241,2	0,299	0,516	26,8
<b>Ref</b>	0,6	-	150	0,35	-	-
<b>MSP 1</b>	0,927	0,876	188,3	0,904	2,006	19,4
<b>MSP 2</b>	0,963	0,899	219,2	0,924	1,972	20,5
<b>MSP 3</b>	0,935	0,880	181,6	0,901	2,015	20,9
<b>Ref</b>	1,45	-	250	0,75	-	-
<b>PU 1</b>	1,318	1,268	566,3	0,765	1,164	25,8
<b>PU 2</b>	1,116	1,064	467,4	0,760	1,270	21,5
<b>PU 3</b>	1,374	1,299	595,4	0,780	1,304	21,9
<b>Ref</b>	-	-	500	0,4	-	-
<b>Acr 1</b>	0,498	-	-	0,475	1,649	17,3
<b>Acr 2</b>	0,505	-	-	0,473	1,696	18,1
<b>Acr 3</b>	0,467	-	-	0,438	1,345	22,0
<b>Ref</b>	$\leq 0,3$	-	100	0,2	-	-

Neste parâmetro o SA MSP foi o que obteve melhores resultados seguido do SA PU, no entanto para este último os valores obtidos foram quase o dobro do esperado.

Relativamente aos valores determinados de resistência à tração e percentagem de alongamento na rutura os valores do SA MSP e do silicone OxP foram bastante inferiores aos valores de referência. Uma vez que estes dois produtos provêm do mesmo fornecedor pode-se dizer que os valores das fichas técnicas não estão de acordo com os ensaios realizados. Assim sendo, deveriam ser realizados mais ensaios com outros lotes para verificar se o problema persiste ou é apenas do lote utilizado. No controlo de qualidade este lote seria rejeitado uma vez que os valores obtidos não garantem a qualidade do produto final. Nos restantes produtos ambos os parâmetros foram superiores aos valores de referência à exceção do 2º ensaio do SA PU, no entanto, visto que nos outros dois ensaios se atingiram os valores pretendidos o ensaio deveria ser repetido.

Em relação ao *Modulus* 100 % ( $S_e$ ) a maioria dos valores obtidos encontram-se próximos ou superiores ao valor de referência, à exceção do 3º ensaio do silicone acético, logo este ensaio deveria ser repetido.

Não existem valores de referência nem para a resistência à tração do SA PU nem para os parâmetros de resistência à tração na rutura, módulo de elasticidade e percentagem de alongamento na região elástica dos vários produtos em estudo. Assim sendo, as médias dos valores obtidos experimentalmente são utilizadas para criar um padrão de base para ensaios futuros (Tabela 8) no entanto, seriam necessários mais ensaios para se obter um valor mais fidedigno e seria necessário realizar esses mesmos ensaios a um maior número de lotes do mesmo produto para despistar a existência de algum lote defeituoso.

O módulo de elasticidade foi determinado com diferentes intervalos dependendo da região linear. Para os silicões OxP e acético foi determinado para o intervalo de 0 N e 2 N, para o silicone Al foi de 0,5 N a 2,5 N, para o SA MSP foi de 4 N a 10 N, para o SA PU foi de 2 N a 6 N e para o selante acrílico foi de 0,8 N a 4,8 N.

Tabela 8 – Valores médios da resistência à tração, da resistência à tração na rutura e do módulo de elasticidade, em MPa, e de percentagem de alongamento na região elástica, em %, para os seis produtos em estudo.

<b>Valores médios</b>	$TS$ / MPa	$TS_b$ / MPa	$E$ / MPa	$\varepsilon$ / %
<b>Al</b>	-	0,780	0,967	15,0
<b>OxP</b>	-	0,535	0,722	20,6
<b>Ac</b>	-	0,603	0,562	26,5
<b>MSP</b>	-	0,885	1,997	20,3
<b>PU</b>	1,269	1,210	1,246	23,1
<b>Acr</b>	-	-	1,563	19,1

O SA PU é o que apresenta maior resistência média à tração na rutura (1,210 MPa), o SA MSP é o que apresenta maior módulo de elasticidade (1,997 MPa) e o silicone acético é o que apresenta um maior alongamento médio na região elástica (26,5 %). Era expectável que no alongamento na região elástica o silicone Al apresentasse um valor próximo dos outros dois silicões e que o SA PU, uma vez que é um produto mais duro, não alcançasse um valor tão elevado.

É importante salientar que as diferenças entre os três ensaios de cada produto podem estar associadas às dimensões de cada provete, no entanto não deveriam originar valores muito discrepantes entre si. Além disso, não se sabe se a norma utilizada para a obtenção dos valores de referência foi a ISO 37:1994 (E)<sup>[30]</sup>.

### 3.1.2 Teste de Dureza

Os dados experimentais obtidos encontram-se na Tabela 13 do Apêndice A. Na Figura 31 estão representados esses mesmos valores onde é possível distinguir os três ensaios (A, B e C) e o valor de referência que consta na ficha técnica de cada produto. Todos os valores de referência têm uma incerteza de  $\pm 3$  Shore A à exceção do valor de referência do SA PU que é de  $\pm 5$  Shore A.

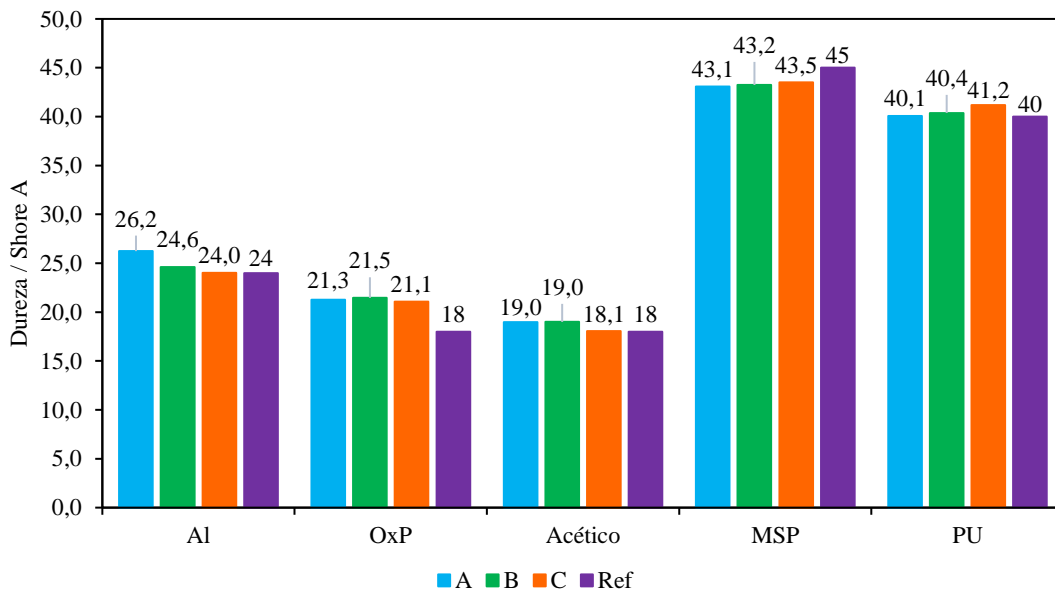


Figura 31 – Representação gráfica dos valores experimentais obtidos para o teste de dureza a  $(20 \pm 1)$  °C e respectivos valores de referência, em Shore A.

Para cada produto foi determinado o desvio-padrão ( $s$ ) e o valor de  $t$  de *student* experimental ( $t_{exp}$ ) de forma a verificar se a média dos valores obtidos experimentalmente são significativamente superiores ou inferiores ao valor de referência ( $\mu$ ). As equações utilizadas e os valores obtidos (Tabela 13) encontram-se no Apêndice A.

O valor de  $t$  de *student* crítico ( $t_{crit}$ ) para um nível de confiança de 95 % e dois graus de liberdade é de 2,920 (unilateral). Quando  $t_{exp} < t_{crit}$  considera-se que a média dos valores obtidos experimentalmente não é significativamente superior ou inferior ao valor de referência, dependendo da hipótese considerada. Para o silicone OxP obtiveram-se valores um pouco acima do valor superior do intervalo de referência. Comparando os valores de  $t$  de *student* experimentais com o crítico verifica-se que para o silicone OxP a média dos valores experimentais é significativamente superior ao valor de referência, o que indica que o valor de referência está ligeiramente desajustado. Relativamente ao SA MSP, de acordo com o teste estatístico, a média dos valores experimentais é significativamente inferior ao valor de referência, no entanto de acordo com o fornecedor os valores obtidos encontram-se dentro

do intervalo de referência, o que significa que o intervalo de confiança do fornecedor é mais alargado. Para os silicones *alcoxy* e acético e para o SA PU os valores encontram-se dentro do intervalo de referência e a média dos valores experimentais não é significativamente superior ao valor de referência.

Em cada ensaio os filmes foram cortados a fim de verificar se existiam bolhas de ar que pudessem influenciar os valores obtidos, uma vez que iriam diminuir o valor de dureza determinada, mas tal não se verificou.

Como foi referido na secção 1.3.1.2, a dureza depende do módulo de elasticidade, isto é, quanto mais duro for o produto, maior será a força por área necessária para provocar uma deformação permanente. Isto pode ser comprovado ao analisar a Tabela 8, uma vez que o produto que obteve o maior módulo de elasticidade foi também o que apresentou os maiores valores de dureza (SA MSP) e o produto que obteve o menor módulo de elasticidade foi também o que apresentou os menores valores de dureza (silicone acético).

No entanto, o facto de um produto ser mais ou menos duro não é necessariamente uma vantagem ou desvantagem, depende da utilização que se queira dar ao produto. Por exemplo, se o objetivo é que este vede e cole mantendo alguma flexibilidade, um valor mais baixo pode ser preferível. É de salientar que para o selante acrílico se obteve uma dureza de zero, pois este não resiste à força aplicada pelo penetrador, o que leva à perfuração do selante e, como este não recupera elasticamente, o furo permanece.

### 3.1.3 Teste de Densidade

O método interno da empresa (densidade absoluta com a amostra no estado fluido) é utilizado para o controlo do lote antes do início do processo de enchimento e durante o mesmo, isto é, quando chega do fornecedor e ao encher os cartuchos (tubos plásticos cilíndricos). A densidade aparente (com a amostra no estado sólido) serve para garantir que o processo de medição de densidade segue uma norma regulamentada, de forma a garantir que a empresa cumpre a ISO 1183-A:1987 (E)<sup>[32]</sup>, e serve para poder comparar com os valores de referência.

Para o selante acrílico e para os silicones *alcoxy* e acético a determinação da densidade aparente no produto curado é realizada de acordo com a ISO 1183-A:1987 (E)<sup>[32]</sup>. Na ausência de informação relativamente ao método utilizado para determinação da densidade de referência dos outros produtos, ambas as densidades obtidas experimentalmente vão ser comparadas com o valor de referência. Os valores obtidos através do método interno da empresa vão servir para definir um padrão de base para comparar com novos lotes.



Na Tabela 9 encontram-se os valores de referência e as médias obtidas experimentalmente para as densidades dos produtos fluidos e corrigidas dos produtos curados. Os dados experimentais obtidos para o teste de densidade ao produto fluido encontram-se na Tabela 14 e os obtidos para o teste de densidade ao produto curado encontram-se na Tabela 15, ambas no Apêndice A.

Tabela 9 – Valores experimentais obtidos para as densidades dos produtos fluidos e corrigidas dos produtos curados a  $(20,0 \pm 0,5)$  °C e respectivos valores de referência, em  $\text{g cm}^{-3}$ .

	Referência / $\text{g cm}^{-3}$	Experimental	Experimental [ISO 1183 – A:1987 (E)]
		$\rho_{\text{fluido}} / \text{g cm}^{-3}$	$\rho_{\text{curado corrigida}} / \text{g cm}^{-3}$
<b>Al</b>	1,02 (ISO 1183 - A)	1,00	1,00
<b>OxP</b>	$0,98 \pm 0,02$	0,95	1,01
<b>Ac</b>	0,98 (ISO 1183 - A)	0,96	0,95
<b>MSP</b>	$1,50 \pm 0,02$	1,52	1,54
<b>PU</b>	$1,15 \pm 0,03$	1,15	1,16
<b>Acr</b>	$1,64 \pm 0,03$ (DIN 53479)	1,61	1,67

De forma a verificar se as médias dos valores experimentais para a densidade corrigida do produto curado são significativamente superiores ou inferiores aos valores de referência determinou-se, de novo, o desvio-padrão e o *t* de *student* experimental. Os valores obtidos encontram-se na Tabela 17 do Apêndice A.

Comparando os valores de *t* de *student* experimentais com o crítico verifica-se que para o silicone *alcoxy* o valor experimental médio da densidade corrigida do produto curado é significativamente inferior ao valor de referência e que para o silicone *OxP* e para o SA *MSP* os valores médios experimentais são significativamente superiores aos valores de referência. É de salientar que os pequenos desvios obtidos nos casos em que a norma não é a ISO 1183 - A:1987 (E)<sup>[32]</sup> podem dever-se aos procedimentos utilizados pelos fornecedores.

É importante destacar que a medição da densidade do produto no estado fluido inclui os solventes, ao contrário da medição da densidade do produto curado. No caso da densidade aparente existem vários fatores que podem influenciar os resultados obtidos como, por exemplo, a adesão de pequenas bolhas de ar à superfície do polímero, alterando conseqüentemente o valor da densidade aparente.<sup>[19]</sup> Além disso, quanto maior for a porosidade do material, menor irá ser a densidade aparente, uma vez que o volume da amostra inclui o volume dos poros, como já foi referido.

Na Figura 32 estão representados os valores para as densidades dos produtos no estado fluido e sólido (amostra curada) e respectivos valores de referência para os produtos no estado sólido que se encontram na Tabela 9.

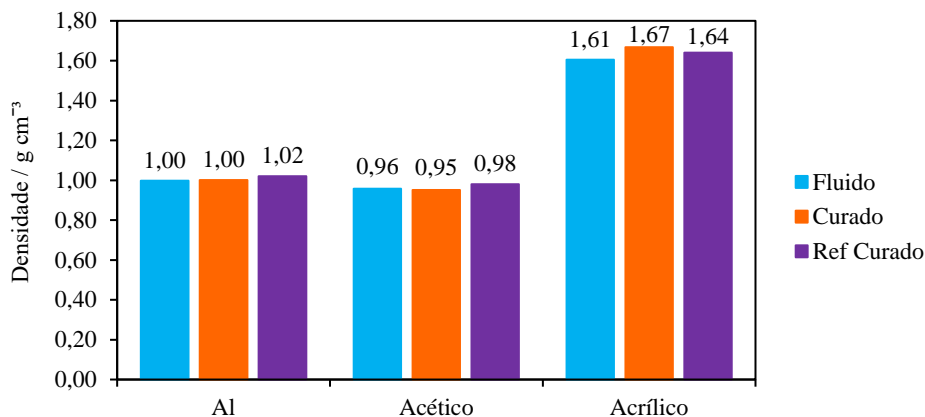


Figura 32 – Representação gráfica dos valores experimentais obtidos para os testes de densidade ao produto fluido e curado a  $(20,0 \pm 0,5)$  °C e respectivos valores de referência para o produto curado, em  $\text{g cm}^{-3}$ .

Nos casos em que os valores de referência seguem a norma ISO 1183 – A:1987 (E)<sup>[32]</sup> (silicones *alcoxy* e acético) os valores de densidade para o produto no estado fluido servem meramente para definir um padrão de base. Os valores de referência para os silicones *alcoxy* e acético foram determinados a  $(23,0 \pm 0,1)$  °C. Para o silicone *alcoxy* ambas as densidades obtidas experimentalmente apresentaram o mesmo valor e para o silicone acético obtiveram-se valores muito próximos, em que as pequenas diferenças obtidas relativamente aos valores de referência podem estar associadas à diferença de temperaturas (3 °C) a que foram determinadas, além da possível fonte de erro mencionada anteriormente. No caso do selante acrílico o valor de referência é de  $(1,64 \pm 0,03)$   $\text{g cm}^{-3}$ , apesar da norma utilizada pelo fornecedor determinar a densidade para o produto no estado sólido não há informação sobre o procedimento nem sobre os fatores de correção, no entanto comparando o valor obtido para a densidade aparente verifica-se que se encontra dentro do intervalo esperado.

Na Figura 33 estão representados os valores para as densidades dos produtos no estado fluido e sólido e respectivos valores de referência que se encontram na Tabela 9.

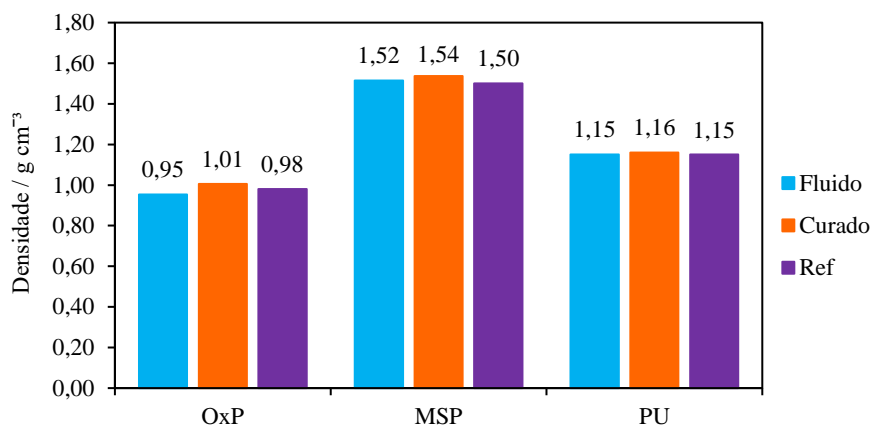


Figura 33 – Representação gráfica dos valores experimentais obtidos para os testes de densidade ao produto fluido e curado a  $(20,0 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$  e respectivos valores de referência, em  $\text{g cm}^{-3}$ .

No caso do silicone OxP o valor de referência  $[(0,98 \pm 0,02) \text{ g cm}^{-3}]$  encontra-se entre os valores obtidos para as densidades absoluta e aparente, no caso do SA MSP o valor de referência  $[(1,50 \pm 0,02) \text{ g cm}^{-3}]$  é inferior aos dois obtidos, no entanto o valor da densidade absoluta aproxima-se mais e encontra-se dentro do intervalo esperado, e no caso do SA PU o valor de referência  $[(1,15 \pm 0,03) \text{ g cm}^{-3}]$  é idêntico aos dois valores experimentais.

Comparando qualitativamente os resultados obtidos (porque as amostras são diferentes) não parece haver diferenças significativas. Isto significa que os produtos curaram de forma uniforme não desenvolvendo bolhas no seu interior (poucos ou nenhuns poros).

### 3.1.4 Teste de Extrusão

O processo de enchimento dos cartuchos é feito por massa, ou seja, sai na ordem de embalagem a quantidade de produto que deve ser colocada em cada cartucho. Por exemplo, se um determinado cartucho deve ser cheio com 300 g de produto, o operador tara o cartucho e, ao ser colocado o produto, a máquina vai pesando até atingir as 300 g. A máquina é afinada de forma a não criar bolhas de ar no interior do cartucho, logo caso existam bolhas de ar dentro do cartucho tem que ver unicamente com a afinação da máquina, Figura 34.



Figura 34 – Demonstração da existência de bolhas de ar no interior do cartucho.

Os dados experimentais obtidos encontram-se na Tabela 18 do Apêndice A. Na Figura 35 estão representados esses mesmos valores onde é possível distinguir os três ensaios (A, B e C) e um possível valor de referência foi calculado através da média desses três valores, uma vez que não há valores de referência, de forma a criar um padrão de base para ensaios futuros.

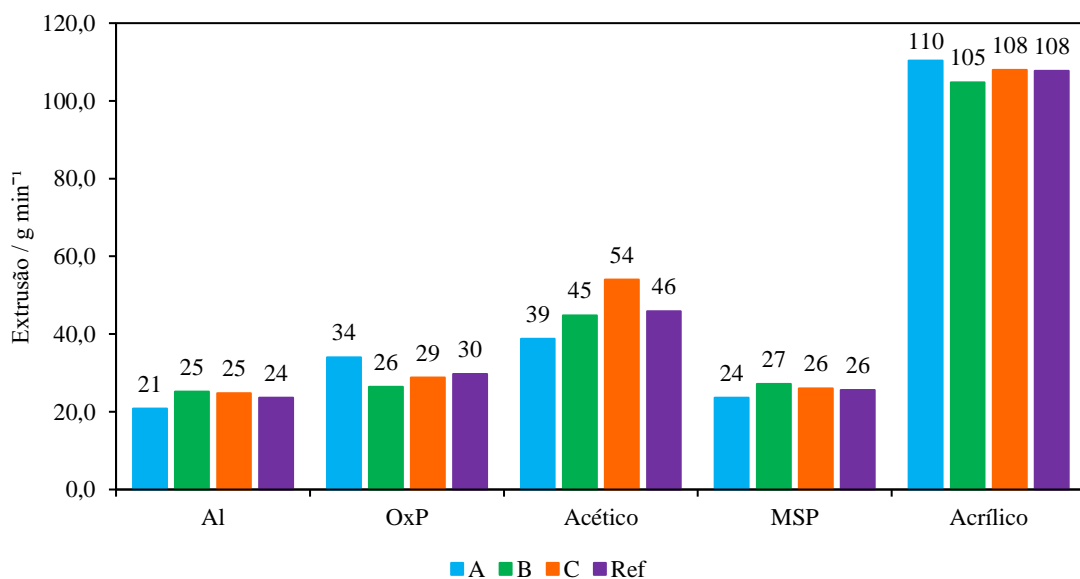


Figura 35 – Representação gráfica dos valores experimentais obtidos para o teste de extrusão a  $(20 \pm 1) ^\circ\text{C}$  e respectivos valores de referência, em  $\text{g min}^{-1}$ .

Este teste informa indireta e qualitativamente sobre a viscosidade de cada produto, visto que a uma maior viscosidade está associada uma menor velocidade de extrusão (menor fluidez). Pode-se verificar comparando, por exemplo, o silicone acético que é muito viscoso e pouco denso com o selante acrílico que é muito fluido e muito denso. É de salientar que este teste não foi realizado para o SA PU,

uma vez que o formato cilíndrico envolvido em folha de alumínio impedia a utilização da pistola pneumática.

Comparando os três ensaios de cada produto verifica-se que a dispersão não é muito significativa. Assim, os valores médios obtidos irão servir de referência para ensaios futuros (definindo um padrão de base).

Observando a Figura 35 percebe-se que o selante acrílico (produto mais denso entre os produtos testados) é o que apresenta maiores valores de extrusão, o que indica que é o produto mais fluido em estudo (menos viscoso) e, por consequência, o produto mais fácil de manusear como era de esperar, uma vez que, como é de base aquosa, a facilidade de o espalhar ou moldar é maior. Isto vai de encontro ao facto de não ser possível medir a dureza deste produto.

### 3.1.5 Teste de Tempo de Formação de Película

Os dados experimentais obtidos encontram-se na Tabela 19 do Apêndice A. Na Figura 36 estão representados esses mesmos valores onde é possível distinguir os cinco ensaios (A, B, C, D e E) e os valores de referência que foram retirados das fichas técnicas. Para os casos do silicone *OxP*, do SA MSP, do SA PU e do selante acrílico o intervalo de referência era de (10 ± 3) min, (15 a 30) min, (60 a 90) min e (15 a 60) min, respetivamente.

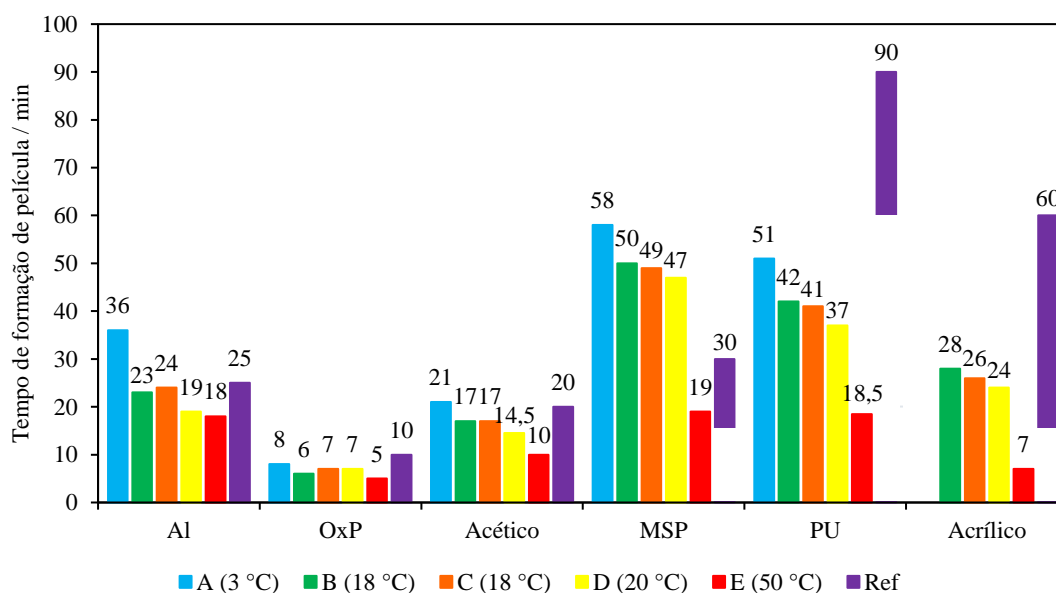


Figura 36 – Representação gráfica dos valores experimentais obtidos para o teste de tempo de formação de película e respetivos valores de referência, em min.

Para o estudo do silicone *alcoxy*, nos ensaios A, B, D e E foram utilizados produto transparentes e no ensaio C um produto com coloração cinzenta. Primeiramente, é importante referir que o intervalo

de temperatura para aplicação deste produto é entre 5 °C e 40 °C para o TFP de referência. Além disso, também importa salientar que em nenhum dos ensaios dentro deste intervalo de temperatura (B, C e D) o tempo excedeu o valor de referência. Neste produto pode-se constatar que o aumento de temperatura (E) não afetou significativamente o TFP, por outro lado, no caso de temperaturas ligeiramente inferiores (A), o mesmo não se verifica, tendo-se obtido um aumento significativo no TFP e superior ao TFP de referência. Outro aspeto importante a considerar é a coloração do produto, para uma mesma temperatura (B e C) verificou-se que o TFP é semelhante, logo o pigmento utilizado na coloração destes produtos não influencia o TFP.

Para o estudo do silicone *OxP*, nos ensaios A, B, D e E foram utilizados produtos transparentes e no ensaio C foi utilizado um produto com coloração branca. Em primeiro lugar, importa referir que o intervalo de temperatura para aplicação deste produto é entre 5 °C e 40 °C para o TFP de referência [(10 ± 3) min]. Nos ensaios A, C e D o TFP obtido está de acordo com o TFP de referência, apesar do ensaio A ter sido realizado fora do intervalo de temperatura para aplicação. O ensaio E, tal como o ensaio A, também foi realizado fora do intervalo de temperatura para aplicação. Para os ensaios B e E obtiveram-se valores de TFP ligeiramente abaixo do limite inferior do TFP de referência. Observando a Figura 36 constatou-se que a temperatura não foi um fator determinante para o TFP neste produto. Relativamente à coloração do produto, comparando os ensaios B e C verificou-se que o TFP é idêntico, logo o pigmento utilizado na coloração não atrasa o tempo de reticulação do produto.

Para o estudo do silicone acético, no ensaio A foi utilizado um produto transparente a (8,0 ± 0,5) °C, no ensaio B foi utilizado um produto com coloração branca, nos ensaios C e D produtos transparentes e no ensaio E um produto com coloração bordô. Primeiramente, é importante referir que o intervalo de temperatura para aplicação deste produto é entre 5 °C e 40 °C para o TFP de referência. Em todos os ensaios os TFP encontraram-se próximos ou inferiores ao valor de referência. Relativamente à coloração do produto, para a temperatura de (18,0 ± 0,5) °C (B e C) verificou-se que o TFP foi o mesmo, logo o pigmento utilizado não tem influência o TFP.

Para o estudo do MSP, nos cinco ensaios utilizaram-se produtos com coloração branca. Para este produto o ensaio C foi realizado a (20,0 ± 0,5) °C. Em primeiro lugar, importa referir que o intervalo de temperatura para aplicação deste produto é entre 0 °C e 40 °C para o TFP de referência. Neste produto o aumento da temperatura (E) afetou significativamente o TFP, isto é, apresentou um TFP bastante inferior aos obtidos para as temperaturas de (18,0 ± 0,5) °C e (20,0 ± 0,5) °C, sendo o único ensaio que obteve um TFP dentro do intervalo de referência. Os restantes ensaios revelaram um tempo excessivo relativamente ao previsto, o que indica que o tempo referido pelo fornecedor não é cumprido para o

intervalo de temperatura de aplicação, o que pode indicar um atraso na reticulação que não era expectável. O processo de reticulação deste produto deixa menos cavidades no seu interior e torna-se mais difícil a permeação ao gás (incluindo moléculas de água) comparativamente aos outros produtos. Assim, no caso do ensaio A, passados 7 dias o produto criou uma película extremamente resistente à permeação da humidade formando uma barreira protetora; no entanto não se encontrava completamente curado, Figura 37B, logo conclui-se que o SA MSP não deve ser aplicado a baixas temperaturas.

Para o estudo do SA PU, no ensaio A utilizaram-se dois produtos, um cinzento e um branco, no ensaio B foi utilizado um produto com coloração cinzenta, e nos ensaios C [ $(20,0 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$ ], D e E os produtos tinham uma coloração branca. Primeiramente, é importante referir que o intervalo de temperatura para aplicação deste produto é entre  $5 ^\circ\text{C}$  e  $35 ^\circ\text{C}$  para o TFP de referência. Para este produto verificou-se que o aumento de temperatura afeta significativamente o TFP (ensaio E). Os valores obtidos para todos os ensaios encontram-se abaixo do limite inferior do intervalo de TFP de referência (60 min). Relativamente ao efeito do pigmento utilizado para corar este produto verificou-se que este não foi um fator determinante para o TFP, pois no ensaio A o TFP obtido foi igual para o produto branco e cinzento.

Por último, para o estudo do selante acrílico, nos cinco ensaios utilizaram-se produtos com coloração branca. Para este produto o ensaio A foi realizado a  $(8,0 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$  e, ao fim de 150 min, não se verificou formação de película. Em primeiro lugar, importa referir que o intervalo de temperatura para aplicação deste produto é entre  $5 ^\circ\text{C}$  e  $35 ^\circ\text{C}$  para o TFP de referência (15 min a 60 min). É possível verificar que para as temperaturas de  $(18,0 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$  e  $(20,0 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$  o TFP encontra-se dentro do intervalo esperado, no entanto, para o ensaio A em que a temperatura ainda se encontra dentro do intervalo de temperatura de aplicação, após 2 h 30 min o selante acrílico não tinha formado película, o que pode ser explicado pelo facto deste selante ser de base aquosa e necessitar que a água seja evaporada para ocorrer o processo de reticulação, o que é dificultado pelas baixas temperaturas. Apesar disso, passados 5 dias, o filme de selante acrílico criou película, no entanto o produto não se encontrava curado nem com as características desejadas (falhas de coesão), Figura 37A, logo conclui-se que o selante acrílico não deve ser aplicado a baixas temperaturas. Relativamente ao ensaio E, o produto necessitou de 7 min para a formação de película. Este valor encontra-se abaixo do TFP de referência, no entanto, a temperatura a que foi exposto também se encontra acima do limite máximo do intervalo de temperatura de aplicação. Pode-se concluir que o TFP do selante acrílico depende muito das condições ambiente (temperatura, humidade, ...), isto é, uma pequena variação nas condições ambiente pode

fazer uma diferença significativa no TFP. Posto isto, apesar da ficha técnica do produto indicar que se pode aplicar a baixas temperaturas, aconselha-se uma alteração nos dados técnicos para não induzir em erro o consumidor final e para que se possa tirar melhor proveito do produto.

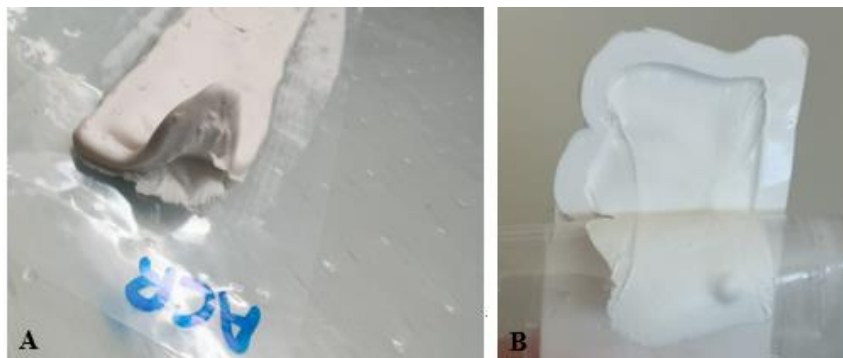


Figura 37 – Aspeto do A: selante acrílico e do B: SA MSP, após 5 dias no frigorífico demonstrando falhas de coesão.

Resumidamente, constatou-se que, por norma, com o aumento da temperatura (ensaios E) tem-se uma diminuição no TFP, o que significa que o processo de cura é acelerado, como seria de esperar. Isto pode ter implicações negativas, visto aumentar a probabilidade de formação de bolhas de ar no interior do produto e, conseqüentemente, diminuir a coesão do

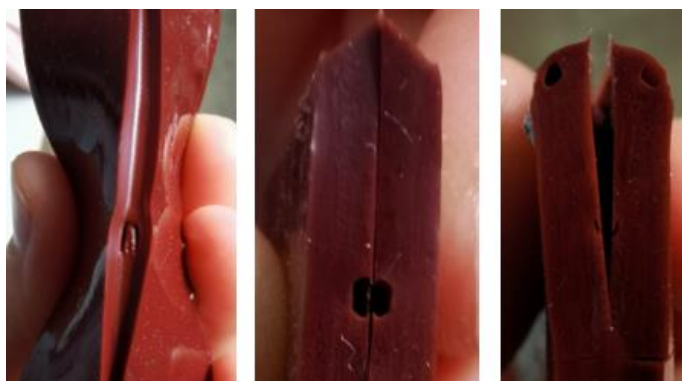


Figura 38 – Demonstração da formação de bolhas de ar no interior do silicone acético devido ao aceleramento do processo de cura com o aumento da temperatura.

mesmo, Figura 38. Por outro lado, temperaturas mais baixas (ensaios A) não favorecem a evaporação dos solventes contidos no SA o que atrasa o TFP e, conseqüentemente, o tempo de cura. Após 24 h no frigorífico verificou-se que, apesar de terem formado película, os produtos não tinham curado o suficiente. No entanto, ser uma vantagem ou desvantagem a temperatura a que é aplicado cada produto tem que ver apenas com a utilidade que o consumidor final pretende. É de salientar que no caso dos produtos em que a temperatura não afeta significativamente o TFP, o produto pode ser aplicado num intervalo de temperatura alargado sem comprometer as suas características. Outra conclusão que se pode retirar é que o intervalo de temperatura de aplicação considerado está de acordo com aquilo que são os fatores de trabalho, uma vez que é aplicado maioritariamente na indústria de construção civil onde se trabalha entre os 10 °C e os 30 °C, à exceção do SA MSP como já foi referido anteriormente.



### 3.1.6 Teste de Contração

Os dados experimentais obtidos encontram-se na Tabela 20 do Apêndice A. Na Figura 39A é possível verificar um anel preenchido com o produto a ser testado antes do procedimento e na Figura 39B é possível verificar um anel preenchido com o produto após o ciclo de temperaturas e respetiva perda de massa.

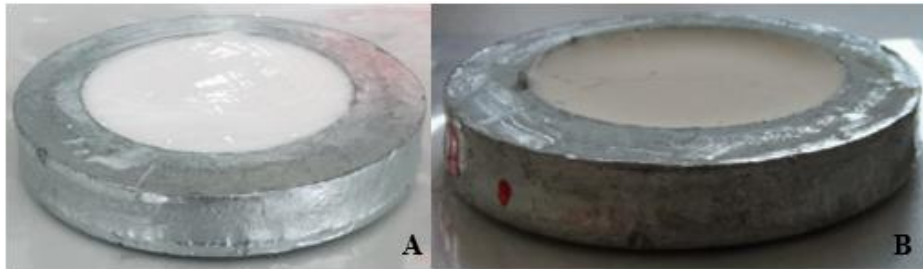


Figura 39 – Representação do anel preenchido com o produto A: antes do procedimento e B: após o procedimento (perda de massa).

Na Figura 40 estão representados os dados experimentais obtidos onde é possível distinguir os três ensaios (A, B e C) e os valores de referência que foram retirados das fichas técnicas. No caso dos silicones *alcoxy* e acéticos um possível valor de referência foi calculado através da média dos três ensaios, nos restantes produtos os valores de referência representados são o limite máximo de contração que podem sofrer.

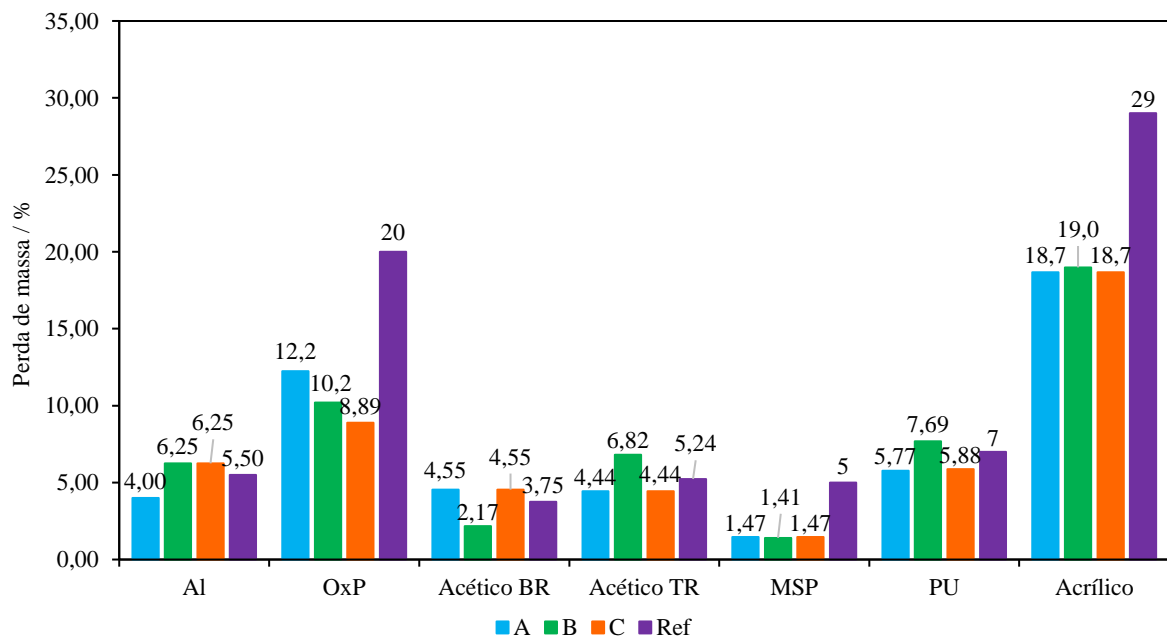


Figura 40 – Representação gráfica dos valores experimentais obtidos para o teste de contração e respetivos valores de referência, em %.

Apenas no caso do SA PU se obteve um valor experimental superior ao de referência, logo foi-se verificar se este era um valor atípico fazendo-se um estudo estatístico que se encontra detalhado no Apêndice A, onde se concluiu que este não deveria ser rejeitado. Assim, fez-se de seguida outro estudo estatístico determinando-se o desvio-padrão e o *t* de *student* experimental para verificar se a média dos valores experimentais obtidos para a contração do SA PU é ou não significativamente diferente do valor de referência. Comparando o valor de *t* de *student* experimental (0,886) com o crítico para um nível de confiança de 95 % e dois graus de liberdade (4,303) verifica-se que não existe uma diferença significativa entre a média dos valores experimentais e o valor de referência. Os valores obtidos no segundo estudo estatístico encontram-se na Tabela 21 do Apêndice A. Analisando os valores experimentais obtidos para o SA PU verifica-se que são próximos do valor de referência o que confirma a informação dada pelo fornecedor.

No caso do selante acrílico, do silicone *OxP* e do MSP os valores obtidos são consideravelmente inferiores aos valores de referência o que é vantajoso, primeiro porque significa que os produtos contêm mais matéria ativa (conteúdo sólido) e menos solventes e segundo porque uma elevada perda de massa pode causar, por exemplo, o descolamento de uma junta. Relativamente aos silicones *alcoxy* e acéticos, estes podem ser comparados qualitativamente ao silicone *OxP* devido a pertencerem ambos à classe dos silicones. Assim, verificou-se que os valores experimentais obtidos são inferiores aos do silicone *OxP*, o que pode informar que os valores são aceitáveis. Neste teste, a pedido da empresa, realizou-se o teste para dois silicones acéticos, um com coloração branca e outro transparente, a fim de verificar se o pigmento utilizado influenciaria a percentagem de perda de massa. O valor médio dos ensaios obtido para o silicone acético transparente foi de 5,24 %, já para o silicone acético branco foi de 3,75 %. Comparando estatisticamente estes dois valores, Apêndice A, verificou-se que não havia uma diferença significativa podendo-se concluir que a coloração não foi um fator determinante na perda de massa.

### 3.1.7 Teste de Cor

De acordo com as necessidades da empresa é mais interessante avaliar a cor no modo SCE, uma vez que é o modo usado com mais frequência durante as avaliações de controlo de qualidade para garantir uma consistência na coloração para o consumidor final.

Primeiramente, como referido anteriormente, foram medidas as coordenadas de cor para alguns dos corantes, Tabela 10. Os dados experimentais obtidos encontram-se na Tabela 23 do Apêndice A.

Tabela 10 – Cores representativas das coordenadas CIELAB obtidas para as amostras de corante no modo SCE (L\*, a\*, b\*).

<b>Alumínio 9006</b> (55,87; -0,06; -0,35)	<b>Alumínio 9007</b> (71,06; 3,04; -1,49)	<b>Cinza 7004</b> (49,09; 0,61; -0,88)	<b>Cinza 7016</b> (13,34; 4,15; -8,83)	<b>Branco</b> (86,82; 0,53; 3,48)
<b>Bordô</b> (8,54; 28,61; 14,55)	<b>Nogueira</b> (8,48; 17,38; 13,70)	<b>Verde 6200</b> (0,19; 0,52; 0,14)	<b>Verde 6005</b> (0,48; -1,51; 0,43)	

Relativamente aos corantes cinzentos, bordô e noqueira as cores representadas através das coordenadas no modo SCE aproximam-se do esperado. Devido aos dois corantes verdes serem muito escuros e sedimentarem rapidamente o aparelho não conseguiu diferenciá-los e as cores obtidas pela leitura do espectrofotômetro aproximaram-se do preto. O aparelho necessita de ser calibrado pela sua célula branca, logo os corantes brancos que não sejam iguais à cor da célula irão sempre apresentar um tom cinza-claro como se pode constatar. Os desvios observados em todas as cores podem estar relacionados com a placa de Petri utilizada (é aconselhada a utilização de um suporte constituído por quartzo), uma vez que sendo de vidro irá influenciar a luz especular refletida e difusa.

De seguida, procedeu-se à medição das coordenadas de cor para os silicones *alcoxy* já curados. Além disso, foram medidas duas cores para o silicone *OxP* de modo a comparar com as mesmas cores no silicone *alcoxy*, Tabela 11. Os dados experimentais obtidos encontram-se na Tabela 24 do Apêndice A.

Tabela 11 – Cores representativas das coordenadas CIELAB obtidas para as amostras de silicone no modo SCE (L\*, a\*, b\*).

<b>OxP Branco</b> (94,42; -0,54; 2,19)	<b>Al Branco</b> (94,95; -0,61; 3,24)	<b>Al Creme</b> (86,09; 3,31; 18,13)	<b>Al Champanhe</b> (60,39; 0,40; 4,32)
<b>OxP Cinza 7016</b> (25,69; -0,38; -5,00)	<b>Al Cinza 7016</b> (23,51; -0,60; -5,16)	<b>Al Cinza 7011</b> (33,70; -0,80; -1,20)	<b>Al Cinza 7037</b> (49,41; 0,48; 0,45)
<b>Al Verde 6005</b> (13,72; -27,79; 2,08)	<b>Al Verde 6200</b> (21,11; -11,54; -0,27)		<b>Al Alumínio</b> (62,17; 1,86; -1,56)
<b>Al Carvalho</b> (53,44; 13,04; 27,21)	<b>Al Nogueira</b> (29,37; 16,65; 24,79)	<b>Al Castanho</b> (19,48; 8,66; 11,95)	<b>Al Bordô</b> (15,51; 28,32; 12,31)

Como se pode constatar as cores obtidas são mais próximas do que é pretendido, nomeadamente para os silicones com tons verdes, e relativamente à cor branca, além da limitação referida anteriormente, esta apresenta um tom mais claro, no entanto o aparelho não consegue medir a cor branca que se vê a olho nu. Os tons castanhos e cinzentos (incluindo o alumínio) e o bordô também vão de encontro ao pretendido sendo mais autênticos do que os observados pela análise aos corantes. Relativamente à cor champanhe, é importante explicar que não é uma cor homogênea e que se distingue pelo seu brilho, no entanto pode-se considerar uma boa análise do aparelho, já para a cor creme o aparelho não apresenta uma cor que se possa considerar verdadeira. Resumidamente, o espectrofotómetro apresenta dificuldade em distinguir as cores mais claras. Além disso, comparando as cores branca e cinza 7016 obtidas para os silicones *Al* e *OxP* verifica-se que nos dois casos não houve uma diferença significativa que era o pretendido, uma vez que a olho nu apenas se distingue minimamente pelo brilho (o silicone *Al* é ligeiramente mais brilhante).

Para uma melhor comparação dos valores obtidos estes foram representados num gráfico de coordenadas CIELAB no modo SCI, Figura 41.

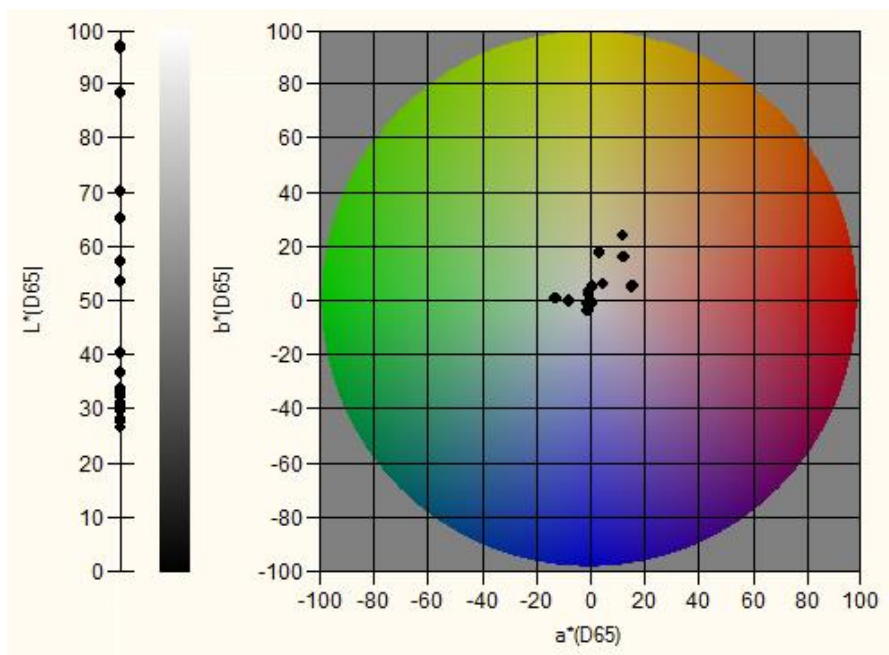


Figura 41 – Gráfico representativo das coordenadas CIELAB obtidas para os vários ensaios às cores dos silicones.

Como se pode verificar, todas as cores dos silicones analisados encontram-se numa zona muito limitada e pela observação da Figura 41 torna-se difícil distinguir os vários pontos. Assim, para uma melhor observação ampliou-se essa zona, Figura 42.

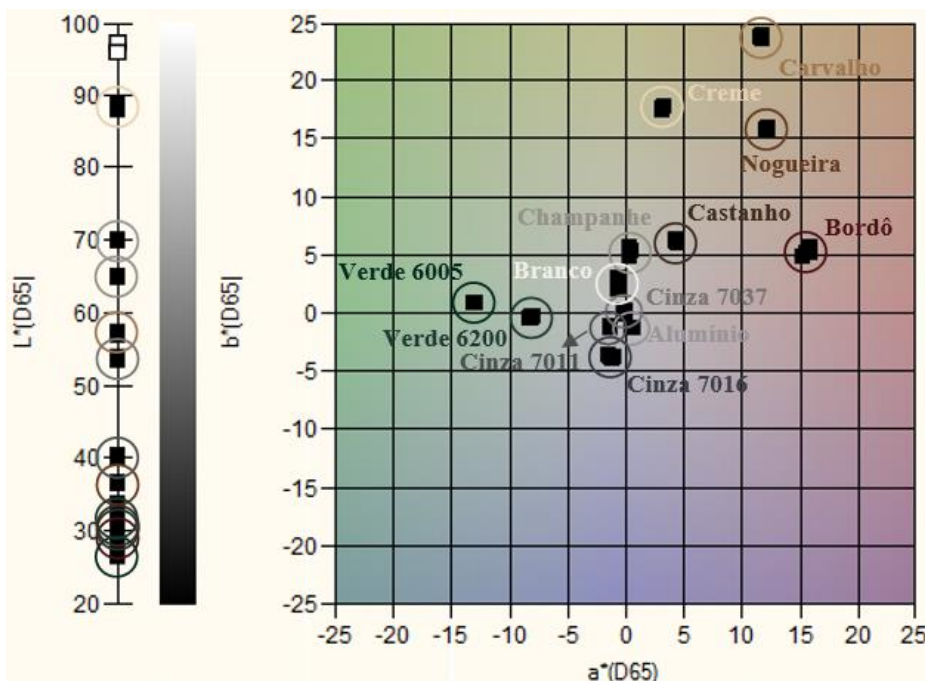


Figura 42 – Ampliação da região limite das coordenadas CIELAB obtidas para os vários ensaios às cores dos silicones.

Na Figura 42 pode-se comprovar o que foi dito anteriormente sobre as cores branca e cinza 7016, tanto para o silicone *OxP* como para o *Al* as cores encontram-se praticamente sobrepostas. Além disso, verifica-se que para a cor branca a coordenada  $L^*$  encontra-se ligeiramente abaixo do 100 como foi explicado anteriormente (o 100 corresponde à célula branca).

Visto que um dos objetivos da empresa é começar a produzir em pequena escala definiu-se um padrão de base com as coordenadas obtidas de forma a ser possível utilizar futuramente como termo de comparação. Assim, para novos lotes de silicones, quer sejam comprados ou produzidos na empresa, é possível fazer o controlo de qualidade da cor apresentada ao consumidor final.

### 3.1.8 Teste de Escorrimento / Flacidez

As imagens do cartão utilizado com os vários produtos encontram-se na Figura 48 do Apêndice A. Como foi referido anteriormente, após 24 h foi avaliado o deslocamento. Para todos os produtos, à exceção do SA PU e do MSP cristal da concorrência, não se verificaram deslocamentos após as 24 h, exemplo disso é a Figura 43.

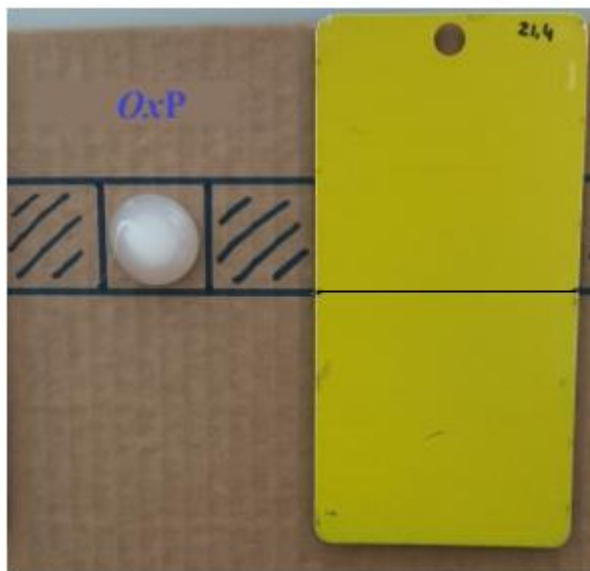


Figura 43 – Demonstração da ausência de deslocamento para o caso do silicone OxP.

No caso do SA PU verificou-se um deslocamento de 4 mm relativo apenas ao produto sujeito à carga da chapa, Figura 44A, que, no entanto, não se considera significativo. Já para o MSP cristal da concorrência verificaram-se deslocamentos, tanto para o produto sem carga como com carga, Figura 44B, porém, neste caso, os deslocamentos obtidos são significativos, o que significa que este produto apresenta na sua constituição uma quantidade de solventes superior ao que é admissível, perdendo consistência.

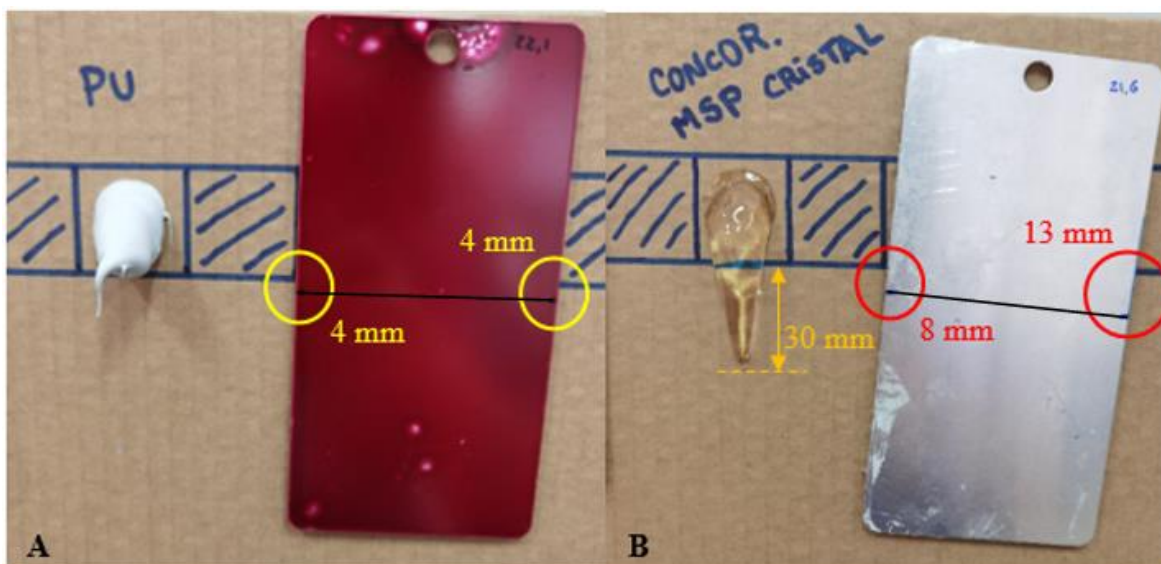


Figura 44 – Demonstração do desnível observado após 24 h A: para o SA PU e B: para o MSP cristal.

Como já foi referido, o teste de escorrimento teve como objetivo avaliar a tixotropia dos produtos, sendo possível concluir que os produtos da empresa em estudo apresentam uma boa tixotropia, isto é, quando são agitados as suas viscosidades diminuem, mas na ausência de agitação não escorrem (na Figura 43 está demonstrado o que se pretende e na Figura 44B está demonstrado o que não deve acontecer). Assim, caso se apliquem estes produtos numa junta vertical, estes vão manter-se no local de aplicação e, quando necessário, se lhes for aplicada uma força, por exemplo com uma espátula para os espalhar ou para aperfeiçoamentos a nível visual, a sua viscosidade irá ser diminuída, isto é, o produto vai tornar-se mais fluido (fluido newtoniano). Por outro lado, o MSP cristal da concorrência não apresenta uma boa tixotropia, visto que imediatamente após a aplicação escorre pelo cartão, o que não é pretendido para este tipo de produtos, pois uma vez aplicado numa junta vertical irá sempre escorrer não tendo tempo de formar ligações entre o produto e o substrato.

## 4. Conclusão

O objetivo desta dissertação foi melhorar o controlo de qualidade realizado pela empresa para a avaliação de selantes-adesivos tendo em consideração, sempre que possível, as normas europeias (EN) e / ou os padrões internacionais (ISO). Os testes de dureza, de densidade ao produto fluido e de extrusão já eram realizados, no entanto o procedimento do teste de dureza foi melhorado cumprindo agora a norma EN ISO 868:1998 e o procedimento do teste de extrusão seguiu algumas diretrizes da norma EN 29048:1990 (ISO 9048:1987). Foram adicionados ao controlo de qualidade testes que cumpriram normas europeias, nomeadamente o teste de tensão / deformação que seguiu a norma ISO 37:1994 (E), o teste de densidade ao produto curado que seguiu a norma ISO 1183 – A:1987 (E) e o teste de contração que seguiu a norma EN ISO 10563:1991. Além disso, foram também adicionados ao controlo de qualidade testes que apesar de não cumprirem nenhuma norma europeia ajudam a complementar o sistema de controlo de qualidade da empresa, nomeadamente os testes de tempo de formação de película, de cor e de escorrimento. Em suma, com este conjunto de testes foi desenvolvido um novo procedimento interno para o controlo de qualidade que deve ser aplicado pela empresa a todos os lotes de selantes-adesivos de forma a justificar a qualidade dos produtos que comercializa.

Com a realização dos testes mencionados anteriormente podem tirar-se algumas conclusões sobre os vários produtos.

Relativamente aos testes de tensão / deformação o silicone *alcoxy* foi o que apresentou todos os valores de acordo com as fichas técnicas e nos casos do silicone *OxP* e do SA MSP os resultados não foram tão satisfatórios. Em relação ao teste de dureza todos os resultados foram de encontro aos valores previstos, à exceção do silicone *OxP* em que os valores foram ligeiramente superiores, no entanto sabe-se que a forma do penetrador, a força aplicada sobre ele e a duração da aplicação influenciam os resultados obtidos, de tal forma que não se podem comparar os resultados obtidos com dois durómetros diferentes. De acordo com os resultados obtidos para o teste de densidade ao produto curado os resultados obtidos encontram-se próximos do que era expectável. Relativamente ao teste de extrusão, uma vez que não existiam valores de referência para comparar, pode-se dizer que o selante acrílico foi o que obteve valores consideravelmente mais altos, o que veio confirmar as observações feitas ao longo deste trabalho, isto é, que o selante acrílico era o produto mais fluido em estudo. Para o teste de tempo de formação de película o SA MSP foi o que apresentou o pior desempenho seguido do selante acrílico para a temperatura mais baixa que não formou película ao fim de 2 h 30 min. Os restantes ensaios foram de encontro ao esperado. No que diz respeito ao teste de contração os resultados obtidos foram,



na sua maioria, bastante interessantes comparativamente aos valores de referência. O teste de cor não é um teste tão frequente neste tipo de produtos, no entanto, à exceção das cores mais claras (branco e creme), os resultados foram bastante fidedignos. Por fim, relativamente ao teste de escorrimento todos os produtos apresentaram uma boa tixotropia o que comprova a qualidade dos produtos da empresa.

Concluindo, com os resultados obtidos pode-se considerar que a variedade de testes a que os produtos foram sujeitos é suficiente para um bom controlo de qualidade. Além disso, ao longo desta dissertação, a empresa foi adquirindo os equipamentos necessários para implementar estes testes físicos de forma a controlar a qualidade dos produtos comercializados. Assim, além de poder garantir aos seus clientes que os valores de referência indicados pelas fichas técnicas são atingidos e que cumprem, em alguns dos testes, normas europeias e / ou padrões internacionais, pode também adicionar outras características às fichas técnicas de modo a complementá-las. Futuramente, é possível adicionar mais testes a este procedimento de controlo de qualidade como, por exemplo, testes de fadiga, de tração com dois substratos, de impacto, de cisalhamento, de remoção (descamação), de propagação de rasgo e de arrasto.

## 5. Referências

- [1] B. Müller and W. Rath, “Part I General Basis,” in *Formulating Adhesives and Sealants*, 1st ed., Hanover, Germany: Vincentz Network, 2010, pp. 15–35.
- [2] F. B. Insights, “Adhesives and Sealants Market Size, Share & COVID-19 Impact Analysis, By Adhesive Technology (Water-Based, Solvent-Based, Hot-Melt, Reactive), By Adhesive Application (Paper & Packaging, Building & Construction, Woodworking, Consumer/DIY, Automotive & Tra,” *Market Research Report*, 2020. [Online]. Disponível em: <https://www.fortunebusinessinsights.com/industry-reports/adhesives-and-sealants-market-101715>. [Acedido: 09-Abr-2021].
- [3] F. De Buyl, “Silicone sealants and structural adhesives,” *Int. J. Adhes. Adhes.*, vol. 21, no. 5, pp. 411–422, 2001.
- [4] D. P. Melody, “Advances in Room Temperature Curing Adhesives and Sealants - A Review,” *Br. Polym. J.*, vol. 21, no. 2, pp. 175–179, 1989.
- [5] J. M. Klosowski, “Silicone Adhesives and Sealants,” in *Handbook of Adhesive Technology*, 3rd ed., A. Pizzi and K. L. Mittal, Eds. Portland, United States: Taylor & Francis Group, 2017, pp. 407–411.
- [6] B. Müller and W. Rath, “Part III Sealants and adhesive-sealants,” in *Formulating Adhesives and Sealants*, 1st ed., Hanover, Germany: Vincentz Network, 2010, pp. 266–268.
- [7] “METHACRYLIC ADHESIVES,” *Polymer Properties Database*. [Online]. Disponível em: <https://polymerdatabase.com/Adhesives/Acrylic Adhesives.html>. [Acedido: 07-Jun-2021].
- [8] A. T. Wolf, “Construction Sealants,” in *Handbook of Sealant Technology*, 1st ed., A. Pizzi and K. L. Mittal, Eds. United States: Taylor & Francis Group, 2009, pp. 325–388.
- [9] B. Müller and W. Rath, “Part II Adhesives,” in *Formulating Adhesives and Sealants*, 1st ed., Hanover, Germany: Vincentz Network, 2010, pp. 44–47.
- [10] M. Dunky, “Adhesives in the Wood Industry,” in *Handbook of Adhesive Technology*, 3rd ed., A. Pizzi and K. L. Mittal, Eds. Portland: Taylor & Francis Group, 2017, p. 537.
- [11] SpecialChem, “Sealants for Building and Construction - An Ultimate Reference Guide.” [Online]. Disponível em: <https://adhesives.specialchem.com/selection-guide/sealants-for-building-and-construction>. [Acedido: 05-Mar-2021].
- [12] A. C. M. Kuo, “Poly(dimethylsiloxane),” in *Polymer Data Handbook*, 1st ed., J. E. Mark, Ed. New York, United States: Oxford University Press Group, 1999, pp. 411–435.

- [13] E. M. Petrie, “MS Polymers in ‘Hybrid’ Sealants,” *Adhes. Sealant Counc. Inc.*, 2010.
- [14] J. Klein and C. Despotopoulou, “Elastic Adhesives,” in *Handbook of Adhesive Technology*, 3rd ed., A. Pizzi and K. L. Mittal, Eds. Portland: Taylor & Francis Group, 2017, pp. 211–212.
- [15] J. M. Klosowski and A. T. Wolf, “The History of Sealants,” in *Handbook of Sealant Technology*, 1st ed., A. Pizzi and K. L. Mittal, Eds. United States: Taylor & Francis Group, 2009, p. 19.
- [16] A. T. Wolf, “Hybrid (Silane-Modified) High-Performance Sealants,” in *SEALANTS in CONSTRUCTION*, 2nd ed., United States: Taylor & Francis Group, 2016, pp. 223–224.
- [17] B. Müller and W. Rath, “Part IV Design and testing of adhesive joints,” in *Formulating Adhesives and Sealants*, 1st ed., Hanover: Network, Vincentz, 2010, pp. 292–306.
- [18] P. Cognard, “Technical Characteristics and Testing Methods for Adhesives and Sealants,” in *Handbook of Adhesives and Sealants*, 1st ed., vol. 1, P. Cognard and D. Sleeman, Eds. Versailles, France: Elsevier Ltd, 2005, pp. 21–27.
- [19] D. A. Dillard, “Physical Properties of Adhesives,” in *Handbook of Adhesion Technology*, 1st ed., vol. 2, L. F. M. da Silva, A. Öchsner, and R. D. Adams, Eds. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2011, pp. 393–408.
- [20] INSTRON, “What is Tensile Testing?” [Online]. Disponível em: <https://www.instron.us/en-us/our-company/library/test-types/tensile-test>. [Acedido: 26-Abr-2021].
- [21] D. Kopeliovich, “Shore (Durometer) hardness test,” *Substances & Technologies*, 2013. [Online]. Disponível em: [https://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=shore\\_durometer\\_hardness\\_test](https://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=shore_durometer_hardness_test). [Acedido: 29-Set-2021].
- [22] Y. Li and S. Ren, Eds., “Basic Properties of Building Decorative Materials,” in *Building decorative materials*, 1st ed., Woodhead Publishing, 2011, pp. 10–11.
- [23] W. Brockmann, P. L. Geiß, J. Klingen, and B. Schröder, “Adhesives and Adhesive Joints: Test Methods and Properties,” in *Adhesive Bonding: Materials, Applications and Technology*, 1st ed., Germany: Wiley-VCH, 2009, pp. 125–144.
- [24] P. Cognard, “Technical Characteristics and Testing Methods for Adhesives and Sealants,” in *Handbook of Adhesives and Sealants*, 1st ed., P. Cognard and D. Sleeman, Eds. Versailles, France: Elsevier Ltd, 2005, pp. 36–37.

- [25] Konica Minolta, “Specular Component Included (SCI) vs. Specular Component Excluded (SCE),” *Color Trends & Technology newsletter*, 2016. [Online]. Disponível em: <https://sensing.konicaminolta.us/blog/specular-component-included-sci-vs-specular-component-excluded-sce/>. [Acedido: 14-Maio-2021].
- [26] W. S. Mokrzycki and M. Tatol, “Colour difference  $\Delta E$  - A survey,” *Mach. Graph. Vis.*, vol. 20, no. 4, pp. 383–411, 2011.
- [27] J. Beetsma, “The CIELAB L\*a\*b\* System – the Method to Quantify Colors of Coatings,” 2020. [Online]. Disponível em: <https://knowledge.ulprospector.com/10780/pc-the-cielab-lab-system-the-method-to-quantify-colors-of-coatings/>. [Acedido: 14-Maio-2021].
- [28] G. Habenicht, “A Selection of Common Terms in Bonding Technology,” in *Applied Adhesive Bonding: A Practical Guide for Flawless Results*, 1st ed., Wiley-VCH, 2009, p. 164.
- [29] PECOL, “Vedação e Colagem,” in *Catálogo Geral*, Águeda, 2018, pp. 181–207.
- [30] ISO 37, “Rubber, vulcanized or thermoplastic - Determination of tensile stress-strain properties,” 1994.
- [31] EN ISO 868, “Determinación de la dureza de penetración mediante un durómetro (dureza Shore),” 1998.
- [32] ISO 1183, “Plastics - Methods for determining the density and relative density of non-cellular plastics,” 1987.
- [33] J. H. L. IV and J. H. L. V, “VI Appendices,” in *A Heat Transfer Textbook*, 3rd ed., vol. 38, no. 6, Cambridge, Massachusetts, U.S.A.: Phlogiston Press, 1993, p. 709.
- [34] EN 29048, “Determinación de la extrusionabilidad de sellantes utilizando aparatos normalizados,” 1990.
- [35] EN ISO 10563, “Determinación de la variación de masa y volumen,” 1991.
- [36] e-paint.co.uk, “Convert L\*a\*b\* values to the nearest standard colour.” [Online]. Disponível em: <https://www.e-paint.co.uk/convert-lab.asp>. [Acedido: 17-Jun-2021].



# Apêndice A

## Teste de Tensão / Deformação

Na Tabela 12 encontram-se as dimensões de cada provete utilizado nos ensaios experimentais e os valores obtidos experimentalmente no teste de tensão / deformação.

Tabela 12 – Dimensões dos provetes utilizados nos ensaios experimentais e valores obtidos experimentalmente do alongamento na rutura, em mm, da força máxima registada, da força registada na rutura e da força observada para 100 % de alongamento, em N.

Ensaio	$L_0$ / mm	$W$ / mm	$t$ / mm	$F_m$ / N	$F_b$ / N	$(L_b - L_0)$ / mm	$F_e$ / N
	(± 0,05 mm)						
<b>Al 1</b>	33,80	5,25	2,60	13,09	11,93	139,63	5,80
<b>Al 2</b>	33,55	5,25	2,85	12,34	10,34	123,63	6,21
<b>Al 3</b>	33,45	5,05	2,90	11,57	11,36	125,88	5,17
<b>OxP 1</b>	33,50	5,30	2,35	7,29	6,55	78,96	4,35
<b>OxP 2</b>	33,10	5,50	2,50	8,50	8,03	75,38	5,48
<b>OxP 3</b>	33,80	5,60	2,65	7,93	7,37	67,96	5,63
<b>Ac 1</b>	33,50	5,15	2,50	8,93	8,78	93,04	4,40
<b>Ac 2</b>	33,75	5,05	2,65	8,23	8,23	84,46	4,61
<b>Ac 3</b>	33,80	5,25	2,75	7,54	7,40	81,54	4,32
<b>MSP 1</b>	33,30	5,40	2,85	14,27	13,48	62,71	13,91
<b>MSP 2</b>	32,90	5,40	2,75	14,30	13,36	72,13	13,72
<b>MSP 3</b>	33,25	5,10	2,80	13,36	12,57	60,38	12,86
<b>PU 1</b>	32,50	5,80	2,30	17,58	16,92	184,04	10,20
<b>PU 2</b>	33,40	5,75	2,55	16,36	15,59	156,13	11,14
<b>PU 3</b>	33,15	5,60	2,50	19,24	18,19	197,38	10,92
<b>Acr 1</b>	32,60	5,30	2,65	6,99	-	-	6,67
<b>Acr 2</b>	33,20	5,00	2,60	6,57	-	-	6,15
<b>Acr 3</b>	32,85	5,20	2,60	6,31	-	-	5,93

Exemplo de cálculo para o ensaio 1 do silicone *alcoxy* (Equação 2):

$$TS / MPa = \frac{F_m (N)}{W (mm) \times t (mm)} \Leftrightarrow TS = \frac{13,09}{5,25 \times 2,60} \Leftrightarrow TS = 0,959 MPa$$

Exemplo de cálculo para o ensaio 1 do silicone *alcoxy* (Equação 3):

$$TS_b / MPa = \frac{F_b (N)}{W (mm) \times t (mm)} \Leftrightarrow TS_b = \frac{11,93}{5,25 \times 2,60} \Leftrightarrow TS_b = 0,874 MPa$$

Exemplo de cálculo para o ensaio 1 do silicone *alcoxy* (Equação 4):

$$E_b / \% = \frac{100 \times (L_b - L_0)(mm)}{L_0 (mm)} \Leftrightarrow E_b = \frac{100 \times 139,63}{33,80} \Leftrightarrow E_b = 413,1 \%$$

Exemplo de cálculo para o ensaio 1 do silicone *alcoxy* (Equação 5):

$$S_e / MPa = \frac{F_e (N)}{W (mm) \times t (mm)} \Leftrightarrow S_e = \frac{5,80}{5,25 \times 2,60} \Leftrightarrow S_e = 0,425 MPa$$

Demonstração da obtenção da Equação 7 a partir da Equação 6.

Sabe-se que

$$\sigma / MPa = E (MPa) \times \varepsilon$$

e que

$$\sigma / MPa = \frac{F (N)}{A (mm^2)}$$

Logo,

$$\frac{F (N)}{A (mm^2)} = E (MPa) \times \varepsilon$$

$$E / MPa = \frac{\frac{\Delta F (N)}{A (mm^2)}}{\frac{\Delta L (mm)}{L_0 (mm)}} \Leftrightarrow E = \frac{\Delta F \times L_0}{\Delta L \times A} \Leftrightarrow \Delta F = \frac{E \times A \times \Delta L}{L_0} \Leftrightarrow \frac{\Delta F}{A} = E \times \frac{\Delta L}{L_0}$$

$$\Leftrightarrow \frac{\Delta F}{A} = E \times \varepsilon$$

Exemplo de cálculo para o ensaio 1 do silicone *alcoxy* (Equação 7):

$$\varepsilon / \% = \frac{\Delta F (N)}{A (mm^2) \times E (MPa)} \times 100 \Leftrightarrow \varepsilon = \frac{2,5 - 0,5}{5,25 \times 2,60 \times 1,034} \times 100 \Leftrightarrow \varepsilon = 14,2 \%$$

## Teste de Dureza

Na Tabela 13 encontram-se os valores obtidos experimentalmente no teste de dureza. Os valores de referência dos vários produtos foram retirados das suas fichas técnicas.

Tabela 13 – Valores obtidos experimentalmente a  $(20 \pm 1)$  °C para a dureza, valores médios, desvios-padrão e respetivos valores de referência, em Shore A, e valores de *t* de *student* experimentais.

	Ensaio	Medições / $\pm 0,1$ Shore A					Média ( $x_i$ ) / Shore A	Média ( $\bar{x}$ ) / Shore A	s / Shore A	$t_{exp}$
		1 <sup>a</sup>	2 <sup>a</sup>	3 <sup>a</sup>	4 <sup>a</sup>	5 <sup>a</sup>				
<b>Al</b> (24 $\pm$ 3) Shore A	<b>A</b>	25,8	25,6	26,9	25,6	27,3	26,2	25,0	1,15	1,45
	<b>B</b>	24,2	25,2	24,8	22,8	26,1	24,6			
	<b>C</b>	23,7	23,3	23,7	24,9	24,5	24,0			
<b>OxP</b> (18 $\pm$ 3) Shore A	<b>A</b>	21,4	20,2	20,8	21,9	22,0	21,3	21,3	0,20	28,2
	<b>B</b>	22,3	21,1	21,6	21,1	21,2	21,5			
	<b>C</b>	21,6	20,5	20,5	21,2	21,5	21,1			
<b>Ac</b> 18 Shore A	<b>A</b>	19,2	18,8	18,5	18,4	20,0	19,0	18,7	0,54	2,19
	<b>B</b>	19,1	18,6	18,6	19,0	19,7	19,0			
	<b>C</b>	18,4	17,7	18,2	17,9	18,1	18,1			
<b>MSP</b> (45 $\pm$ 3) Shore A	<b>A</b>	44,6	42,0	42,2	43,6	43,1	43,1	43,3	0,21	13,9
	<b>B</b>	43,8	42,5	43,0	43,3	43,6	43,2			
	<b>C</b>	42,4	45,2	44,1	42,7	43,2	43,5			
<b>PU</b> (40 $\pm$ 5) Shore A	<b>A</b>	38,3	38,8	40,9	41,6	40,8	40,1	40,5	0,57	1,7
	<b>B</b>	38,9	41,6	39,5	40,9	41,0	40,4			
	<b>C</b>	41,3	42,3	39,9	41,0	41,4	41,2			

Demonstração do cálculo do *t* de *student* experimental para o silicone *alcoxy*:

$$t_{exp} = \frac{|\mu - \bar{x}|}{\frac{s}{\sqrt{N}}} \Leftrightarrow t_{exp} = \frac{|24 - 25,0|}{\frac{1,15}{\sqrt{3}}} \Leftrightarrow t_{exp} = 1,45$$

Onde  $\mu$  é o valor de referência de cada produto e  $N$  é o número de determinações (A, B e C). O valor de *t* de *student* crítico para 95 % de confiança é de 2,920 (unilateral). Quando  $t_{exp} < t_{crit}$  a média dos valores obtidos experimentalmente não é significativamente superior nem inferior ao valor de referência.



## Teste de Densidade

Na Tabela 14 encontram-se os valores obtidos experimentalmente no teste de densidade ao produto fluido e na Tabela 15 encontram-se os valores obtidos experimentalmente no teste de densidade ao produto curado. Os valores de referência dos produtos fluidos foram retirados das suas fichas técnicas.

Tabela 14 – Valores obtidos experimentalmente a  $(20,0 \pm 0,5)$  °C para a massa do *falcon* cheio, em g, respetivas densidades do produto fluido e valores de referência, em  $\text{g cm}^{-3}$ .

		$V_{falcon} = (17,4 \pm 0,1) \text{ cm}^3$		
	<b>Ensaio</b>	$m_{falcon\ cheio} / \pm 0,1 \text{ g}$	$\rho_{fluido} / \text{g cm}^{-3}$	Média / $\text{g cm}^{-3}$
<b>Al</b> $1,02 \text{ g cm}^{-3}$	<b>A</b>	17,3	0,99	1,00
	<b>B</b>	17,4	1,00	
	<b>C</b>	17,4	1,00	
<b>OxP</b> $(0,98 \pm 0,02) \text{ g cm}^{-3}$	<b>A</b>	16,9	0,97	0,95
	<b>B</b>	16,5	0,95	
	<b>C</b>	16,4	0,94	
<b>Ac</b> $0,98 \text{ g cm}^{-3}$	<b>A</b>	16,7	0,96	0,96
	<b>B</b>	16,6	0,95	
	<b>C</b>	16,7	0,96	
<b>MSP</b> $(1,50 \pm 0,02) \text{ g cm}^{-3}$	<b>A</b>	26,4	1,52	1,52
	<b>B</b>	26,3	1,51	
	<b>C</b>	26,4	1,52	
<b>PU</b> $(1,15 \pm 0,03) \text{ g cm}^{-3}$	<b>A</b>	20,1	1,16	1,15
	<b>B</b>	20,1	1,16	
	<b>C</b>	19,9	1,14	
<b>Acr</b> $(1,64 \pm 0,03) \text{ g cm}^{-3}$	<b>A</b>	27,9	1,60	1,61
	<b>B</b>	28,0	1,61	
	<b>C</b>	27,9	1,60	

Exemplo de cálculo para o ensaio B do silicone *alcoxy* (Equação 8):

$$\rho_{fluido} / g\ cm^{-3} = \frac{m_{falcon\ cheio} (g)}{V_{falcon} (cm^3)} \Leftrightarrow \rho_{fluido} = \frac{17,4}{17,4} \Leftrightarrow \rho_{fluido} = 1,00\ g\ cm^{-3}$$

Tabela 15 – Valores obtidos experimentalmente a  $(20,0 \pm 0,5)$  °C para as massas das amostras no ar, imersas em água e no ar com correção da flutuabilidade do ar, em g, respectivas densidades, densidades corrigidas do produto curado e valores de referência, em  $g\ cm^{-3}$ .

		$\rho_{liq,ref} = 0,9977\ g\ cm^{-3}$					
	<b>Ensaio</b>	$P_0 /$ $\pm 0,01\ g$	$P_1 /$ $\pm 0,01\ g$	$\rho_{curado} /$ $g\ cm^{-3}$	$P_0\ corrigida /$ $g$	$\rho_{curado\ corrigida} /$ $g\ cm^{-3}$	<b>Média /</b> $g\ cm^{-3}$
<b>Al</b> $1,02\ g\ cm^{-3}$	<b>A</b>	2,55	0,03	1,01	2,56	1,01	1,00
	<b>B</b>	2,45	0,00	1,00	2,45	1,00	
	<b>C</b>	1,64	0,00	1,00	1,64	1,00	
<b>OxP</b> $(0,98 \pm 0,02)$ $g\ cm^{-3}$	<b>A</b>	1,70	0,04	1,02	1,70	1,02	1,01
	<b>B</b>	1,70	0,00	1,00	1,70	1,00	
	<b>C</b>	1,53	0,00	1,00	1,53	1,00	
<b>Ac</b> $0,98\ g\ cm^{-3}$	<b>A</b>	2,38	-0,08	0,97	2,38	0,97	0,95
	<b>B</b>	2,93	-0,08	0,97	2,94	0,97	
	<b>C</b>	1,34	-0,12	0,92	1,34	0,92	
<b>MSP</b> $(1,50 \pm 0,02)$ $g\ cm^{-3}$	<b>A</b>	1,77	0,61	1,52	1,78	1,52	1,54
	<b>B</b>	1,75	0,61	1,53	1,75	1,53	
	<b>C</b>	1,72	0,62	1,56	1,72	1,56	
<b>PU</b> $(1,15 \pm 0,03)$ $g\ cm^{-3}$	<b>A</b>	1,37	0,18	1,15	1,37	1,15	1,16
	<b>B</b>	1,47	0,19	1,15	1,47	1,15	
	<b>C</b>	1,81	0,29	1,19	1,81	1,19	
<b>Acr</b> $(1,64 \pm 0,03)$ $g\ cm^{-3}$	<b>A</b>	2,74	1,10	1,67	2,74	1,67	1,67
	<b>B</b>	3,07	1,21	1,65	3,07	1,65	
	<b>C</b>	2,24	0,92	1,69	2,24	1,69	

Exemplo de cálculo para o ensaio A do silicone *alcoxy* (Equação 9):

$$\rho_{curado} / g\ cm^{-3} = \frac{P_0 (g)}{P_0 (g) - P_1 (g)} \times \rho_{liq,ref} \Leftrightarrow$$

$$\Leftrightarrow \rho_{curado} = \frac{2,55}{2,55 - 0,03} \times 0,9977 \Leftrightarrow \rho_{curado} = 1,01 \text{ g cm}^{-3}$$

Exemplo de cálculo para o ensaio A do silicone *alcoxy* (Equação 10):

$$P_{0 \text{ corrigida}} / g = P_0 (g) \times \left( 1 + \frac{0,001 \times 2}{\rho_{curado} (g \text{ cm}^{-3})} \right) \Leftrightarrow$$

$$\Leftrightarrow P_{0 \text{ corrigida}} = 2,55 \times \left( 1 + \frac{0,001 \times 2}{1,01} \right) \Leftrightarrow P_{0 \text{ corrigida}} = 2,56 \text{ g}$$

Exemplo de cálculo para a densidade corrigida do produto curado para o ensaio A do silicone *alcoxy* (Equação 9):

$$\rho_{curado \text{ corrigida}} / g \text{ cm}^{-3} = \frac{P_{0 \text{ corrigida}} (g)}{P_{0 \text{ corrigida}} (g) - P_1 (g)} \times \rho_{liq,ref} \Leftrightarrow$$

$$\Leftrightarrow \rho_{curado \text{ corrigida}} = \frac{2,56}{2,56 - 0,03} \times 0,9977 \Leftrightarrow \rho_{curado} = 1,01 \text{ g cm}^{-3}$$

Para determinar a densidade da água destilada a 20,0 °C (líquido de referência), utilizada no cálculo da densidade do produto curado, realizou-se uma interpolação. Na Tabela 16 encontram-se os valores de densidade para o intervalo de temperatura entre 273,15 K e 310 K.<sup>[33]</sup>

Tabela 16 – Valores da temperatura, em K e °C, e da densidade da água destilada, em kg m<sup>-3</sup> e g cm<sup>-3</sup>, utilizados na interpolação.<sup>[33]</sup>

T / K	T / °C	$\rho_{liq,ref} / \text{kg m}^{-3}$	$\rho_{liq,ref} / \text{g cm}^{-3}$
273,16	0	999,8	0,9998
275	2	999,9	0,9999
280	7	999,9	0,9999
285	12	999,5	0,9995
290	17	998,8	0,9988
293	20	?	?
295	22	997,8	0,9978
300	27	996,5	0,9965
305	32	995,0	0,9950
310	37	993,3	0,9933

Na Figura 45 encontra-se a regressão polinomial dos valores da Tabela 16 da qual foi possível retirar o valor da densidade da água destilada a 20,0 °C (293 K).

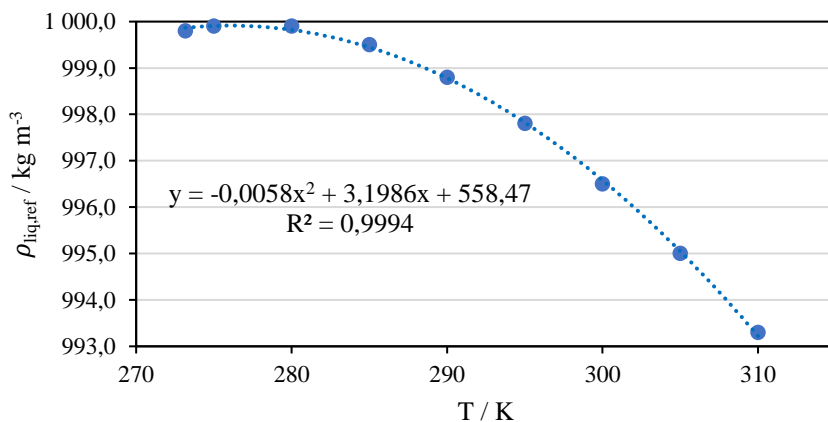


Figura 45 – Regressão linear dos valores da temperatura, em K, e densidade, em g cm<sup>-3</sup>.

Demonstração do cálculo da densidade da água destilada a 20,0 °C:

$$\begin{aligned} \rho_{liq,ref} (kg m^{-3}) &= -0,0058 \times T(K)^2 + 3,1986 \times T(K) + 558,47 \Leftrightarrow \\ \Leftrightarrow \rho_{liq,ref} &= -0,0058 \times 293^2 + 3,1986 \times 293 + 558,47 \Leftrightarrow \\ \Leftrightarrow \rho_{liq,ref} &= 997,7 kg m^{-3} \Leftrightarrow \rho_{liq,ref} = 0,9977 g cm^{-3} \end{aligned}$$

De forma a avaliar se existem valores médios experimentais da densidade dos produtos curados significativamente superiores ou inferiores aos valores de referência determinou-se desvio-padrão e do t de *student* experimental, Tabela 17.

Tabela 17 – Valores médios da densidade corrigida do produto curado, em g cm<sup>-3</sup>, valores obtidos para o desvio-padrão, em g cm<sup>-3</sup>, e para o t de *student* experimental.

	$\overline{\rho_{curado\ corrigida}} / g\ cm^{-3}$	$s / g\ cm^{-3}$	$t_{exp}$
<b>Al</b> – (1,02 g cm <sup>-3</sup> )	1,00	0,00684	4,63
<b>OxP</b> – [(0,98 ± 0,02) g cm <sup>-3</sup> ]	1,01	0,0139	3,22
<b>Ac</b> – (0,98 g cm <sup>-3</sup> )	0,95	0,0304	1,66
<b>MSP</b> – [(1,50 ± 0,02) g cm <sup>-3</sup> ]	1,54	0,0203	3,10
<b>PU</b> – [(1,15 ± 0,03) g cm <sup>-3</sup> ]	1,16	0,0236	0,77
<b>Acr</b> – [(1,64 ± 0,03) g cm <sup>-3</sup> ]	1,67	0,0232	2,06

## Teste de Extrusão

Na Tabela 18 encontram-se os valores obtidos experimentalmente no teste de extrusão. Os valores de referência de todos os produtos foram determinados através do valor médio dos três ensaios realizados.

Tabela 18 – Valores obtidos experimentalmente a  $(20 \pm 1) ^\circ\text{C}$  para as massas extrudadas, em g, e respectivas taxas de extrusão e valores de referência, em  $\text{g min}^{-1}$ .

		<b>Ensaio</b>			
		<b>Em (15,00 ± 0,01) s</b>	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>
<b>Al</b> 24 $\text{g min}^{-1}$	$m_E / \pm 0,1 \text{ g}$	5,2	6,3	6,2	
	Extrusão / $\text{g min}^{-1}$	21	25	25	
<b>OxP</b> 30 $\text{g min}^{-1}$	$m_E / \pm 0,1 \text{ g}$	8,5	6,6	7,2	
	Extrusão / $\text{g min}^{-1}$	34	26	29	
<b>Ac</b> 46 $\text{g min}^{-1}$	$m_E / \pm 0,1 \text{ g}$	9,7	11,2	13,5	
	Extrusão / $\text{g min}^{-1}$	39	45	54	
<b>MSP</b> 26 $\text{g min}^{-1}$	$m_E / \pm 0,1 \text{ g}$	5,9	6,8	6,5	
	Extrusão / $\text{g min}^{-1}$	24	27	26	
<b>Acr</b> 108 $\text{g min}^{-1}$	$m_E / \pm 0,1 \text{ g}$	27,6	26,2	27,0	
	Extrusão / $\text{g min}^{-1}$	110	105	108	

Exemplo de cálculo para o ensaio A do silicone *alcoxy* (Equação 11):

$$\text{Extrusão} / \text{g min}^{-1} = \frac{m_E (\text{g}) \times 60 (\text{s/min})}{15 \text{ s}} \Leftrightarrow$$

$$\Leftrightarrow \text{Extrusão} = \frac{5,2 \times 60}{15} \Leftrightarrow \text{Extrusão} = 21 \text{ g min}^{-1}$$

## Teste de Tempo de Formação de Película

Na Tabela 19 encontram-se os valores obtidos experimentalmente no teste de tempo de formação de película. Os valores de referência dos produtos foram retirados das suas fichas técnicas. Para o silicone acético o valor de referência foi determinado através do valor médio dos três ensaios realizados. No caso do selante acrílico o valor de referência varia de 15 min a 60 min e no caso do SA PU o valor de referência varia de 60 min a 90 min, logo foram usados os limites máximos para representar no gráfico.

Tabela 19 – Valores obtidos experimentalmente para o teste de tempo de formação de película e respetivos valores de referência, em min.

	Tempo de formação de película / $\pm 1$ min					Observações
	A ( $3,0 \pm 0,5$ ) °C	B ( $18,0 \pm 0,5$ ) °C	C ( $18,0 \pm 0,5$ ) °C	D ( $20,0 \pm 0,5$ ) °C	E ( $50,0 \pm 0,5$ ) °C	
<b>AI</b> 25 min	36 (TR)	23 (TR)	24 (CZ)	19 (TR)	18 (TR)	
<b>OxP</b> ( $10 \pm 3$ ) min	8 (TR)	6 (TR)	7 (BR)	7 (TR)	5 (TR)	
<b>Ac</b> 17 min	21 (TR)	17 (BR)	17 (TR)	14,5 (TR)	10 (BD)	Ensaio A: ( $8,0 \pm 0,5$ ) °C
<b>MSP</b> 20 min	58 (BR)	50 (BR)	49 (BR)	47 (BR)	19 (BR)	Ensaio C: ( $20,0 \pm 0,5$ ) °C
<b>PU</b> 60 a 90 min	51 (BR/CZ)	42 (CZ)	41 (BR)	37 (BR)	18,5 (BR)	Ensaio C: ( $20,0 \pm 0,5$ ) °C
<b>Acr</b> 15 a 60 min	> 150 (BR)	28 (BR)	26 (BR)	24 (BR)	7 (BR)	Ensaio A: ( $8,0 \pm 0,5$ ) °C

## Teste de Contração

Na Tabela 20 encontram-se os valores obtidos experimentalmente no teste de contração. Os valores de referência dos produtos foram retirados das suas fichas técnicas. Para os silicones *alcoxy*, acético branco e acético transparente os valores de referência foram determinados através do valor médio dos três ensaios realizados.

Tabela 20 – Valores obtidos experimentalmente para as massas, em g, contração, em %, e respectivos valores de referência.

	Ensaio	Massa / ± 0,1 g									Perda de Massa / %
		$m_1$	$m_3$	23,5 °C - Após			70,0 °C - Após			$m_5$	
		Anel	Anel preenchido	3 dias	6 dias	7 dias	2 dias	3 dias	6 dias	Final (1 dia a 23,5 °C)	
<b>Al</b> 5,50 %	<b>A</b>	51,9	56,9	56,8	56,7	56,7	56,7	56,7	56,7	56,7	4,00
	<b>B</b>	50,5	55,3	55,1	55,1	55,1	55,1	55,0	55,0	55,0	6,25
	<b>C</b>	51,9	56,7	56,5	56,5	56,5	56,4	56,4	56,4	56,4	6,25
<b>OxP</b> < 20 %	<b>A</b>	54,5	59,4	59,2	59,2	59,2	59,0	58,9	58,8	58,8	12,2
	<b>B</b>	53,7	58,6	58,5	58,4	58,4	58,2	58,2	58,1	58,1	10,2
	<b>C</b>	51,9	56,4	56,3	56,2	56,2	56,1	56,0	56,0	56,0	8,89
<b>Ac BR</b> 3,75 %	<b>A</b>	51,9	56,3	56,2	56,2	56,2	56,2	56,1	56,1	56,1	4,55
	<b>B</b>	49,4	54,0	54,0	54,0	54,0	53,9	53,9	53,9	53,9	2,17
	<b>C</b>	53,4	57,8	57,8	57,7	57,7	57,7	57,7	57,6	57,6	4,55
<b>Ac TR</b> 5,24 %	<b>A</b>	53,6	58,1	58,0	58,0	58,0	58,0	58,0	57,9	57,9	4,44
	<b>B</b>	50,7	55,1	55,0	55,0	55,0	54,9	54,9	54,8	54,8	6,82
	<b>C</b>	55,3	59,8	59,8	59,7	59,7	59,7	59,7	59,6	59,6	4,44
<b>MSP</b> < 5 %	<b>A</b>	51,6	58,4	58,4	58,3	58,3	58,3	58,3	58,3	58,3	1,47
	<b>B</b>	48,7	55,8	55,8	55,7	55,7	55,7	55,7	55,7	55,7	1,41
	<b>C</b>	51,8	58,6	58,6	58,6	58,5	58,5	58,5	58,5	58,5	1,47
<b>PU</b> 7 %	<b>A</b>	52,3	57,5	57,4	57,4	57,4	57,2	57,2	57,2	57,2	5,77
	<b>B</b>	52,4	57,6	57,5	57,4	57,4	57,3	57,2	57,2	57,2	7,69
	<b>C</b>	51,8	56,9	56,8	56,8	56,7	56,6	56,6	56,6	56,6	5,88
<b>Acr</b> 29 %	<b>A</b>	49,3	56,8	55,9	55,8	55,7	55,5	55,4	55,4	55,4	18,7
	<b>B</b>	50,6	58,5	57,5	57,3	57,3	57,1	57,0	57,0	57,0	19,0
	<b>C</b>	52,4	59,9	59,0	58,9	58,8	58,6	58,5	58,5	58,5	18,7

Exemplo de cálculo para o ensaio A do silicone *alcoxy* (Equação 12):

$$\Delta m / \% = \left| \frac{m_5 - m_3}{m_3 - m_1} \right| \times 100 \Leftrightarrow \Delta m = \left| \frac{56,7 - 56,9}{56,9 - 51,9} \right| \times 100 \Leftrightarrow \Delta m = 4,00 \%$$

Apenas no caso do SA PU houve um valor superior ao de referência e, por isso, fez-se um teste de Grubb para verificar se este era um valor atípico.

○ Grubb:  $T_{crit} = 1,155$

$$T_{exp} = \frac{|x_n - \bar{x}|}{s} \Leftrightarrow T_{exp} = \frac{|7,69 - 6,45|}{1,08} \Leftrightarrow T_{exp} = 1,15$$

Como  $T_{exp} < T_{crit}$  não se rejeita o valor.

Assim, é determinado o desvio-padrão e o t de *student* experimental, Tabela 21, para avaliar se a média das réplicas é diferente ou não do valor de referência.

Tabela 21 – Valor médio da contração do SA PU e valor do desvio-padrão, em %, e valor do t de *student* experimental.

	$\overline{PM} / \%$	$s / \%$	$t_{exp}$
<b>PU (7 %)</b>	6,45	1,08	0,886

$t_{crit} = 4,303$  para 2 graus de liberdade e um nível de confiança de 95 % (bilateral). Como  $t_{exp} < t_{crit}$  não existe diferença significativa entre a média das réplicas e o valor de referência.

Relativamente aos valores obtidos para os silicones acéticos transparente e branco foi feito um estudo estatístico para averiguar se as médias das amostras eram ou não significativamente diferentes, de forma a averiguar se os valores de contração eram influenciados pela pigmentação do silicone. Na Tabela 22 encontram-se os valores de contração médios, o desvio-padrão e a variância de cada um dos silicones.

Tabela 22 – Valor médio da perda de massa (contração) e do desvio-padrão, em %, e valor da variância, em %<sup>2</sup>, para cada silicone acético.

	$\overline{PM} / \%$	$s / \%$	$s^2 / \%^2$
<b>BR</b>	3,75	1,37	1,87
<b>TR</b>	5,24	1,37	1,88

Para isso foi realizado um teste F que permite avaliar se a diferença entre as variâncias das duas amostras é significativa, isto é, se a variância de uma amostra é significativamente superior à da outra.

$$F_{exp} = \frac{s_{TR}^2}{s_{BR}^2}, \text{ pois } s_{TR}^2 > s_{BR}^2 \Leftrightarrow F_{exp} = \frac{1,88}{1,87} \Leftrightarrow F_{exp} = 1,00$$



$F_{crit} = 39,00$  para 2 graus de liberdade no numerador e no denominador e para um nível de confiança de 95 %. Como  $F_{exp} < F_{crit}$  as variâncias não são significativamente diferentes. Logo tem de se calcular a variância média pesada ( $s_{pool}$ ) que, como têm ambas dois graus de liberdade, acaba por ser a média das variâncias.

$$s_{pool} = \sqrt{\frac{(n_{TR} - 1) \times s_{TR}^2 + (n_{BR} - 1) \times s_{BR}^2}{(n_{TR} + n_{BR} - 2)}}$$

Onde  $n$  é o número de ensaios de cada amostra e  $(n_{TR} + n_{BR} - 2) = 4$  é o número de graus de liberdade.

$$\Leftrightarrow s_{pool} = \sqrt{\frac{(3 - 1) \times 1,88 + (3 - 1) \times 1,87}{(3 + 3 - 2)}} \Leftrightarrow s_{pool} = 1,37 \%$$

Assim, a expressão do  $t$  de *student* passa a ser a seguinte:

$$t_{exp} = \frac{|\overline{PM}_{BR} - \overline{PM}_{TR}|}{s_{pool} \times \sqrt{\frac{1}{n_{BR}} + \frac{1}{n_{TR}}}} \Leftrightarrow t_{exp} = \frac{|3,75 - 5,24|}{1,37 \times \sqrt{\frac{1}{3} + \frac{1}{3}}} \Leftrightarrow t_{exp} = 1,32$$

$t_{crit} = 2,776$  para 4 graus de liberdade e para um nível de confiança de 95 % (bilateral). Como  $t_{exp} < t_{crit}$  não há diferença significativa entre os valores médios dos ensaios.

## Teste de Cor

Na Tabela 23 encontram-se os valores obtidos experimentalmente no teste de cor para os corantes.

Tabela 23 – Valores das coordenadas CIELAB obtidas experimentalmente para o teste de cor e respetiva média.

SCE	Coordenadas	Ensaio					Média
		A	B	C	D	E	
Cinza 7004	L*(D65)	48,93	48,89	48,89	49,51	49,21	49,09
	a*(D65)	0,66	0,69	0,73	0,40	0,59	0,61
	b*(D65)	-0,80	-0,83	-0,81	-0,98	-0,97	-0,88
Cinza 7016	L*(D65)	13,50	13,51	13,53	15,81	15,27	14,32
	a*(D65)	4,00	3,91	4,09	2,80	3,18	3,60
	b*(D65)	-8,66	-8,91	-8,69	-7,76	-8,05	-8,41
Alumínio 9006	L*(D65)	55,44	55,91	55,96	55,75	56,27	55,87
	a*(D65)	0,07	-0,08	-0,12	0,08	-0,26	-0,062
	b*(D65)	-0,28	-0,32	-0,34	-0,40	-0,43	-0,35
Alumínio 9007	L*(D65)	71,62	69,24	72,33	70,65	70,80	70,93
	a*(D65)	2,88	2,91	2,32	3,33	3,13	2,91
	b*(D65)	-1,49	-1,51	-1,37	-1,52	-1,48	-1,47
Bordô	L*(D65)	7,72	9,11	8,67	8,60	8,60	8,54
	a*(D65)	28,31	28,51	28,49	28,25	28,94	28,50
	b*(D65)	13,16	14,45	14,75	14,63	14,68	14,33
Nogueira	L*(D65)	6,50	11,66	6,85	9,71	7,66	8,48
	a*(D65)	18,97	13,78	18,88	16,75	18,54	17,38
	b*(D65)	11,04	16,24	11,65	16,54	13,05	13,70
Verde 6200	L*(D65)	0,57	0,17	0,26	0,99	0,35	0,47
	a*(D65)	-0,10	0,53	0,42	-0,55	0,35	0,13
	b*(D65)	0,10	0,13	0,12	0,06	0,10	0,10
Verde 6005	L*(D65)	0,29	2,01	1,89	0,39	0,64	1,04
	a*(D65)	-0,81	-6,80	-6,37	-1,18	-2,11	-3,45
	b*(D65)	0,23	1,80	1,76	0,35	0,58	0,94
Branco	L*(D65)	86,73	87,21	86,45	87,11	86,70	86,84
	a*(D65)	0,59	0,48	0,57	0,48	0,57	0,54
	b*(D65)	3,44	3,53	3,39	3,48	3,37	3,44

Na Figura 46 estão representadas graficamente as coordenadas CIELAB obtidas para os vários ensaios às cores dos corantes e na Figura 47 está representada graficamente a ampliação da região limite dessas mesmas coordenadas.

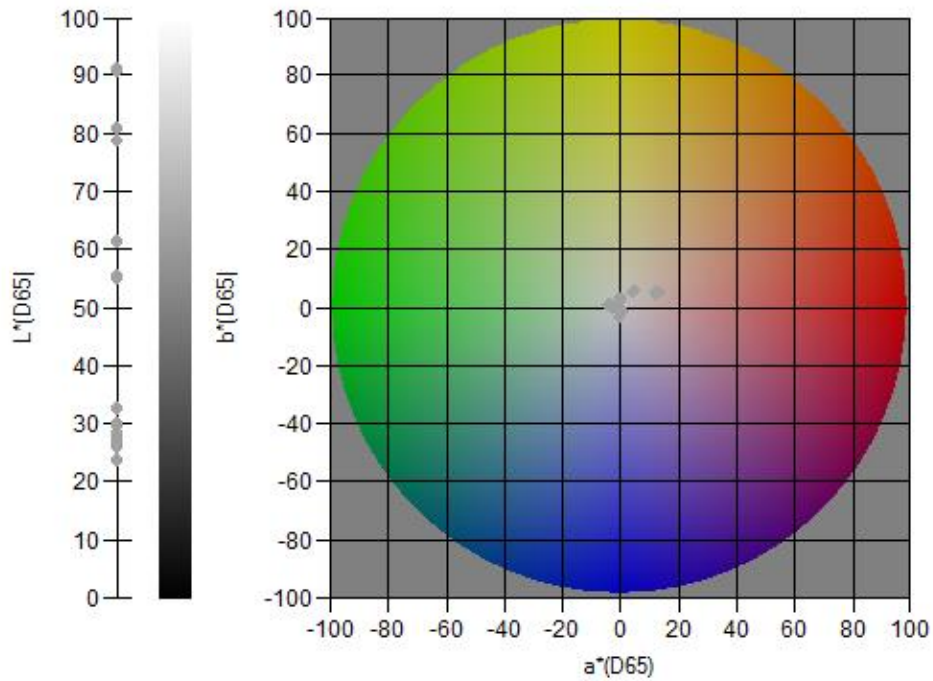


Figura 46 – Gráfico representativo das coordenadas CIELAB obtidas para os vários ensaios às cores dos corantes.

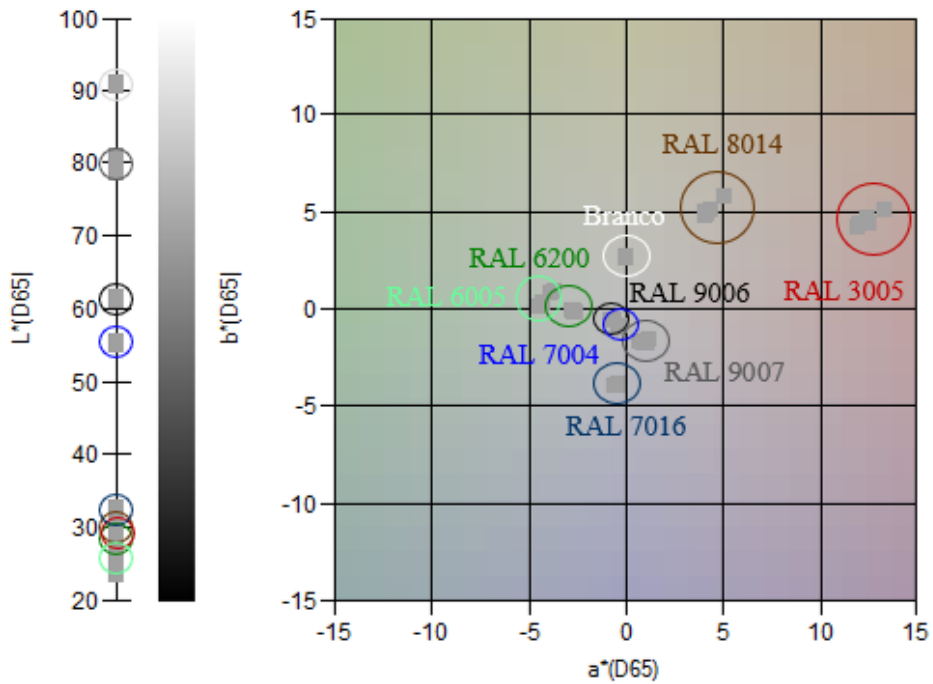


Figura 47 – Ampliação da região limite das coordenadas CIELAB obtidas para os vários ensaios às cores dos corantes.

Na Tabela 24 encontram-se os valores obtidos experimentalmente no teste de cor para os silicões *Al* e *OxP* já curados.

Tabela 24 – Valores das coordenadas CIELAB obtidas experimentalmente para o teste de cor aos silicões *Al* e *OxP* já curados e respetiva média.

SCE	Coordenadas	Ensaio					Média
		A	B	C	D	E	
<b><i>OxP</i> Branco</b>	L*(D65)	94,29	94,42	94,60	94,45	94,32	94,42
	a*(D65)	-0,57	-0,53	-0,55	-0,53	-0,52	-0,54
	b*(D65)	2,23	2,19	2,20	2,15	2,19	2,19
<b><i>Al</i> Branco</b>	L*(D65)	94,95	94,96	94,96	94,90	94,99	94,95
	a*(D65)	-0,58	-0,61	-0,59	-0,60	-0,65	-0,61
	b*(D65)	3,26	3,26	3,27	3,25	3,18	3,24
<b><i>Al</i> Creme</b>	L*(D65)	85,93	86,37	86,01	85,98	86,18	86,09
	a*(D65)	3,49	3,32	3,17	3,30	3,28	3,31
	b*(D65)	18,37	18,06	18,02	18,23	17,97	18,13
<b><i>Al</i> Champanhe</b>	L*(D65)	60,43	60,13	60,53	60,09	60,79	60,39
	a*(D65)	0,39	0,45	0,36	0,47	0,31	0,40
	b*(D65)	4,50	4,51	3,93	4,16	4,49	4,32
<b><i>OxP</i> Cinza 7016</b>	L*(D65)	26,64	26,24	24,67	24,43	26,49	25,69
	a*(D65)	-0,49	-0,54	-0,16	-0,13	-0,58	-0,38
	b*(D65)	-4,63	-5,28	-5,03	-5,08	-4,98	-5,00
<b><i>Al</i> Cinza 7016</b>	L*(D65)	22,92	23,08	23,40	24,04	24,10	23,51
	a*(D65)	-0,51	-0,50	-0,56	-0,69	-0,73	-0,60
	b*(D65)	-5,18	-5,14	-5,02	-5,16	-5,29	-5,16
<b><i>Al</i> Cinza 7011</b>	L*(D65)	33,97	33,60	33,61	33,59	33,72	33,70
	a*(D65)	-0,87	-0,76	-0,76	-0,79	-0,83	-0,80
	b*(D65)	-1,33	-1,35	-1,16	-1,12	-1,03	-1,20
<b><i>Al</i> Cinza 7037</b>	L*(D65)	49,43	49,39	49,35	49,12	49,77	49,41
	a*(D65)	0,47	0,49	0,50	0,49	0,45	0,48
	b*(D65)	0,30	0,38	0,42	0,52	0,61	0,45

<i>Al</i> Alumínio	L*(D65)	62,20	62,09	61,86	62,09	62,59	62,17
	a*(D65)	1,86	1,88	1,91	1,89	1,74	1,86
	b*(D65)	-1,54	-1,63	-1,54	-1,55	-1,53	-1,56
<i>Al</i> Verde 6005	L*(D65)	12,20	12,53	14,69	13,87	15,30	13,72
	a*(D65)	-29,97	-30,79	-25,90	-27,60	-24,77	-27,79
	b*(D65)	2,74	2,97	1,59	1,79	1,29	2,08
<i>Al</i> Verde 6200	L*(D65)	20,17	21,75	20,71	21,62	21,30	21,11
	a*(D65)	-11,98	-10,91	-11,78	-11,45	-11,56	-11,54
	b*(D65)	-0,08	-0,36	-0,05	-0,37	-0,51	-0,27
<i>Al</i> Carvalho	L*(D65)	52,92	53,46	53,44	53,76	53,61	53,44
	a*(D65)	13,20	13,01	13,00	12,98	12,99	13,04
	b*(D65)	27,80	27,15	27,05	27,06	27,01	27,21
<i>Al</i> Nogueira	L*(D65)	29,24	29,51	29,44	29,57	29,11	29,37
	a*(D65)	16,76	16,58	16,59	16,45	16,87	16,65
	b*(D65)	25,24	24,47	24,68	24,30	25,27	24,79
<i>Al</i> Castanho	L*(D65)	19,20	19,42	19,81	19,14	19,84	19,48
	a*(D65)	8,86	8,70	8,47	8,78	8,48	8,66
	b*(D65)	12,51	12,08	11,64	12,29	11,25	11,95
<i>Al</i> Bordô	L*(D65)	15,10	15,37	15,77	15,58	15,74	15,51
	a*(D65)	28,77	28,44	28,03	28,23	28,13	28,32
	b*(D65)	11,92	12,94	11,81	12,56	12,32	12,31

## Teste de Escorrimento / Flacidez

Na Figura 48 está representado o cartão utilizado no teste de escorrimento para os vários produtos.

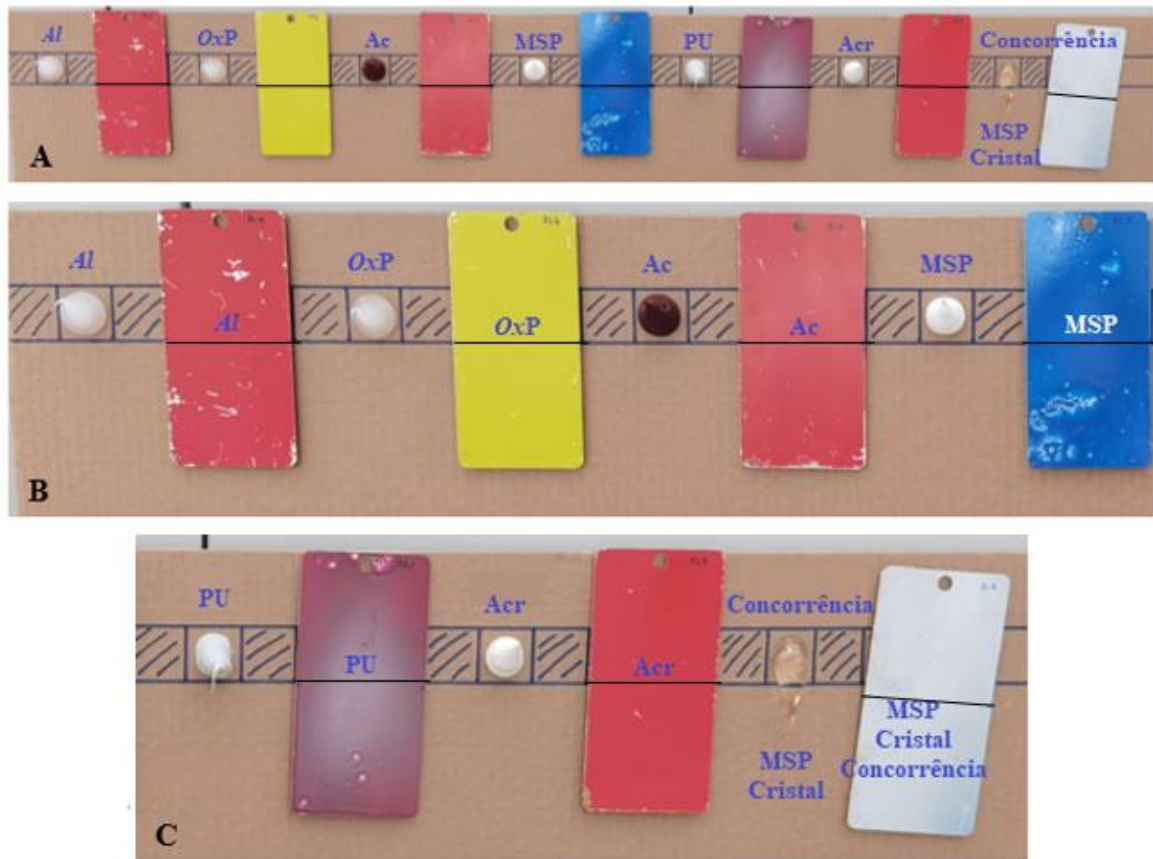


Figura 48 – A: Cartão utilizado no teste de escorrimento, B: Ampliação da imagem inicial (A) para os silicones Al, OxP e acético e para o SA MSP e C: Ampliação da imagem inicial (A) para o SA PU, selante acrílico e um SA MSP cristal da concorrência