



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS

Faculdade de Engenharia Mecânica

PAULO CÉSAR CORREDORI

**Pós Cura do Silicone Líquido Injetado
através de Irradiação por Forno de
Microondas**

CAMPINAS

2022

PAULO CÉSAR CORREDORI

Pós Cura do Silicone Líquido Injetado através de Irradiação por Forno de Microondas

Tese apresentada à Faculdade de Engenharia Mecânica da Universidade Estadual de Campinas, como parte dos requisitos exigidos para obtenção do título de Doutor em Engenharia Mecânica, na Área de Materiais e Processos de Fabricação.

Orientadora: Prof.^a DRA. CECÍLIA AMÉLIA DE CARVALHO ZAVAGLIA

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE À
VERSÃO FINAL DA TESE DEFENDIDA
PELO ALUNO PAULO CÉSAR
CORREDORI, E ORIENTADA PELA
PROFA. DRA. CECÍLIA AMÉLIA DE
CARVALHO ZAVAGLIA

CAMPINAS

2022

Ficha catalográfica
Universidade Estadual de Campinas
Biblioteca da Área de Engenharia e Arquitetura
Rose Meire da Silva - CRB 8/5974

C817p Corredori, Paulo César, 1966-
Pós cura do silicone líquido injetado através de irradiação por forno de microondas / Paulo César Corredori. – Campinas, SP : [s.n.], 2022.

Orientador: Cecília Amélia de Carvalho Zavaglia.
Tese (doutorado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica.

1. Borracha de silicone. 2. Silicones. 3. Elastômeros. 4. Microondas. I. Zavaglia, Cecília Amélia de Carvalho, 1954-. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Mecânica. III. Título.

Informações Complementares

Título em outro idioma: Liquid silicone rubber post cure through microwave oven irradiation

Palavras-chave em inglês:

Silicone rubber

Silicone

Elastomers

Microwaves

Área de concentração: Materiais e Processos de Fabricação

Titulação: Doutor em Engenharia Mecânica

Banca examinadora:

Cecília Amélia de Carvalho Zavaglia [Orientador]

Carmen Gilda Barroso Tavares Dias

Márcia Cristina Branciforti

Eliana Aparecida Rezende Duek

Marcos Akira D'Ávila

Data de defesa: 14-12-2022

Programa de Pós-Graduação: Engenharia Mecânica

Identificação e informações acadêmicas do(a) aluno(a)

- ORCID do autor: <https://orcid.org/0000-0001-5896-8311>

- Currículo Lattes do autor: <https://lattes.cnpq.br/2342461315070831>

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
COMISSÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS E PROCESSOS DE FABRICAÇÃO**

TESE DE DOUTORADO ACADÊMICO

Pós Cura do Silicone Líquido Injetado através de Irradiação por Forno de Microondas

Autor: Paulo César Corredori

Orientadora: Prof.^a Dr.^a Cecília Amélia de Carvalho Zavaglia

A Banca Examinadora composta pelos membros abaixo, aprovou esta Tese:

Prof.^a Dr.^a Cecília Amélia de Carvalho Zavaglia
Departamento de Engenharia de Manufatura e Materiais/FEM/UNICAMP

Prof.^a Dr.^a Carmen Gilda Barroso Tavares Dias
UFPA - Universidade Federal do Pará / Engenharia Mecânica

Prof.^a Dr.^a Márcia Cristina Branciforti
Escola de Engenharia de São Carlos/ SMM-EESC-USP

Prof.^a Dr.^a Eliana Aparecida Rezende Duek
PUC-SP-Pontifícia Universidade Católica de São Paulo

Prof.^o Dr. Marcos Akira D'Ávila
Departamento de Engenharia de Manufatura e Materiais/FEM/UNICAMP

A Ata de Defesa com as respectivas assinaturas dos membros encontra-se no SIGA/Sistema de Fluxo de Dissertação/Tese e na Secretaria do Programa da Unidade.

Campinas, 14 de dezembro de 2022.

*Aos meus pais Luiz e Nair pela vida e à toda a
minha família pelo apoio e, à minha esposa
Vadislava e nossa filha Giovanna por sempre
me apoiarem.*

Agradecimentos

Agradeço primeiro de tudo a Deus, por ter me dado à vida e uma ótima família com preceitos rigorosos de honestidade, trabalho e virtude, pela minha saúde, determinação, força e coragem suficiente para enfrentar todos os desafios que esta vida.

Agradeço a todos da minha família, em especial a meus pais Luiz e Nair que sempre exigiram o melhor e o máximo de mim, agradeço a minha esposa Vadislava pela paciência e apoio e minha filha Giovanna que é a total razão deste meu esforço.

Em especial, agradeço imensamente minha orientadora Profa. Dra. Cecília Zavaglia, pela sua sabedoria, perseverança, competência, paciência e pela confiança.

Também agradeço em especial, a Prof.^a Dr.^a Carmen Gilda Barroso Tavares Dias, pela educação, respeito, didática e enorme conhecimento no tema pesquisado, colaborando sem restrições com sua sabedoria.

Agradeço ao Prof.^o Dr. Marcos Akira D'Ávila, pois seus ensinamentos de reologia e injeção de polímeros, pois são utilizados diariamente na minha vida profissional.

Agradeço em especial à UNISO – Universidade de Sorocaba / LaBNUS – Laboratório de Biomateriais e Nanotecnologia da Universidade de Sorocaba, nas pessoas dos Srs. Prof. Dr. Fernando Batain e Prof. Dr. Marco Chaud pelo enorme suporte e ajuda com minha pesquisa nos ensaios de DSC e opiniões muito valiosas.

Agradeço a empresa AFINKO Soluções em Polímeros Ltda, a empresa SIEZZO Compostos de Borracha Ltda e a empresa EBOCAM Super Flutuadores Ltda pelo suporte nos químico-físico-mecânicos.

Agradeço meu irmão Prof. Eng.^o Sidnei Corredori e meus amigos Prof. Eng.^o Luiz Cláudio Furlan e o Eng.^o Elias Nascimento, pela ajuda na adaptação e configuração de controle eletrônico de temperatura do forno de microondas.

Agradeço a empresa Momentive Performance Materials Indústria de Silicones Ltda., pela doação dos corpos de provas e materiais técnicos nas pessoas do Eng.^o MSc Ricardo Mendes, Tec. Paulo da Luz e do Eng.^o Rogério Portella.

Agradeço a empresa Silikon Brasil Ltda, na pessoa do Sr. Riccardo A. Colbachini, pela ajuda, testes e preparação das amostras e ensinamentos na qual foram determinantes para esta pesquisa.

*“Talvez não tenha
conseguido fazer o melhor,
mas lutei para que o melhor
fosse feito. Não sou o que
deveria ser, mas Graças a
Deus, não sou o que era
antes”.*

Marthin Luther King

RESUMO

Tem-se utilizado borrachas de silicone em diversas funções automotivas, de motores a combustão e eletrificação, além de aplicações na área aeroespacial, linha branca e de utensílios de cozinha. O objetivo geral deste trabalho, foi a aplicação da borracha de silicone líquido (LSR - *liquid silicone rubber*) no setor automotivo, baseando-se na aplicação de bobinas de ignição de alta tensão (28 kV). O LSR é bicomponente de cura rápida a temperatura ambiente, que pode ser facilmente misturado e necessita de tratamento de pós cura para atingir as propriedades requeridas. Neste trabalho comparou-se a pós-cura por 4h a 200°C em forno elétrico com a ocorrida em forno de microondas, em diversos tempos a 100°C. Termogramas sob atmosfera inerte e oxidante em DSC de amostras parcialmente curadas a 100°C apresentaram transições secundárias a 90 °C e início de degradação a 280°C. Foi adotado então a pós-cura por 4h a 200°C em forno elétrico e em forno de microondas a 100°C. A estabilidade térmica em TGA/DTG aumentou com o tempo de permanência no microondas de 296°C por 15min para 412°C por 2h, superando a estabilidade de 329°C de amostras que permaneceram por mais tempo em forno elétrico. Todas apresentaram resíduos estáveis à 800°C acima de 76%, referente ao teor de material inorgânico presente em suas composições. Bandas de absorção sob FTIR comprovaram a pós cura ideal para o silicone, difratogramas de DRX apresentaram o halo amorfo característico da borracha. As propriedades reométricas mantiveram-se dentro da variação reticular permissível para todos os procedimentos. Todos os resultados físico-mecânicos mantiveram-se dentro do especificado, densidade nominal de 1,13 g/cm³ (1,13 g/cm³ a 1,21 g/cm³); suportando tensão de ruptura em 11,40 MPa (5,40 a 11,40 MPa); resistência nominal ao rasgo de 39 N/mm (34 a 39 N/mm); efeito de memória elástica de 21,6 a 23,3% sob compressão; dureza de 60 Shore (52 a 68 Shore A) rigidez dielétrica de 36 a 38 kV/mm. Neste trabalho foi selecionando o tratamento por microondas por 15 minutos a 100 °C. Destaca-se que o uso de forno de microondas reduz consideravelmente o tempo e a temperatura de processo, levando a uma redução do consumo de energia elétrica.

Palavras-chave: Borracha de silicone líquido, pós-cura por radiação em forno de microondas, comportamento mecânico, análises térmicas, ensaio de alta tensão elétrica

ABSTRACT

Silicone rubbers have been used in several automotive functions, such as combustion and electrification engines, in addition to applications at aerospace, white goods and kitchenware areas. The general objective of this work was the application of liquid silicone (LSR - liquid silicone rubber) in the automotive sector, based on the application of high voltage ignition coils (28 kV). LSR is a two-component room-temperature fast-curing, easily mixable and requires post-cure to achieve the desired properties. In this work was compared an electric oven post-curing for 4 hours at 200 °C with those made in a microwave oven, at different times at 100 °C. Absorption bands under FTIR, proved the ideal post cure for Silicone, XRD diffractograms showed the characteristic amorphous halo of rubber, rheometric properties remained within the permissible reticular variation for all procedures. All the physical-mechanical results remained within the specified, nominal density of 1.13 g/cm³ (1.13 g/cm³ to 1.2091 g/cm³); withstanding the tensile strength at 11.40 MPa (5.40 to 11.40 MPa); the nominal tear strength of 39 N/mm (34 to 39 N/mm); the elastic memory effect of 21.6 to 23.3% under compression; the hardness of 60 Shore A (52 to 68 Shore A) and the dielectric strength of 36 to 38 kV/mm. In this work, it was selected the microwave treatment for 15 minutes at 100 °C. It is noteworthy that the use of a microwave oven considerably reduces the time and temperature of the process, leading to a reduction of the electrical energy consumption.

Keywords: Liquid silicone rubber, microwave radiation post-curing, mechanical behavior, thermal analysis, high voltage electrical test.

Lista de figuras

Figura 1: Estrutura fundamental do silicone	32
Figura 2: Estrutura da borracha MQ	32
Figura 3: Estrutura da borracha VMQ	33
Figura 4: Estrutura da borracha FMQ	33
Figura 5: Esquema químico da borracha FMQ	36
Figura 6: Componentes do silicone	37
Figura 7: Cura de silicone platínico	38
Figura 8: Cura de silicone peróxido	40
Figura 9: Estrutura química da borracha de silicone líquido	44
Figura 10: Silicone Líquido – LSR vantagens e desvantagens	45
Figura 11: Silicone sólido / em massa - HCR	47
Figura 12: Silicone Líquido - LSR	49
Figura 13: Molde para processo de moldagem convencional por compressão	50
Figura 14: Molde para processo de moldagem por transferência	51
Figura 15: Moldagem por injeção de borracha líquida de silicone	53
Figura 16: Etapas da injeção	55
Figura 17: Injetora Arburg horizontal	56
Figura 18: Injetora do tipo prensa vertical	57

Figura 19: Molde de injeção de injetora horizontal.....	58
Figura 20: Fases da injeção de silicone líquido LSR.....	58
Figura 21: Molde de compressão peças.....	59
Figura 22: Molde de compressão calçados	59
Figura 23: Molde de compressão de silicone / rebarbas.....	60
Figura 24: Molde de compressão de silicone / rebarbas.....	61
Figura 25: Estruturas de fabricação LSR.....	63
Figura 26: Estruturas de fabricação HCR.....	64
Figura 27: Forno de pós-cura elétrico e ventilado	65
Figura 28: Forno de pós cura microondas.....	66
Figura 29: Dureza pós-cura convencional.....	71
Figura 30: Resistência à tração pós-cura convencional.....	72
Figura 31: Resistência ao alongamento pós-cura convencional	72
Figura 32: Gráfico do espectro eletromagnético.....	74
Figura 33: Fórmula de permissividade e permeabilidade	75
Figura 34: Forno microondas adaptado.....	77
Figura 35: Curva de calibração da potência do forno adaptado.....	78
Figura 36: Medição de temperatura béquer com 100ml.....	80
Figura 37: Fluxograma experimental	81
Figura 38: Bobina de ignição	84
Figura 39: Processo de fabricação das amostras.....	85

Figura 40: Amostras da borracha de silicone.....	86
Figura 41: Amostras corpo de prova	86
Figura 42: Forno de pós-cura convencional.....	87
Figura 43: Planta baixa do forno convencional	88
Figura 44: Esquema de adaptação do forno de microondas.....	89
Figura 45: Forno de microondas adaptado	90
Figura 46: Desvio padrão da escolha das 5 amostras para pós-cura.....	90
Figura 47: Amostras funcionais pós-curadas no forno microondas	91
Figura 48: Esquema de injeção e retirada da amostra para densidade	92
Figura 49: Amostra da injeção para teste de densidade	92
Figura 50: Corpo de prova de ensaio de densidade	93
Figura 51: Medidor de densidade	94
Figura 52: Geometrias do corpo de prova resistência à tração e alongamento.....	95
Figura 53: Corpos de prova resistência à tração e alongamento.....	95
Figura 54: Teste de tração conforme DIN 53504 S2	96
Figura 55: Geometrias do corpo de prova de ensaio de força de rasgo.....	97
Figura 56: Corpo de prova de ensaio de força de rasgo	97
Figura 57: Teste de alongamento	98
Figura 58: Desenho dos corpos de prova de ensaio de compressão.....	99
Figura 59: Corpos de prova de ensaio de compressão.....	99
Figura 60: Ensaio de compressão	100

Figura 61: Medição dos ensaios de compressão	101
Figura 62: Corpos de prova de ensaio de dureza	101
Figura 63: Ensaio de dureza.....	101
Figura 64: Amostras A, B, C, D e E para análises físico-químicos.....	103
Figura 65: Espectros IR do LSR	105
Figura 66: Fotos do reômetro utilizado nos ensaios	108
Figura 67: Montagem final bobina + capa de silicone + vela	109
Figura 68: Amostras pós cura no forno microondas.....	110
Figura 69: Equipamento de ensaio de rigidez dielétrica	111
Figura 70: Dispositivo de montagem test upload	112
Figura 71: Esquema da montagem test upload	112
Figura 72: Bancada de test upload.....	113
Figura 73: Medições dos ensaios de densidade	115
Figura 74: Medição dos ensaios de tração	116
Figura 75: Medição dos ensaios de alongamento	116
Figura 76: Gráfico do ensaio força de rasgo	117
Figura 77: Medição dos ensaios de compressão	119
Figura 78: Medição das durezas	120
Figura 79: Resultado das durezas	121
Figura 80: Termograma das amostras A	123
Figura 81: Termograma das amostras A, B, C, D e E	123

Figura 82: Pico amostra D.....	124
Figura 83: Pico amostra D e E	124
Figura 84: Pico amostra E – 1º Aquecimento	125
Figura 85: Pico amostra E – 2º Aquecimento	125
Figura 86: Espectros no infravermelho da amostra A	126
Figura 87: Espectros no infravermelho da amostra E	127
Figura 88: Espectros no infravermelho da amostra A, B, C, D e E.....	127
Figura 89: Curvas TG e DTG da amostra A	128
Figura 90: Curvas TG e DTG da amostra B	129
Figura 91: Curvas TG e DTG da amostra C	129
Figura 92: Curvas TG e DTG da amostra D.....	130
Figura 93: Curvas TG e DTG da amostra E.....	130
Figura 94: Comparação das curvas TGA e DTG das amostras A, B, C e D.....	131
Figura 95: Difratoograma de raio-x da amostra A.....	132
Figura 96: Difratoograma de raio-x da amostra B.....	133
Figura 97: Difratoograma de raio-x da amostra C.....	133
Figura 98: Difratoograma de raio-x da amostra D.....	134
Figura 99: Difratoograma de raio-x da amostra E	134
Figura 100: Gráfico reométrico da amostra A	135
Figura 101: Gráfico reométrico da amostra B	136
Figura 102: Gráfico reométrico da amostra C	137

Figura 103: Gráfico reométrico da amostra D.....	138
Figura 104: Gráfico reométrico da amostra E.....	139
Figura 105: Amostra D e E com furo de fuga de tensão	140

Lista de tabelas

Tabela 1: Estudo econômico comparativo de produção de peças entre LSR x HCR....	62
Tabela 2: Estudo econômico comparativo de investimentos entre LSR x HCR.....	62
Tabela 3: Substâncias geradas no pós-cura do silicone	68
Tabela 4: Frequências do espectro eletromagnético	76
Tabela 5: Determinação da potência do forno adaptado	78
Tabela 6: Display de potência de um forno de microondas	80
Tabela 7: Data sheet TM LSR 2660 ZKS.....	83
Tabela 8: Tabela tempo x temperatura pós-cura.....	87
Tabela 9: Massas das amostras DSC	104
Tabela 10: Condições de ensaio de TG	107
Tabela 11: Condições da análise de DRX	108
Tabela 12: Medições dos ensaios de densidade	114
Tabela 13: Medições dos ensaios de compressão	118
Tabela 14: Tabela das medições das durezas	120
Tabela 15: Tabela de testes para ensaios.....	122
Tabela 16: Resumo dos ensaios de termogravimetria das amostras A, B, C, D e E....	131
Tabela 17: Resultado reométrico da amostra A.....	135
Tabela 18: Resultado reométrico da amostra B	136

Tabela 19: Resultado reométrico da amostra C	137
Tabela 20: Resultado reométrico da amostra D	138
Tabela 21: Resultado reométrico da amostra E.....	140
Tabela 21: Medições alta tensão das amostras D e E	141

Nomenclatura (Abreviaturas e siglas)

ASTM	- <i>American Society for Testing and Materials</i> (Sociedade Americana para Testes e Materiais)
Atm	- Atmosfera
BF ₃	- Tri fluoreto de boro
BfR	- <i>Bundesinstitut für Risikobewertung</i> (Instituto Federal Alemão de Avaliação de Riscos)
C	- Carbono
°C	- Graus Celsius
C-C	- Ligação Carbono-Carbono
CFR	- <i>Code of Federal Regulations</i> (Códigos das Regulamentações Federais da Inglaterra)
CH ₂	- Éter Dietílico
- CH ₂ CH ₂ CF ₃	- Trifluorpropilo
CH ₃	- Metil
Cm ³ /s	- Centímetro Cúbico por Segundo
CO ₂	- Dióxido de carbono
Δ	- Delta Número Grego
D ₄	- Dimetil tetrâmero
DIN	- <i>Deutsches Institut für Normung</i> (Instituto Alemão para Normatização)
DRX	- Difração de Raio X
DSC	- <i>Differential Scanning Calorimetry</i> (Calorimetria Exploratória Diferencial)
EPDM	- Terpolímero de Etileno Propileno Dieno
ε	- Constante dielétrica
eV	- Eletro Volt
FDA	- <i>Food and Drugs Administration</i> (Administração de Alimentos e Drogas)

FeCl ₃	- Cloreto de ferro
FMQ	- Borracha flúor silicone
FPM	- Fluorelastômero – Viton
FTIR	- Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier
g/cm ³	- Gramas por centímetro cúbico
GHz	- Giga Hertz
H	- Horas
H ₂ O	- Água
HCL	- Ácido clorídrico
HCR	- <i>High Consistency Silicone Rubber</i> (Borracha de Silicone Curada a Quente)
HFD-R	- <i>Phosphate-ester Based Fire Resistant Hydraulic Fluid</i> (Fluido hidráulico resistente ao fogo à base de fosfato-éster)
HFD-S	- <i>Phosphate-ester Water Free Synthetic Fluid</i> (Fluido Sintético Livre de Água de Ésteres de Fosfato)
HTV	- <i>High Temperature Vulcanizing</i> (Vulcanizável a Quente)
Hz	- Hertz
IR	- Espectroscopia infravermelha
IRHD	- <i>International Rubber Hardness Degrees</i> (Graus Internacionais de Dureza de Borracha)
ISO	- <i>International Organization for Standardization</i> (Organização Internacional para Normatização)
J	- Joules
Kcal/mol	- Kilocaloria por mol
Kg	- Quilograma
KHz	- Kilo Hertz
KOH	- Hidróxido de potássio
KTW	- <i>Kunststoffe im Trinkwasser</i> (Agência Federal Alemã de Água Potável)
kV	- Kilovolts
L	- Litros
LC	- Indutor / Capacitor

LIM	- Moldagem por Injeção de Líquido
LSR	- <i>Liquid Silicone Rubber</i> (Borracha de Silicone Líquido)
mm	- Milímetros
m ² /g	- Metro ao Quadrado por Grama
MEKP	- Peróxido de metiletil cetona
MHz	- Mega Hertz
MP	- Matéria-prima
MO	- Microondas
MPa	- Mega Pascal
MQ	- Metil silicone
NBR	- <i>Nitrile-Butadiene Rubber</i> (Borracha de Acrilonitrilo Butadieno)
N/mm	- Newton por milímetro
O	- Oxigênio
OH	- Hidroxila
OEM	- <i>Original Equipment Manufacture</i> (Fabricante de Equipamento Original)
%	- Porcentagem
P	- Peso
Pa	- Pascal
PA	- Poliamida
PEEK	- Poli éter-éter-cetona
PMQ	- Borracha fenil-vinil-siliconica
PP	- Polipropileno
PU	- Poliuretano
PVMQ	- Borracha metil-fenil-vinil-siliconica
R	- Cadeias R orgânicas
RAM	- <i>Radar Absorbing Material</i> (Material de Absorção de Radar)
RF	- Rádio Frequência
RIM	- Moldagem por Injeção e Reação
RTV	- <i>Room Temperature Vulcanizing</i> (Vulcanizável a Frio)
R ₂ SiO	- Silicone

s	- Segundo
Shore A	- Escala de Medição de Dureza de Borracha
SI	- Sistema Internacional de Unidades
Si	- Silício
-Si-O-Si-O-Si-O-	- Silício-Oxigênio-Silício
SiO ₂	- Cloreto de metilo com silício
Si-O	- Silício
SnCl ₄	- Cloreto de estanho
TeV	- Terá Elétrons Volt
TG	- Temperatura de transição vítrea
TGA	- <i>Thermal Gravimetric Analysis</i> (Análise Termogravimétrica)
THz	- Tera Hertz
TM	- Temperatura de fusão cristalina
UL	- <i>Underwriters Laboratories</i>
UL94	- Ensaio de Flamabilidade (Queima Horizontal)
UV	- Raios Ultravioleta
V	- Volts
VMQ	- Borracha metil-vinil-siliconica
VWB	- Volkswagen do Brasil
W	- Watts
WRAS	- <i>Water Regulations Advisory Scheme</i> (Regime Consultivo para Regulamentos da Água da Inglaterra)
XRD	- Difração de Raios X

Sumário

1. INTRODUÇÃO	27
1.1 Introdução geral	27
1.2 Motivação.....	28
1.3 Objetivos	29
1.3.1 Objetivo Principal	29
2. REVISÃO DA LITERATURA	30
2.1 Histórico do silicone	30
2.2 Silicone: processo de fabricação e transformação, propriedades, composição.....	31
i) Borracha de silicone – HTV (vulcanizável a alta temperatura).....	34
ii) Borracha de silicone – HCR (curada a quente)	34
iii) Borracha de silicone – RTV (vulcanizável a frio).....	35
iv) Borracha de silicone – LSR (borracha de silicone líquida)	35
2.3 Produção do silicone.....	35
i) Esquema químico de produção do silicone.....	36
ii) Produção do silicone líquido – LSR.....	37
2.4 Cura do silicone	38
i) Cura platínica	38
ii) Cura peróxido	39
iii) Cargas no silicone	40

2.5 Borracha de silicone líquido - LSR.....	41
2.5.1 Do que é feito o silicone líquido?	42
2.5.2 Estrutura química da borracha de silicone – LSR.....	43
2.5.3 Aplicações da borracha de silicone líquido – LSR	44
2.5.4 Propriedades físico-mecânicas da borracha de silicone líquido.....	45
2.6 Processo fabril entre silicone sólido e líquido.....	47
2.6.1 Processo fabril silicone sólido (compressão x transferência)	49
2.6.2 Processo fabril silicone líquido (injeção)	52
i) Benefícios da moldagem por injeção de LSR.....	54
ii) Condições operacionais da moldagem por injeção	54
iii) Máquina injetora de peças de silicone líquido	56
iv) Máquina prensa de peças de silicone sólido	57
v) Molde de injeção de silicone líquido.....	57
vi) Molde de compressão de silicone sólido.....	59
vii) Economia no processo fabril entre silicone líquido e sólido	61
viii) Processo de injeção do silicone líquido.....	62
2.7 Pós-cura	64
2.7.1 Porque aplicar pós-cura no silicone líquido	65
2.7.2 Quais os benefícios da pós-cura no silicone líquido – LSR.....	65
a) Pós-cura convencional.....	67
i) Pós-cura convencional do silicone líquido platínico	69

ii) Comportamento mecânico após a pós-cura convencional	71
b) Pós-cura do silicone líquido através da irradiação por microondas	73
i) O forno de microondas.....	75
ii) Adaptação do forno de microondas doméstico.....	77
iii) Calibração por temperatura da água do forno microondas adaptado.....	78
iii) Resultados da calibração	79
3. MATERIAIS E MÉTODOS	80
3.1 Matéria-prima escolhida.....	82
3.2 Fabricação de amostras e corpos de prova	84
3.2.1 Meios de fabricação.....	85
3.3 Ensaio físico-mecânicos após tratamento de pós-cura.....	91
3.3.1 Ensaio de densidade.....	92
3.3.2 Ensaio de resistência à tração e alongamento – DIN 53504 S2	95
3.3.3 Ensaio de Força de Rasgo - ASTM D624 die B	96
3.3.4 Ensaio de compressão – DIN ISO 815	98
3.3.5 Ensaio de dureza – DIN 53505	100
3.4 Ensaio físico-químicos após o tratamento de pós-cura.....	102
3.4.1 Identificação das amostras.....	103
3.4.2 Ensaio de DSC - Calorimetria Exploratória Diferencial	104
3.4.3 Ensaio de FTIR – Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier.....	105
3.4.4 Ensaio de TG – Termogravimetria	106

3.4.5	Ensaio de DRX – Difração de raios-x	107
3.4.6	Ensaio de Reometria	108
3.5	Ensaio de alta tensão elétrica	109
4	– RESULTADOS E DISCUSSÃO	114
4.1	Resultados do ensaio de densidade	114
4.2	Resultados dos ensaios de resistência à tração e alongamento	115
4.3	Resultados de ensaio de força de rasgo	117
4.4	Resultados do ensaio de compressão	118
4.5	Resultados do ensaio de dureza.....	119
4.6	Discussão dos resultados físico-mecânicos	121
4.7	Resultados dos ensaios de DSC	123
4.8	Resultados do ensaio de FTIR.....	126
4.9	Resultados dos ensaios de TG.....	128
4.10	Resultados dos ensaios de DRX.....	132
4.11	Resultados do ensaio de Reometria	135
4.13	Resultados e discussão dos ensaios de alta tensão elétrica	140
5.	CONCLUSÕES.....	141
6.	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	143
7.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	144

1. INTRODUÇÃO

1.1 Introdução geral

O silicone LSR é uma borracha de silicone líquido injetado de dois componentes usada para moldagem por injeção, é translúcido podendo ser facilmente pigmentado e processado em uma proporção de mistura, tem alta estabilidade térmica, alta resistência dielétrica e excelente flexibilidade em baixas temperaturas.

Como as peças de silicone líquido são produzidas através do mesmo processo de injeção plástica, geram-se várias vantagens do silicone líquido sobre o sólido, como por exemplo peças já em suas geometrias finais, sem a necessidade de retrabalho, pois tal processo não gera grandes perdas e rebarbas, ao contrário dos moldes de compressão que geram grandes perdas e rebarbas que não poderão serem reaproveitadas, pois ambos são termofixos.

Os motores modernos híbridos (combustão + eletricidade), visam a redução de emissões de CO₂ e para isso, os fabricantes além de aumentarem o rendimento, reduziram o número de pistões, aumentaram a temperatura de queima e para isso, aumentaram também as condições elétricas tais como tensão das bobinas de ignição de hoje de 28 kV podendo chegar a 51kV, contra 10 kV no passado e com isso, a queima de combustível é otimizada. O silicone líquido injetado, também está sendo utilizado em revestimentos isolantes, o que é ideal para proteger fios e cabos de interferências térmicas e elétricas, fato esse que é e será muito útil no evento dos novos motores automotivos eletrificados.

1.2 Motivação

A motivação deste trabalho foi provar, que utilizando-se o silicone líquido injetado, pode-se ganhar tempo e reduzir perdas, sejam elas perdas referentes às gerações de rebarbas de processo fabril, como economia de energia elétrica, uma vez que a tendência da oferta de geração de energia sofra modificações significativas, como por exemplo de hidroelétricas / termoelétricas para eólica, solar, maremotriz etc., em um futuro não muito distante.

Além disso, face a uma excelente estabilidade dimensional e resistências a baixas e altas temperaturas, o Silicone Líquido torna-se interessante no que diz respeito a vedações de componentes eletroeletrônicos como caixa de comando, para veículos eletrificados, pois além de ter excelente propriedade de vedação, possui também excelente capacidade de troca térmica, sem perder geometria.

Também houve a necessidade de demonstrar que é possível fabricar componentes automotivos, médicos, eletrônicos de extrema complexidade técnica e geométrica com excelente estabilidade dimensional, que suportam temperaturas baixas como $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$ e altas como $300\text{ }^{\circ}\text{C}$, componentes estes como a Borracha Isolante da Bobina de Ignição de Alta Tensão, Vedação de Cabos, Isolação Térmica-Elétrica de Motores Eletrificados e Chicotes Elétricos, Vedações de Conectores Eletrônicos etc. Utilizando o Silicone Líquido Injetado - LSR como matéria-prima principal, tem-se com objetivos atender as seguintes características: ser sustentável, com redução de rebarbas; redução de custos (sem perdas e rebarbas, e tempo em ciclo de fabricação); eficiência energética (atender as novas exigências de 51 kV provenientes do evento de eletrificação automotiva).

1.3 Objetivos

1.3.1 Objetivo Principal

O objetivo principal deste trabalho, é provar que a pós-cura do silicone líquido injetado através de irradiação por forno de microondas, pode ser utilizada na indústria, tendo-se como vantagem uma considerável redução da temperatura e do tempo do processo, obtendo-se as mesmas características químico-físico-mecânicas do material que foi submetido ao processo de pós-cura convencional. Dessa forma, ocorre uma economia considerável no gasto em energia elétrica.

1.3.2 – Objetivos Específicos

Para atingir o objetivo principal, os seguintes objetivos específicos foram necessários:

- a) Fabricação de amostras funcionais
- b) Fabricação de corpos de prova para a realização de ensaios
- c) Realização de tratamento de pós-cura, de amostras e corpos de prova, em forno convencional (tempo e temperatura convencionais)
- d) Realização de tratamento de pós-cura, de amostras e corpos de prova, em forno em forno de microondas em diversas condições de tempo
- e) Caracterizações físicas, químicas e mecânicas dos corpos de prova produzidos
- f) Caracterizações elétricas das amostras funcionais produzidas

2. REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Histórico do silicone

Em 1823, o químico sueco Jacob Berzelius entre muitos componentes, conseguiu isolar o silício conseguindo sintetizar os primeiros clorosilanos. Por outro lado, o químico inglês Frederick Kipping (1863-1949) realizou vários estudos e várias pesquisas com polímeros de silício e criou o termo silicone, sendo considerado então o pai do silicone, GOMES (2001).

Foi em 1938 que o químico estadunidense, Dr. Eugene Rochow, pesquisador da “*General Electric®*”, começou a trabalhar nos metilsilicones, sendo que em 1940 através da redução do SiO_2 , obteve na presença de um catalisador de cobre, a reação do cloreto de metilo com silício, tendo o dimetildiclorosilano como o principal produto da reação, o qual foi hidrolisado resultando-se em uma mistura de polímeros lineares e cíclicos de baixa massa molar, fazendo tudo isso à um valor de produção acessível e tornando possível a industrialização do silicone.

Dentro do universo da evolução da borracha de silicone, temos ainda uma etapa importante que foi pesquisa realizada pelo químico e inventor estadunidense Dr. James Franklin Hyde em 1934, que adicionou aos cíclicos baixas quantidades de sólidos alcalinos obtendo-se uma excelente qualidade na borracha de silicone, que através da *Corning Glass Works* hoje *Dow-Corning Corp, DOW-CORNING®* (2021).

O primeiro desenvolvimento comercial da borracha de silicone ocorreu em 1944 (FINK, 2019). As características especiais da borracha de silicone, foram originadas de sua estrutura molecular única que carrega propriedades inorgânicas e orgânicas ao contrário de outras borrachas orgânicas.

Em outras palavras, devido à ligação Si-O da borracha de silicone e suas propriedades inorgânicas, essa borracha é superior às borrachas orgânicas comuns em termos de resistência ao calor, estabilidade química, isolamento elétrico, resistência à abrasão, resistência às intempéries e resistência ao ozônio. Com essas características únicas, a borracha de silicone tem sido amplamente utilizada para substituir produtos petroquímicos em várias indústrias, como aeroespacial, indústria de munições, automobilística, construção, elétrica e eletrônica, médica e indústria de processamento de alimentos (KUO&LIN, 2019), (JERSCHOW, 1998), (SHIT, S. & SHAH, 2013), (SIMMONS et. Al, 1997).

2.2 Silicone: processo de fabricação e transformação, propriedades, composição

A característica principal dos polímeros de silicone é a cadeia polimérica de átomos de silício e oxigênio em que os átomos de silício transportam dois radicais orgânicos, preferencialmente radicais metilo. As propriedades especiais da borracha de silicone estão relacionadas com a presença de pequenas quantidades de radicais vinilo, fenilo ou fluoroalquilo (GOMES, 2001).

O silicone é uma borracha sintética versátil usada em quase todos os setores para aplicações que variam de vedações e tubos a tintas ou filmes isolantes. Ao contrário de materiais orgânicos semelhantes, como látex de borracha natural, que têm uma estrutura de carbono para carbono, a estrutura de silício para oxigênio o torna estável, resistente a danos e flexível o suficiente para ser processado em produtos de uso final com uma variedade de propriedades em um amplo espectro de temperaturas positivas e negativas.

É simples observar a cadeia polimérica da borracha de silicone, apresentando átomos de oxigênio e silício com valências livres e neutralizadas pelos radicais orgânicos do átomo de silício R.

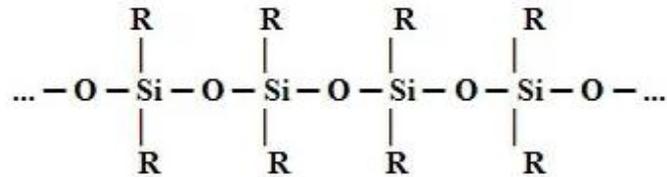


Figura 1: Estrutura fundamental do silicone
(Fonte: acervo próprio)

Também chamado de polímero de siloxano, o silicone faz parte da família de polímeros com misturas orgânicas e inorgânicas, tendo como fórmula química $[\text{R}_2\text{SiO}]_n$, sendo R um radical orgânico, como por exemplo etilo, fenilo ou metilo. Com radicais orgânicos ligados aos átomos de silício, estes compostos formam uma “espinha dorsal” inorgânica entre silício oxigênio silício ($\dots\text{-Si-O-Si-O-Si-O}\dots$) (BEZERRA, 2014).

Dado que os catalisadores da policondensação podem também iniciar a reação de despolimerização, eles têm que ser desativados por neutralização, depois que a reação de policondensação esteja completa (BENTES, 2008).

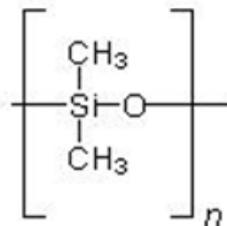


Figura 2: Estrutura da borracha MQ
(Fonte: acervo próprio)

A partir da adição de radicais vinilo na molécula de MQ (metil silicone), resulta-se a borracha VMQ (metil-vinil-siliconica). Este tipo de silicone, chama se vinil metil silicone e é produzido pelo processamento do silicone MQ (metil silicone) de modo que os grupos metil das moléculas são substituídos por vinil, como mostra na figura 3 (GOMES, 2001).

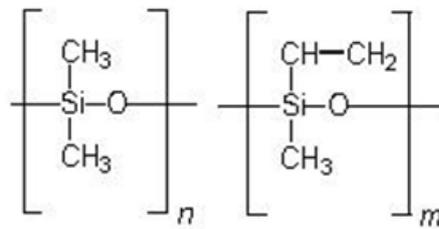


Figura 3: Estrutura da borracha VMQ
(Fonte: acervo próprio)

Quando somado na borracha de MQ (metil silicone) um radical metil em cada átomo de Si, obtém-se a borracha FMQ (metil fenil silicone), mais conhecido no mercado como fluorossilicone. Porém, existem outros compostos elastoméricos fluorados como FKM (fluoreto de vinilideno), FFKM (éter perflúor metil vinilo), mais conhecidos no mercado como *Viton*TM da empresa *Chemours*®. Ao adicionar flúor no nível molecular resulta em ligações mais fortes e ligações mais fortes significam que irá ocorrer menos reações químicas, resultando em um silicone com alta resistência química, conforme figura 4.

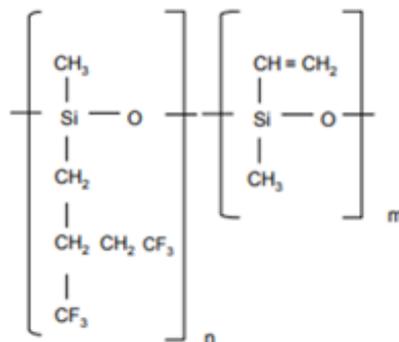


Figura 4: Estrutura da borracha FMQ
(Fonte: acervo próprio)

São quatro os tipos de borracha de silicone, o HTV (*High Temperature Vulcanizing*) ou vulcanizável a alta temperatura; o HCR (*Heat Cured Rubber*) ou borracha de silicone curada a quente; o RTV (*Room Temperature Vulcanizing*) ou vulcanizável a frio e por fim o LSR (*Liquid Silicone Rubber*) ou borracha de silicone líquida. As borrachas de silicone são normalmente vulcanizadas por calor, na presença de peróxidos orgânicos tais como o peróxido de bis-(2,4-diclorobenzoílo), peróxido de dibenzoílo, peróxido de dicumilo e o peróxido de 2,5-(-tert-butilperoxi) -2,5-dimetilhexano, a temperaturas de vulcanização superiores a 100 °C, entre 110 e 130 °C, entre 165 e 190 °C e entre 170 e 190 °C, assim respectivamente, com isso procura-se utilizar o tipo e quantidade de peróxido mais adequado para cada método de vulcanização

i) Borracha de silicone – HTV (vulcanizável a alta temperatura)

Chamada de borracha de silicone vulcanizável a quente ou somente de HTV, pode ser achada pronta no mercado ou como pode ser formulada e misturada na própria empresa de fabricação de peças de borracha.

ii) Borracha de silicone – HCR (curada a quente)

Também chamada de HCR ou como borracha curada por calor, trata-se de uma borracha de silicone formada por cadeias retas e com peso molecular bastante alto, normalmente curado através de um reticulador de peróxido orgânico ou platínico, este composto possui ótima resistência à temperatura e ao envelhecimento.

iii) Borracha de silicone – RTV (vulcanizável a frio)

A borracha de silicone com vulcanização a frio ou RTV é adquirida já pronta, podendo ser fornecida a partir de um ou a dois componentes. Caso seja utilizada a versão de dois componentes, a forma mais prática e segura de usar o RTV, é adicionando o reticulante à quantidade necessária para o uso, somente na ocasião em que o composto for necessário para a produção de peças, isto é, não pode ser misturado com antecedência.

iv) Borracha de silicone – LSR (borracha de silicone líquida)

A borracha de silicone líquida ou LSR (*Liquid Silicone Rubber*), é um composto de dois componentes que se misturam na relação de 1:1 e que pode ser vulcanizada entre 170 e 250 °C. A reticulação não é por peróxido, mas sim platínica, pois se trata de um processo por adição durante a qual, ao contrário do que acontece na vulcanização com peróxido, não se formam subprodutos na operação ainda assim, o LSR é vulcanizado facilmente em máquinas de injeção convencional.

2.3 Produção do silicone

Basicamente os silicones, tantos os de estado físico líquido, como os em estado físico sólido, são originados pelos mesmos métodos e mesma matéria-prima, diferenciando somente a viscosidade ou grau de polimerização. Isolar o silício da sílica é a primeira etapa na produção de silicone e isso é feito aquecendo um grande volume de areia de quartzo a

temperaturas de até 1.800 °C. O resultado é um silício puro e isolado, que irá se esfriar e depois se transformar em um pó fino. Para fazer silicone, este pó fino de silício é misturado com cloreto de metila e novamente aquecido, pois o calor provoca uma reação entre os dois componentes, formando o que é conhecido como metil clorosilano. O metil clorosilano é, na verdade, uma mistura que contém vários compostos, dos quais o mais predominante, o dimetildiclorosilano que é o composto principal de formação do silicone. Esta mistura requer um processo de destilação bastante complexo, no qual os vários componentes do metilclorossilano são separados uns dos outros. Como os diferentes clorossilanos têm diferentes pontos de ebulição, isso pode ser feito aquecendo a mistura a uma série de temperaturas precisas. O polidimetilsiloxano contém a ligação siloxano que é a base do silicone e a partir daí, o silicone é polimerizado utilizando-se vários métodos a partir das propriedades de cada composto. A primeiro plano, a produção de silicone parece bem complexa, mas na realidade é bastante simples.

i) Esquema químico de produção do silicone

Segue esquema químico de produção do silicone na figura 5.

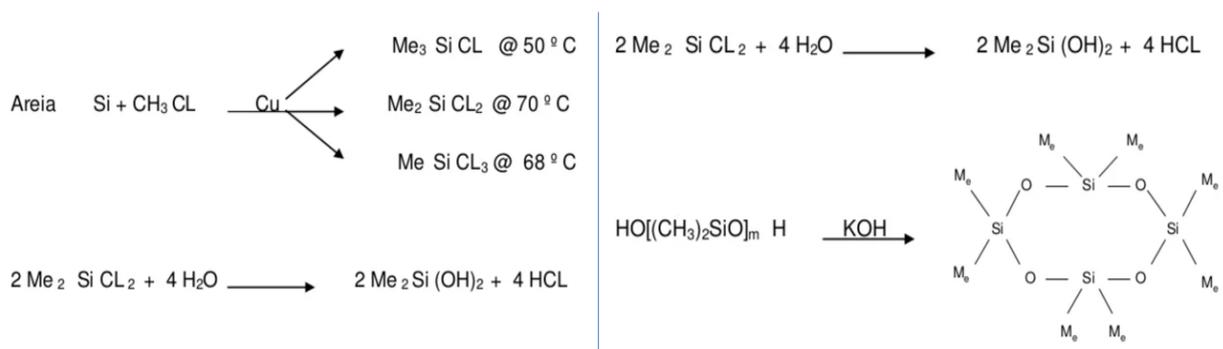


Figura 5: Esquema químico da borracha FMQ
(Fonte: arquivo próprio)

ii) Produção do silicone líquido – LSR

O silicone líquido é um polímero sintético feito do elemento químico silício e a diferença entre o silício e o silicone, é que o silício é o elemento químico bruto e o silicone é uma borracha derivada do silício. Em sua forma pura, o silício é muito quebradiço e duro com a forma de um sólido cristalino com brilho metálico cinza / azul e mesmo sendo um dos elementos químicos mais comum, ele jamais se forma como uma rocha na crosta terrestre, pois é mais frequentemente encontrado como sílica, óxido de silício que é a parte principal constituinte da areia.

O silicone líquido é feito principalmente de silício, mas também inclui oxigênio, hidrogênio e carbono e é um material sintético, viscoso e elástico, também conhecidos como borrachas. Os silicones são compostos formados por unidades repetidas de siloxano que é uma cadeia alternada de átomos de silício-oxigênio e que são combinados com hidrogênio e carbono, conforme figura 6.



Borracha Natural

O látex é colhido da seringueira, os Mesoamericanos transformaram isso em borracha



Silica

O dióxido de silício é chamado de sílica. É o principal composto da areia e a fonte mais comum de silício.



Silício

Este é o elemento químico puro Silício, tem uma estrutura cristalina e raramente se forma na natureza

Figura 6: Componentes do silicone
(Fonte: acervo próprio)

2.4 Cura do silicone

Quando se trata sobre cura de platina ou peróxido orgânico em polímeros de silicone, conclui-se que cura é quando a borracha de silicone é quimicamente reticulada por meio da adição de um agente de cura, seja ele peróxido ou platina, sendo peróxido a cura mais popular. Os agentes de cura diferem quimicamente para dar ao produto, neste caso de silicone, propriedades diferentes.

i) Cura platínica

As peças de silicone curadas com platina não amarelam e têm uma aparência mais clara do que o silicone curado com peróxido. É preferido pelas indústrias farmacêutica, de alimentos e bebidas devido à sua transparência e falta de subprodutos voláteis, bisfenol A etc. como demonstra a figura 7 (GARBIM, 2013).

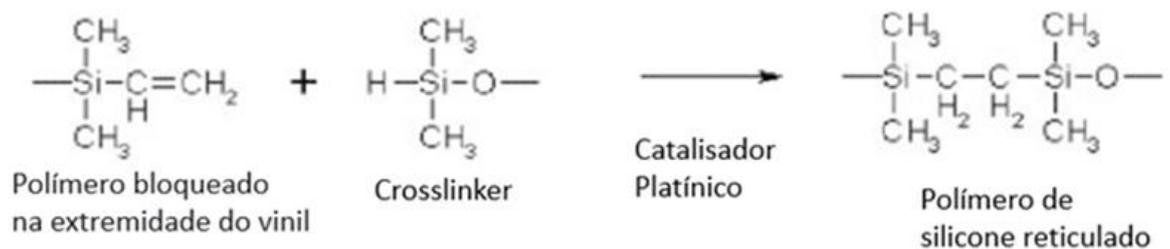


Figura 7: Cura de silicone platínico
(Fonte: arquivo próprio)

Esse tipo de silicone tem melhor resistência à tração e ao rasgo. Ele pode ser usado sem talco e é geralmente considerado o silicone mais limpo. No entanto, é mais difícil de manufaturar, uma vez que necessita de temperaturas bastante altas para curar. Para os fabricantes, o composto também é mais caro para comprar e, uma vez misturado, deve ser moldado até 24 a 36 h. Por ser um material puro e inerte, o silicone de cura platínica encontra aplicação em contato com tudo que não pode ser contaminado, como por exemplo produtos alimentícios e farmacêuticos, pois tal composto é isento de componentes que possam impactar a qualidade do produto farmacêutico (lixiviável) ou o risco de que produtos de natureza química agressiva possam de alguma forma extrair componentes prejudiciais à qualidade do medicamento (extraíveis). Para aproveitar ao máximo o potencial e as características do silicone de platina, é necessário instalar e certificar uma sala limpa classe 8 de acordo com a *ISO 14644-1* para garantir um produto feito com os procedimentos mais restritivos de limpeza, repetibilidade, ausência de contaminantes.

ii) Cura peróxido

As peças de silicone curadas com peróxido podem ser mais econômicas do que os tipos curados com platina, pois os componentes básicos são mais baratos para adquirir e, portanto, o produto acabado pode ser vendido a um preço mais baixo.

Também é mais fácil de produzir, graças às temperaturas mais baixas que são necessárias para curar o silicone. A cura por peróxido dá ao silicone uma vida útil mais longa e pode ser usado por um período mais longo. No entanto, ao contrário do composto de platina, o peróxido pode amarelar com o tempo, isso se deve ao catalisador de peróxido. A platina é muito mais clara e não contamina, ao contrário do grau de peróxido, conforme figura 8.

Crosslink

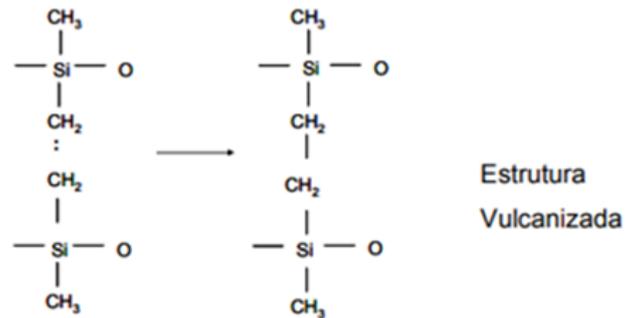


Figura 8: Cura de silicone peróxidos
(Fonte: Elastotec)

iii) Cargas no silicone

Devido ao fato das peças e aplicações de silicone em suportar demandas cada vez mais altas em relação às temperaturas baixas e elevadas, cargas elétricas cada vez maiores e vários ataques químicos durante a vida útil, faz com que os fabricantes de silicone busquem soluções técnicas visando atender as demandas do mercado, fazendo com que as cargas como por exemplo a sílica pirogênica, que é produzida através da pirólise do tetracloreto de silicone, na presença de hidrogênio e oxigênio.

Lembrando que as partículas de sílica pirogênica são amorfas, mas quando fundidas entre si, formam estrutura através da interação química com o Si-O da cadeia polimérica, o que resulta em poder reforçante de grande importância nas propriedades mecânicas das peças finais. Com base no tamanho das partículas, segue a seguir classificação informada e utilizada pelos fabricantes de borracha de silicone líquido, sendo as cargas funcionais (reforçantes e semi-reforçantes), são aquelas que proporcionam graus de reforço ao composto, ao contrário

das cargas não funcionais (diluentes e internas), que não proporcionam reforço, mas sim auxiliam na formulação química e formação das cadeias durante a reticulação.

Cargas reforçantes: partículas de 10 a 100 nm (negro de fumo, quartzo, sílica, carbonato de magnésio etc.).

Cargas semi-reforçantes: partículas de 10 a 1.000 nm (caulim, carbonato de cálcio precipitado etc.).

Cargas inertes: partículas maiores que 5.000 nm (celulose em pó, diatomita, carbonato de cálcio natural).

Cargas diluentes: partículas de 1000 a 5.000 nm (grafite, barita, talco).

Outras cargas como óxido de ferro vermelho e o dióxido de titânio, também são aplicados nos compostos de borracha de silicone, como estabilizador térmico em peças aplicadas a altas temperaturas e ainda, a alumina hidratada que melhora a resistividade elétrica e resistência a inflamabilidade; o negro de fumo de finas partículas, funciona como elemento condutivo (GARIBIM, 2013).

2.5 Borracha de silicone líquido - LSR

A borracha de silicone líquido-LSR, é um silicone bicomponente curado com platina de alta pureza, idealmente formulado para a produção de peças técnicas, onde força, resistência e alta qualidade são essenciais. São materiais viscosos, mas bombeáveis, principalmente processados por meio de moldagem por injeção de líquido. A borracha de silicone líquida faz parte da família dos elastômeros termofixos que possuem uma estrutura de átomos alternados de silício e oxigênio com grupos laterais metil ou vinil.

O processo de moldagem por injeção de silicone líquido, resulta em peças com excelente grau de qualidade, ao contrário das peças fabricadas através da utilização de borrachas de uso comum como NBR. A pós-cura é o processo responsável pela solidificação de todos os termofixos ativados por calor, incluindo borracha de silicone líquido, é uma reação química exotérmica e irreversível, sendo que no caso da borracha de silicone líquida é quase exclusivamente realizada por meio de uma reação de hidrossililação catalisada por platina, que não gerando subprodutos.

O processo de cura de fabricação de peças de silicone melhora as propriedades gerais do produto e oferece resistência ao calor e ao ar quente (180 °C, estabilizado até 250 °C, curto prazo até 300 °C). Isso ocorre devido ao fato de que a borracha de silicone líquida não se funde com o aquecimento.

A presença de grupos metil em borrachas de silicone tornam esses materiais extremamente hidrofóbicos. Além disso, a borracha de silicone líquida (LSR) tem altas resistências ao envelhecimento e química, inércia biológica, lubricidade inerente, pureza, transparência e compatibilidade fisiológica. A adição de agentes de ligação química durante a reticulação resulta em boa adesão em substratos como termoplásticos, aço ou alumínio e que juntamente com sua capacidade de resistir a processos de esterilização, torna o LSR ideal ao fazer peças de silicone para muitos usos médicos.

2.5.1 Do que é feito o silicone líquido?

O silicone é um polímero sintético gerado a partir do elemento químico silício, sendo que a diferença entre o silício e o silicone é que o silício é um elemento químico bruto e o silicone uma borracha derivada principalmente do silício, mas também inclui oxigênio,

hidrogênio e carbono. Em sua forma pura, o silício é muito quebradiço e duro, sendo que ele se forma como um sólido cristalino com um brilho metálico cinza azul metálico.

Apesar de ser o oitavo elemento mais comum no universo, o silício muito raramente se forma como um sólido na crosta terrestre. O silício é mais frequentemente encontrado como sílica, que é um óxido de silício e que é também a parte principal constituinte da areia.

É um material sintético e possui viscoelasticidade, o que significa que é viscoso e elástico. Os materiais que apresentam viscoelasticidade são geralmente conhecidos como borrachas. A borracha de silicone é categorizada como um elastômero sintético porque o polímero de silicone é feito pelo homem e exibe propriedades elásticas. Os silicones são compostos constituídos por unidades repetidas de siloxano, uma cadeia alternada de átomos de silício-oxigênio, que são combinados com hidrogênio e carbono.

2.5.2 Estrutura química da borracha de silicone – LSR

A borracha de silicone líquida é um produzido a partir de dois componentes (A+B), e possuem longas cadeias de polissiloxano. O componente A contém um catalisador de platina e o componente B contém metil-hidrogenossiloxano como reticulador. O principal diferenciador entre borracha de silicone líquida (LSR) e borracha de alta consistência (HCR) é a fluidez, enquanto o HCR é termoendurecível e necessita ser pré-aquecido para posterior moldagem, já a moldagem por injeção de borracha de silicone líquido requer somente o bombeamento e a mistura, enquanto mantém o material em baixa temperatura antes de ser empurrado pela rosca da injetora para a cavidade aquecida e vulcanizado, conforme figura 9.

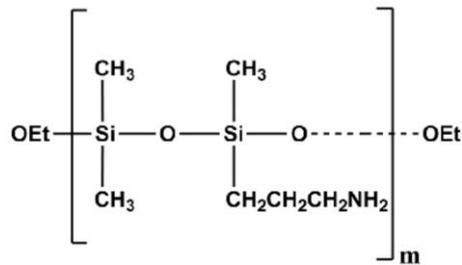


Figura 9: Estrutura química da borracha de silicone líquido
(Fonte: acervo próprio)

2.5.3 Aplicações da borracha de silicone líquido – LSR

Dependendo da aplicação ou uso industrial, a borracha de silicone líquido oferece várias vantagens. Em primeiro lugar, é altamente biocompatível, o que significa que pode ser usado em partes que entram em contato com humanos, para aplicações como partes de órgãos ou próteses. Em segundo lugar, é muito durável e, portanto, garante estabilidade e resistência química a longo prazo. Terceiro, também é compatível com um amplo espectro de temperaturas, de -60 °C a + 250 °C, mantendo suas propriedades mecânicas de alto desempenho em todos os momentos. Quarto, suas propriedades elétricas o tornam ideal para isolamento e proteção precisa de condutividade.

Finalmente, é transparente e muito fácil de ser pigmentado para harmonizar com todas as necessidades de cores, incluindo tons de pele humana. A borracha de silicone líquido também é considerada um excelente material para indústrias como automotiva como conectores, membranas, juntas, vedações e na indústria médica como tubo de cateter, dispositivos de contato com a pele, componentes da válvula do coração etc.

Nesses casos, a moldagem por injeção de líquido de LSR (*Liquid Silicone Rubber*), se torna um dos processos mais eficientes, conforme figura 10.

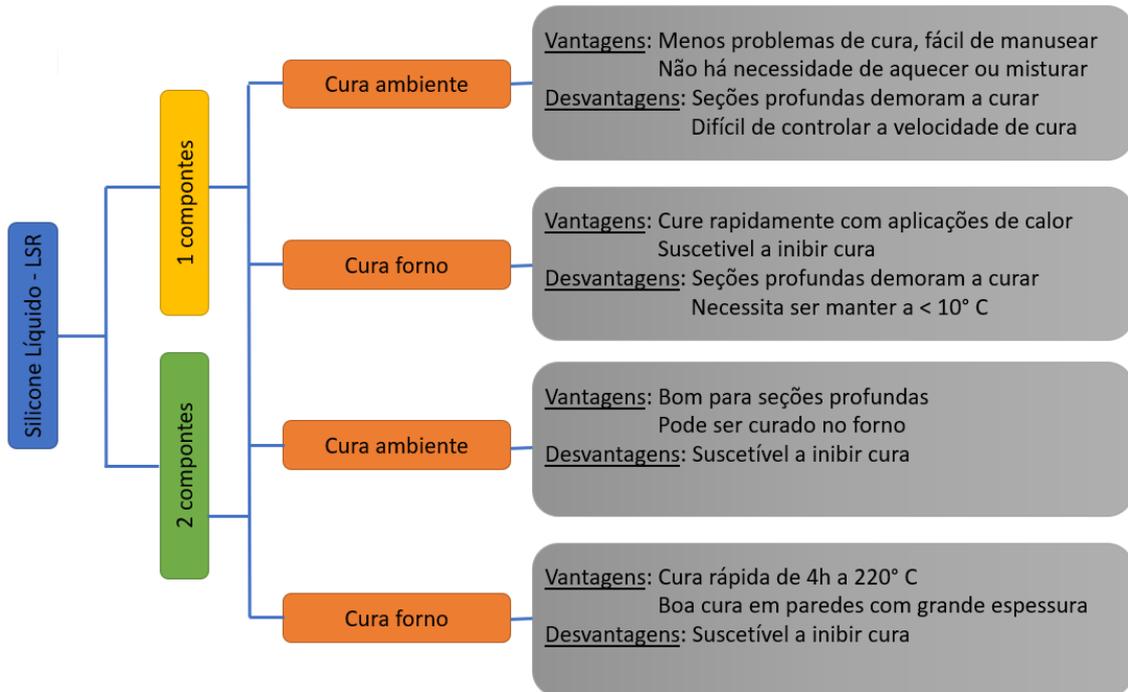


Figura 10: Silicone Líquido – vantagens e desvantagens
(Fonte: acervo próprio)

2.5.4 Propriedades físico-mecânicas da borracha de silicone líquido

Vários graus de borracha de silicone têm diferentes propriedades, sendo essa versatilidade é uma das razões pelas quais o LSR (*Liquid Silicone Rubber*) é usado em tantas aplicações diversas.

Quer precise de um produto médico ou alimentício que ofereça resistência superior a bactérias, ou um componente automotivo que possa suportar calor e vibração excessivos, as propriedades mecânicas do silicone líquido o tornam um excelente ponto de partida.

As propriedades específicas do material do LSR (*Liquid Silicone Rubber*) são resultado de sua estrutura química única. Seu *backbone* (espinha dorsal) é formado por uma série de ligações de siloxano que, em comparação com as ligações de carbono, são mais fortes e estáveis, fornecendo produtos de borracha de silicone líquido com:

Desempenho superior na faixa de temperatura → Os produtos de silicone líquido possuem uma ampla faixa de temperatura, não se alongam em altas temperaturas e permanecem flexíveis em temperaturas tão baixas quanto $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ e alta como $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ e é esta alta estabilidade térmica que torna as peças adequadas para aplicações com extrema exigência técnica.

Estabilidade química → As peças de borracha de silicone líquido são quimicamente inertes, hipoalergênicas e resistentes ao crescimento de bactérias, apresentando também alta biocompatibilidade, o que as tornam adequadas para aplicações em saúde.

Resistência elétrica → Oferece alta resistência à *Corona Discharge* (descarga corona), tornando-o uma boa escolha para uso como isolante em aplicações de alta tensão.

Resistência geral → São protegidas contra ozônio, raios ultravioletas, resistência à compressão, retardância de chama, vibração, corrosão, mofo, bactérias, vapor e umidade.

2.6 Processo fabril entre silicone sólido e líquido

i) Silicone sólido:

A matéria-prima do produto de silicone sólido é principalmente inteira e solidificada, sendo que o fabricante dos componentes precisa usar um rolo para aquecê-lo até a fase pastosa durante o processamento e no processamento, o molde é aquecido em um dispositivo à alta temperatura e depois moldado em uma prensa de vulcanização plana para se obter um produto acabado, conforme figura 11.



Figura 11: Silicone sólido / em massa - HCR
(Fonte: acervo próprio)

Os principais materiais utilizados para a produção de produtos de silicone, além do próprio silicone são, agentes de vulcanização e pigmentos de cor. O mais vantajoso em comparação com o processo de moldagem por injeção é o custo mais baixo. Os moldes de silicone sólido são tecnicamente simples em relação aos do silicone líquido na indústria.

Os moldes são compostos de muitas cavidades (cerca de 64), com isso a produção é alta, porém a principal desvantagem é que a operação manual é problemática, a linha de molde de desmoldagem não tem a mesma perfeição de peças acabadas em comparação à borracha de silicone líquido.

ii) Silicone líquido:

O silicone líquido é moldado por injeção diretamente na cavidade, sendo o processo de moldagem por injeção automática. O processo principal é o carregamento através da rosca, a temperatura do molde, movimentação da parte móvel, força de fechamento, sendo tudo automatizado não sendo necessário operador dedicado. O produto é basicamente processado e encerrado dentro do molde, portanto, o efeito de proteção da aparência do produto é extremamente alto, bem como a velocidade de processamento.

Para evitar possíveis contaminações no caso das aplicações médicas, se faz necessário escolher um agente de vulcanização rápido para manter a proteção ambiental, como nas salas limpas. Para produtos que entram em contato com a pele humana, a tecnologia empregada é alta e com custos mais elevados nos produtos de silicone líquido. Nesse caso, as desvantagens são o desenvolvimento de molde caro e produção de pequenos lotes. Segue figura 12, demonstrando o silicone líquido a ser injetado.



Figura 12: Silicone Líquido - LSR
(Fonte: acervo próprio)

2.6.1 Processo fabril silicone sólido (compressão x transferência)

Compressão: A fabricação de peças obtidas através de um molde de compressão, considerando peças em borracha, é um dos mais utilizados e antigos também. Nesse processo, utiliza-se um molde de compressão simples que é formado por duas matrizes, sendo a parte fixa e a parte móvel e que sua função é levar a borracha até a fase pastosa, até que ela se solidifique novamente tomando a forma da peça a ser fabricada.

Ainda é possível produzir simultaneamente, uma ou várias peças, o que depende do número de cavidades conforme observado na figura 13.

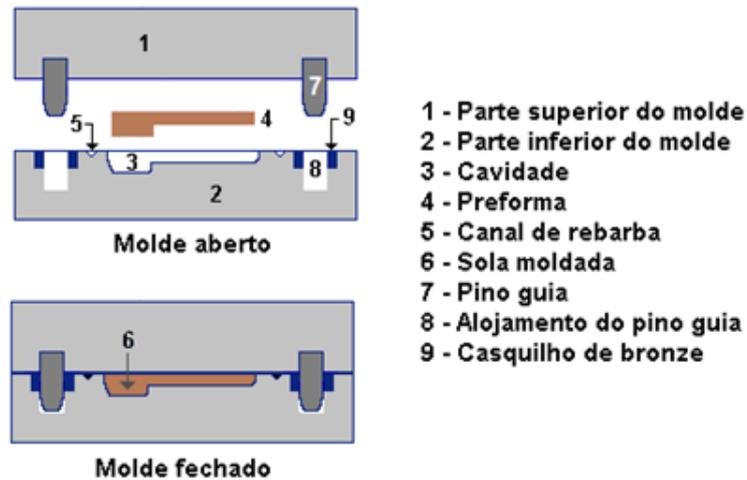


Figura 13: Molde para processo de moldagem convencional por compressão
 (Fonte: Rubberpedia)

O número de cavidades do molde varia de acordo com o lote e geometria das peças a serem produzidas, dentre as quais, seguem alguns parâmetros, que valem a pena destacar como a dimensão da mesa da prensa, a geometria, dimensão das peças, quantidade de peças a produzir, ciclo tempo (lote a ser produzido), temperatura e tempo de vulcanização (que irão atuar diretamente, no ciclo de produção).

Transferência: Este processo é basicamente uma evolução entre a moldagem de compressão e moldagem por injeção. Tal processo produtivo, se dá basicamente através de uma força de fechamento do molde e da prensa, fazendo com que a borracha seja transferida de uma cavidade primária para a cavidade secundária do molde, sendo esta secundária, a cavidade de formação final para peça.

Este molde é relativamente simples se comparado com o molde de injeção e um pouco mais técnico quando comparado aos moldes de compressão.

O princípio básico é a parte móvel 1 (êmbolo), forçar e fazer fluir a borracha através da matriz superior 4 pelos canais de escoamento 3 e se alojar na matriz fixa inferior 8, conforme mostra a figura 14.

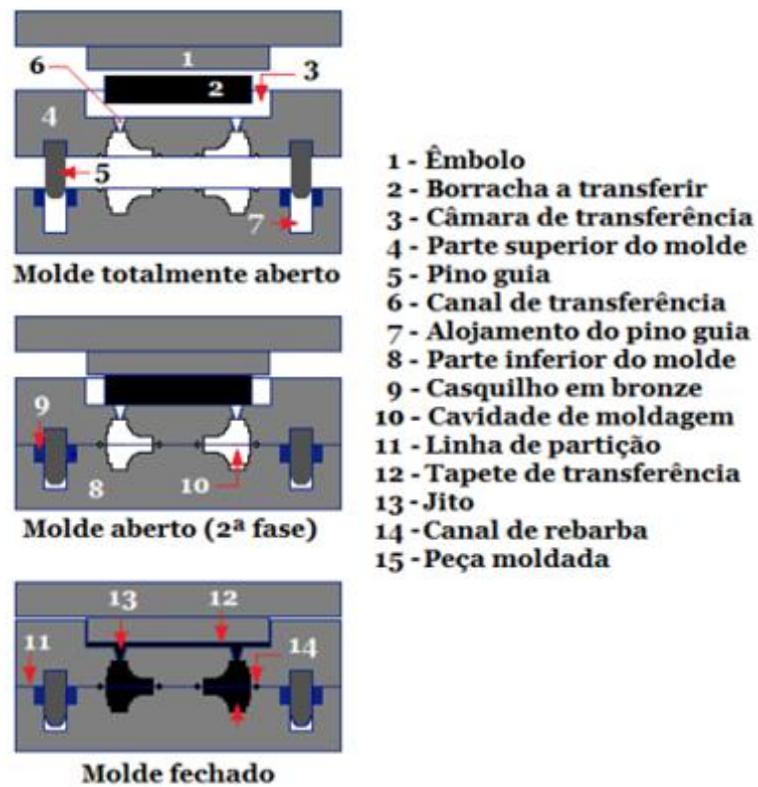


Figura 14: Molde para processo de moldagem por transferência
 (Fonte: Rubberpedia)

2.6.2 Processo fabril silicone líquido (injeção)

Injeção: o processo de injeção se faz através da máquina injetora de Silicone Líquido-LSR, embora seja um silicone de endurecimento de alta temperatura, mas que possui uma viscosidade mais baixa em relação aos compostos de silicone sólido e outros elastômeros. Sua forma é líquida, portanto, pode ser fornecida à máquina injetora continuamente, fazendo com que o produto seja formado automaticamente.

As etapas principais envolvidas no processo de injeção de borracha de silicone líquido começam com dois recipientes de Composto A e Composto B, que se conectam ao sistema de bombeamento. O cilindro A contém o material de formação da base e o cilindro B contém um catalisador. Uma unidade de dosagem libera automaticamente as duas substâncias em uma proporção constante de um para um, bem como qualquer aditivo de pigmentação (BONT, 2021).

O operador pode programar e personalizar a máquina injetora automatizada e fazer com que a configuração de injeção, forneça a geometria de injeção apropriada para cada componente.

As placas e os pistões, que alinham e fecham o molde, possuem configurações de temperatura, pressão, força de fechamento, taxa de injeção e tempo de ciclo sejam ajustados de acordo com as especificações das peças a serem produzidas.

Após a conclusão da configuração, a injetora aquece o molde até a temperatura ideal de cada matéria-prima e força de fechamento apropriadas. O molde fecha em coordenação com o bico injetor, bomba da máquina. A rosca então, empurra o material para o molde e cavidades.

Uma combinação de calor e pressão aplicada à borracha de silicone líquido cura o material até que se solidifique. Após a conclusão do ciclo, o molde é aberto, e a peça e a rebarba podem ser removidas automaticamente através de pinças e robôs ou manualmente, em seguida, o molde fecha e repete o processo. Após a remoção do item do molde de injeção, pode incluir remoção de rebarbas, pós-cura, inspeção e embalagem.

Segue abaixo a figura 15, com as etapas envolvidas no processo de injeção de borracha de silicone líquido.

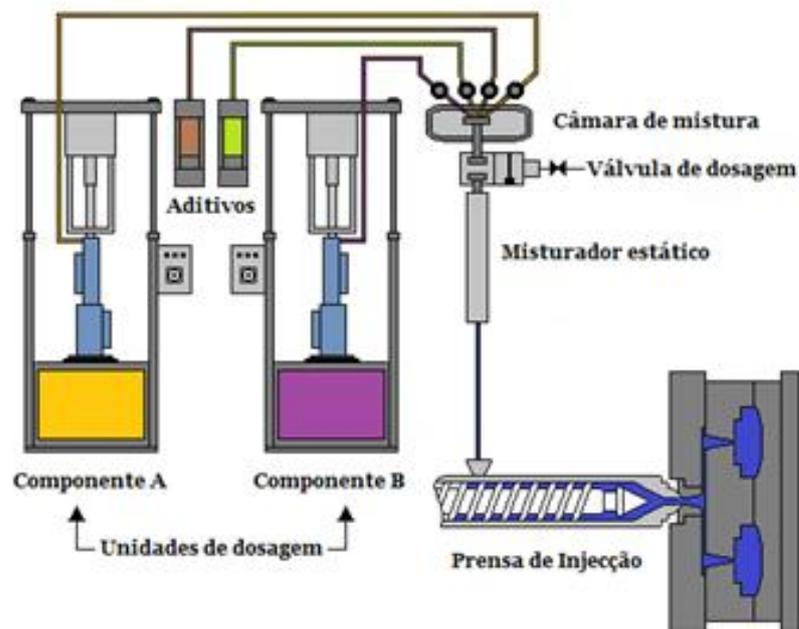


Figura 15: Moldagem por injeção de borracha líquida de silicone
(Fonte: CT Borracha)

i) Benefícios da moldagem por injeção de LSR

A injeção de borracha de silicone líquido possui várias vantagens, por exemplo a produção de alto volume, pois a borracha de silicone líquido proporciona a oportunidade de produção de alto volume e econômica de peças complexas, baixa possibilidade de contaminação, pois o processo de injeção ocorre em sistema fechado, o que reduz a possibilidade de contaminação, pois o operador não precisa tocar no material e ele não fica exposto ao meio ambiente.

Ainda assim, é possível a automação de equipamentos de injeção, ferramentas e garras de robô para retirada das peças e isso resulta em um custo mínimo de mão de obra para monitorar o sistema e trocar os tambores de material. Elimina a rebarba e perdas, pois a borracha de silicone líquido não produz resíduos de rebarbas devido à capacidade de criar moldes que operam praticamente sem rebarbas, tornado assim um tempo de ciclo rápido.

Prezando pela segurança, as opções de automação tornam desnecessário o acesso dos operadores à área de moldagem, pois as peças são removidas da máquina de moldagem por injeção com correias transportadoras, calhas ou robôs, o que reduz as chances de queimaduras ou outras questões de segurança.

ii) Condições operacionais da moldagem por injeção

O tempo de vida útil da mistura dos componentes A+B, quando exposto à 25 °C é de aproximadamente 72 h e em caso de exposição a temperaturas mais altas como por exemplo 50 °C, varia entre 5 e 10 h. Tudo isso depende de um bom planejamento de produção, sendo

que o processo por injeção é um método de produção, usado para obter produtos moldados por meio da injeção de materiais poliméricos, fundidos através de altas temperaturas e, em seguida, resfriá-los e solidificá-los. Sendo um método mais adequado para a produção em larga escala e com geometrias complexas, que necessitam de alta repetibilidade.

O processo de moldagem por injeção é dividido em 7 etapas principais, conforme mostrado na figura 16 abaixo.

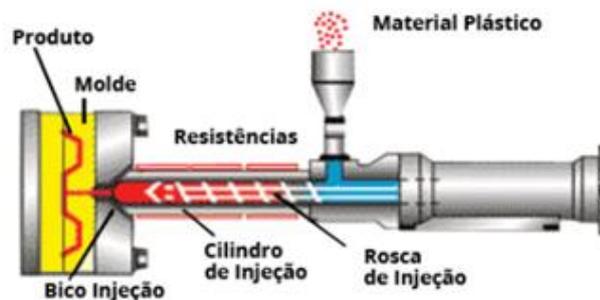


Figura 16: Etapas da injeção
(Fonte: CT Borracha)

Pressão de injeção → facilmente misturada, sendo assim, utilizam-se entre 5 e 15 bar de pressão, isto é, o tempo de injeção varia entre 3 e 6 seg com contrapressão de 5 e 10 bar.

Força de fechamento → Depende do tamanho/capacidade e do sistema de acionamento de cada máquina, bem como do polímero a ser utilizado e podem variar entre 50 e 1.380 kN.

Temperatura do molde → Em um molde de injeção, a temperatura pode variar entre 180 e 200 °C, levando em consideração que a de catalisador platínico possui uma vulcanização mais rápida se comparado ao peróxido.

Injeção → Dependendo da pressão do sistema e do polímero a ser injetado, a velocidade de injeção varia entre 30 e 400 cm³/seg, com um tempo de injeção varia normalmente entre 5 e 10 seg dependendo da geometria e da massa da peça a ser injetada.

Molde → Os pontos de injeção normalmente são do tipo canais de distribuição, bicos de injeção e câmara quente são os mais comumente utilizados. Para tipos de LSR abrasivos é recomendado o endurecimento superficial do molde, com aços especiais H13 Dievar™ e/ou Vidar™, com dureza na casa de 75 HRC, usados também para os pontos de injeção.

iii) Máquina injetora de peças de silicone líquido

O produto de fabricado através de Silicone Líquido (LSR), utiliza uma injetora horizontal normal, aquela mesma utilizada na fabricação de peças plásticas em PA, PP ou vários outros polímeros, como mostra na figura 17.



Figura 17: Injetora Arburg horizontal
(Fonte: Arburg)

iv) Máquina prensa de peças de silicone sólido

A grande vantagem da utilização do Silicone Líquido (LSR) é que esse processo gera 0,3% de rebarba do material utilizado, isto é, uma quantidade mínima e uma vez que o Silicone se trata de um termofixo, isto é, sua rebarba não poderá ser remoída e reutilizada. Com isso, o descarte deste tipo de material, é infinitamente menor em comparação com o Silicone Sólido (HCR). O Silicone Sólido, necessita de uma máquina “Tipo Prensa”, isto é, a geração de rebarba é em torno de 10% a 15% do material utilizado, como mostrado na figura 18.



Figura 18: Injetora do tipo prensa vertical
(Fonte: acervo próprio)

v) Molde de injeção de silicone líquido

O molde de fabricação de injeção de peças através de Silicone Líquido (LSR), são os mesmos moldes que é utilizado na fabricação de peças plásticas em PA, PP ou outros polímeros. São moldes complexos com câmara quente ou câmara fria, para que o material a

ser injetado, não perca temperatura e ocasione perda de estabilidade dimensional, cavidades em aço especial HR13 (alta dureza) e dispositivos para a fabricação de peças complexas. O que ocorre é que os molde de injeção, não geram rebarbas e aproximadamente 98% do material injetado se transforma em peças, evitando se assim, rebarbas e retrabalhos pós injeção, conforme figura 19.



Figura 19: Molde de injeção de injetora horizontal
(Fonte: Leen Mould)

Diferente do molde de compressão, a geometria e qualidade das peças fabricadas em silicone líquido, faz com que apenas 04 etapas de injeção sejam necessárias, conforme mostra a figura 20.

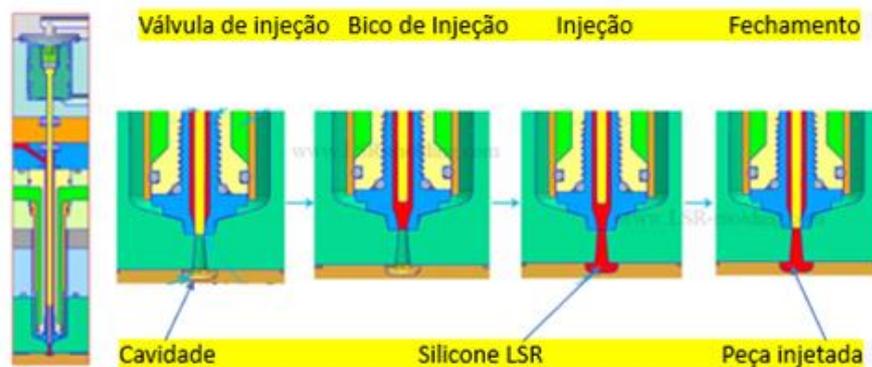


Figura 20: Fases da injeção de silicone líquido LSR
(Fonte: LSR Molding)

vi) Molde de compressão de silicone sólido

O molde de compressão e fabricação de peças através de silicone sólido (HCR), são muito simples e são os mesmos moldes que é utilizado na fabricação sandálias, chinelos, solas de tênis etc., como mostram nas figuras 21 e 22.

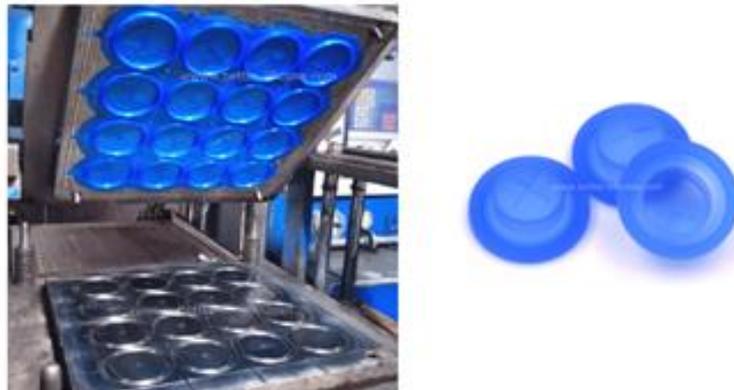


Figura 21: Molde de compressão peças
(Fonte: BetterSilicone)



Figura 22: Molde de compressão calçados
(Fonte: BetterSilicone)

Já o que ocorre é que os molde de compressão, é bem diferente do molde de injeção, isto é, criam rebarbas com aproximadamente 15% do material que foi utilizado. Sendo assim, devido ao silicone ser um termofixo, não existe possibilidade de reutilização destas rebarbas e isto, é extremamente prejudicial ao meio ambiente e estas rebarbas, podem ser vistas a seguir nas figuras 23 e 24.

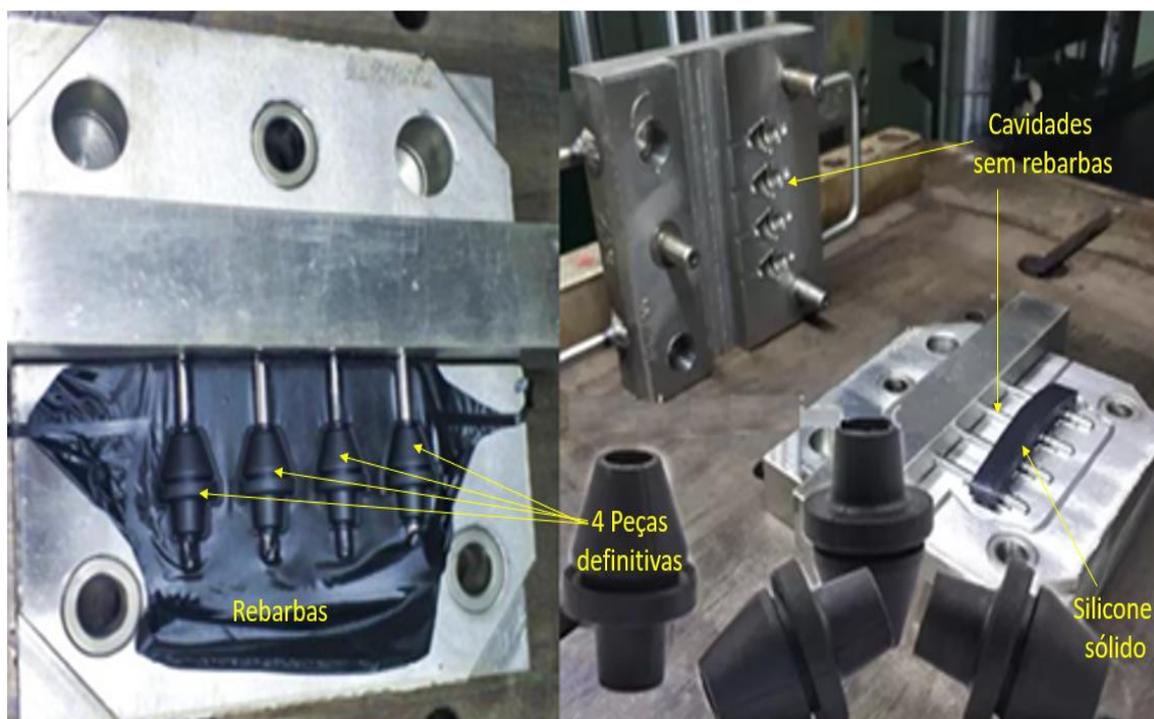


Figura 23: Molde de compressão de silicone / rebarbas
(Fonte: acervo próprio)

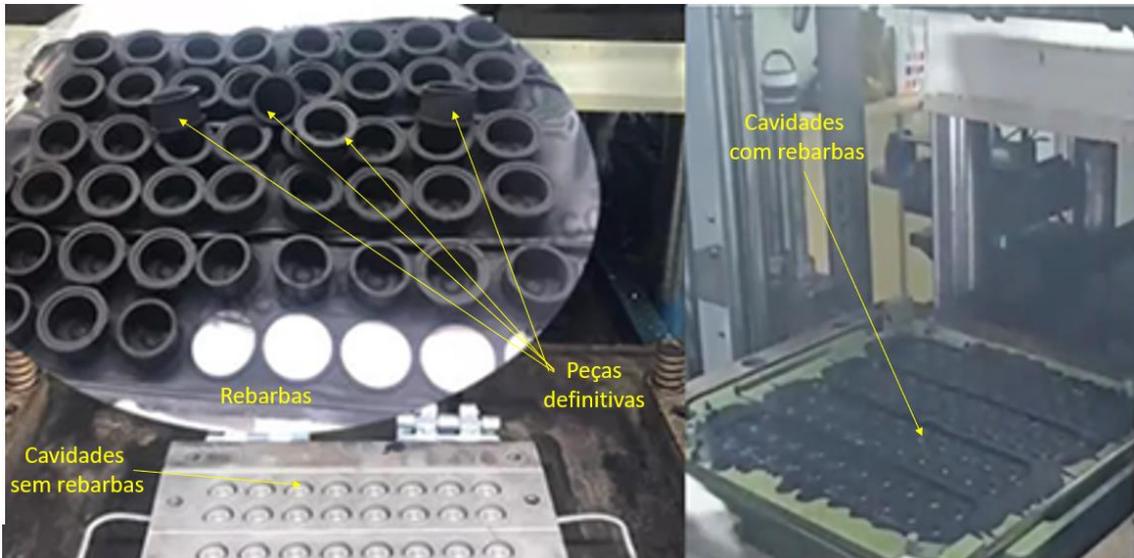


Figura 24: Molde de compressão de silicone / rebarbas
(Fonte: acervo próprio)

vii) Economia no processo fabril entre silicone líquido e sólido

Devido ambos serem termofixos, a reutilização das rebarbas geradas durante o processo de injeção, é simplesmente impossível. Toda vez que o ferramental é otimizado e bem projetado, a redução de rebarbas é aparente, isto é, além de ser possível prever a quantidade de rebarba, é possível projetar bons ferramentais e bons processos, para evitar maiores formações de rebarbas.

Deve ser observado que o silicone injetado (LSR) gera uma quantidade de no máximo 0,3% de rebarbas do total do material injetado, sendo tais rebarbas provenientes na sua totalidade, dos galhos dos canais de injeção e saída de gases, diferente do molde de compressão, que gera cerca de 15% do material que foi utilizado.

Para se ter uma noção dos gastos e perdas, segue explicação de como calcular as rebarbas e seus gastos, bem como investimentos em máquinas, ferramentais etc., como mostram as tabelas 1 e 2.

Estudo Econômico Comparativo de Produção de Peças Silicone Líquido (SLR) x Silicone Sólido (HCR)					
	Silicone Líquido	Silicone Sólido	Diferença	Silicone Líquido	Silicone Sólido
Preço 1L	BRL 85,42	BRL 95,66	12%	●	⊘
Ciclo Tempo	16 peças (55 seg)	16 peças (4,5 min)	80%	●	⊘
Preço Final	BRL 2.150.000,00	BRL 220.000,00	90%	⊘	●
Peso da Peça + Rebarba	$100 + 0,3\% = 100,3g$	$100 + 15\% = 115g$	14,66%	●	⊘
Total de Peças / 1L	3.573	3.200	11%	●	⊘
Preço Final (Litro / Peça)	$BRL 85,42 / 3.573 = 0,024$	$BRL 95,66 / 3.200 = 0,030$	25%	●	⊘

Tabela 1: Estudo econômico comparativo de produção de peças entre LSR x HCR
(Fonte: acervo próprio)

Estudo Econômico Comparativo de Investimentos Silicone Líquido (SLR) x Silicone Sólido (HCR)					
	Silicone Líquido	Silicone Sólido	Diferença	Silicone Líquido	Silicone Sólido
Injetora / Prensa	BRL 1.500.000,00	BRL 170.000,00	89%	⊘	●
Ferramental	BRL 650.000,00	BRL 50.000,00	92%	⊘	●
Preço Final	BRL 2.150.000,00	BRL 220.000,00	90%	⊘	●

Tabela 2: Estudo econômico comparativo de investimentos entre LSR x HCR
(Fonte: acervo próprio, 2022)

viii) Processo de injeção do silicone líquido

Para o 1º passo, deve se verificar a geometria e calcular o peso da peça da ser fabricada, já no 2º passo deve se calcular o volume útil dos galhos de injeção e canais de saída

de gases do molde e por fim, no 3º passo deve se calcular o volume útil dentro dos tambores do componente A e do componente B, conforme figura 25.

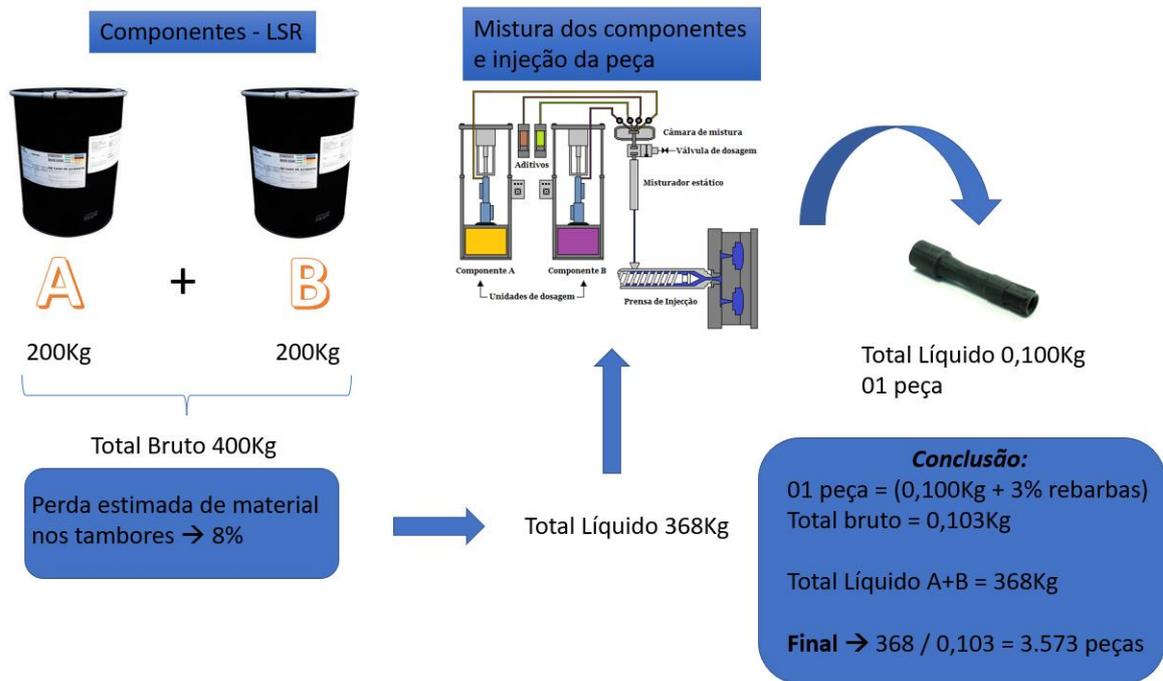


Figura 25: Estruturas de fabricação LSR
(Fonte: acervo próprio)

Para o 1º passo, deve se verificar a geometria e calcular o peso da peça da ser fabricada, já no 2º passo, deve se calcular o volume útil das sobras / rebarbas e por fim, no 3º passo deve se calcular o volume útil dentro dos silos do componente HCR, conforme figura 26.

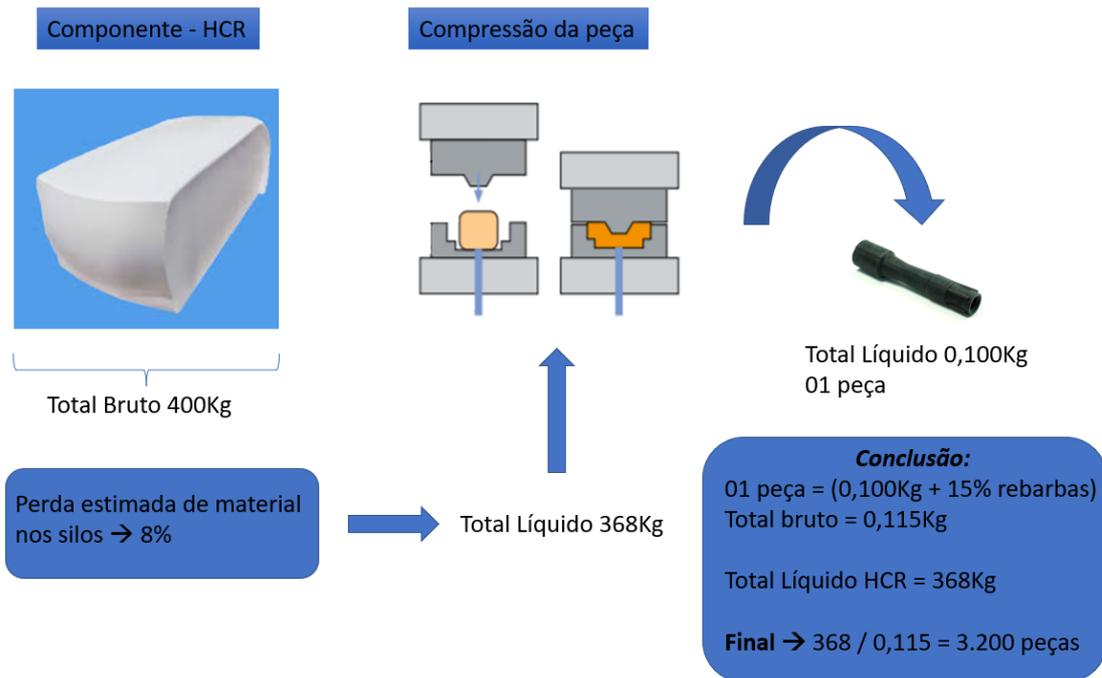


Figura 26: Estruturas de fabricação HCR
(Fonte: acervo próprio)

2.7 Pós-cura

A pós-cura significa literalmente um tratamento após a cura, isto é, por definição significa que houve uma cura inicial. Durante o processamento preliminar de injeção ou moldagem, para se fixar a borracha em sua forma inicial e final, o composto não curado é submetido a alta temperatura, o que faz com que ocorra uma reação química, criando a borracha sólida e tal reação é irreversível. Embora o composto tenha sido transformado em uma peça sólida de borracha, ainda não está em um estado totalmente reticulado, com isso, se faz necessário a pós-cura para encerrar o processo de cura da borracha.

2.7.1 Porque aplicar pós-cura no silicone líquido

Após a cura inicial do silicone ainda na fase de produção de peças, os subprodutos (voláteis) ainda se encontram nas peças devido às reações químicas que ocorreram. A fim de se eliminar esses subprodutos, faz-se necessário colocar as peças em um forno ventilado e efetuar a pós-cura em alta temperatura por 4 h a 200 °C.

2.7.2 Quais os benefícios da pós-cura no silicone líquido – LSR

Vários são os benefícios, todos eles decorrentes do fato de que a pós-cura garante que qualquer composto no silicone que possa reagir por estar em alta temperatura, fazendo com que o produto se torne estável em termos de alterações das propriedades físicas dos elastômeros devido ao envelhecimento natural. A partir do momento da reticulação química, o processo de pós-cura envelhece prematuramente o material. A princípio, isso parece ruim, mas ao fazer isso, a taxa de alterações físicas resultantes será reduzida, a pós-cura pode ser feita de forma industrial em fornos elétricos e/ou microondas conforme figura 27 e 28 a seguir.



Figura 27: Forno de pós-cura elétrico e ventilado
(Fonte: acervo próprio)



Figura 28: Forno de pós cura microondas
(Fonte: Linn High Therm GmbH)

As propriedades físicas de qualquer borracha decairão à medida que a borracha envelhece, seja por causas naturais ou induzidas por qualquer combinação de influências químicas, calor, pressão, ambiente. Estudos mostram que a maior queda nas propriedades ocorre no início estágios subsequentes, isto é, a redução começa a se nivelar. Após a cura, tal processo leva o silicone além do estágio inicial de queda, tornando a borracha estável. Um bom exemplo está no teste de alongamento que após a cura inicial, o alongamento de uma classe padrão de *GPTM* (*Georgia Pacific Inc*®) à ruptura de aproximadamente 410% e após a pós-cura por 4 h a 200 °C.

Com isso, verificou-se que o alongamento foi reduzido para aproximadamente 370%, isto é, uma grande queda, entretanto este elemento não reduzirá mais tão rapidamente. Isso é muito importante na indústria aeroespacial, onde, além das habilidades mecânicas dos silicões e com excelente estabilidade dimensional.

A maior queda nas propriedades mecânicas do silicone, sempre acontece nas primeiras horas em uma temperatura de serviço. A pós-cura leva o silicone ao ponto em que a taxa de queda foi reduzida ao mínimo aceitável, permitindo assim, uma vida longa com desempenho razoavelmente constante.

Durante a pós-cura, é eliminado os voláteis restantes garantindo que o silicone seja adequado para uso em contato com alimentos por exemplo.

Ao garantir que qualquer composto que possa se tornar volátil na temperatura de serviço seja removido das peças durante a pós-cura, não haverá mais nada nas peças que possa escapar para o ambiente operacional, evitando assim potenciais problemas resultantes da contaminação cruzada de silicone etc., sendo que a pós-cura também torna o produto dimensionalmente estável.

a) Pós-cura convencional

As peças de borracha de silicone líquido (LSR) vulcanizados com peróxidos, são normalmente submetidas a uma pós cura em um forno tradicional ventilado a cerca de 200 °C, para que o processo de reticulação seja encerrado e sejam eliminadas as substâncias gasosas formadas durante o processo de vulcanização. Com este tratamento é possível melhorar, ao mais alto grau, as propriedades tais como deformações residuais, resistência à reversão, resistência ao calor, resistência eléctrica, resistência química e mesmo os valores de adesão a outros substratos. É também obtida uma maior estabilidade dimensional. Contudo, existem tipos de borracha de silicone que não exigem pós vulcanização (CAETANO,2021).

A pós-cura, deve ser conduzida em estufas aquecidas (forno tradicional) e com uma boa ventilação, com uma renovação de ar, num mínimo de 125 l/min e por kg de peças vulcanizadas. Os gases liberados por exemplo na tabela 3, se não forem de imediato removidos, podem ocasionar a criação de condições explosivas. E o perigo será tanto maior se o aquecimento for efetuado por processo direto (CT Borracha,2021).

A tabela 3 apresenta as substâncias geradas no tratamento de pós cura do silicone.

Produtos de decomposição	Peróxido de tert-butil cumilo	Peróxido de dicumilo	Peróxido de tert-butil benzoato
Acetofenona (C ₆ H ₅ COCH ₃)	0,44	1,08	–
Acetona (CH ₃ COCH ₃)	0,13	–	0,09
Anidrido carbónico (CO ₂)	–	–	0,75
Benzeno (C ₆ H ₆)	–	–	0,73
Butanol (C ₄ H ₉ OH)	0,79	–	0,79
Fenil isopropanol (C ₆ H ₅ CCH ₃ CH ₃ OH)	0,53	0,90	–
Metano (CH ₄)	0,57	1,09	0,09

Tabela 3: Substâncias geradas no pós-cura do silicone
(Fonte: CT Borracha)

A pós-cura, deve ser realizada entre 4 e 6 h a 200 °C, como indicado por alguns fabricantes. A temperatura deve ser elevada de forma gradual para peças com espessura a partir de 2 mm, a fim de se evitar a formação de bolhas.

i) Pós-cura convencional do silicone líquido platínico

Os sistemas de cura à base de platina às vezes são chamados sistemas de cura de adição, porque há um hidreto de silicone polimérico que adiciona através da ligação dupla de um vinil polímero de siloxano funcional na presença de um catalisador à base de platina para criar a reticulação. A cura à base de platina não cria nenhum subproduto e as peças produzidas teoricamente, podem estar prontas para uso direto do molde.

Porém, quando os sistemas de cura à base de platina foram inventados, muitos dos fabricantes continuaram a pós-curar. Isso ocorre porque o material está curado o suficiente para ser desmoldado e inspecionado, os fabricantes de silicone chamam esta vantagem de fenômeno, pois é capaz de acelerar a produtividade geral do processo.

O lado negativo desta prática é que o material irá sempre continuar a cura, até que atinja a pós-cura total, à medida que envelhece. Com a cura adicional, mudanças podem ser observadas nas propriedades físicas dos materiais como, aumento da dureza, a resistência à tração final irá melhorar e o alongamento diminuirá. Essas mudanças podem ser importantes em aplicações específicas, então tal efeito necessita ser mais bem compreendido. Para contabilizar estas mudanças, uma pós-cura adicional é frequentemente implementada, a fim de certificar que os elastômeros curem completamente e estabilizam as características físicas do material.

Além disso, espécies de siloxano voláteis permanecem no composto inicial curado do silicone, ao contrário de alguns subprodutos da cura por peróxido. Esses componentes voláteis de baixa massa molecular não são geralmente considerados tóxicos contudo, algumas indústrias devem seguir regulamentações específicas, requisitos ambientais e de segurança que limitam as quantidades desses componentes voláteis que podem ser encontrados no componente curado. Com isso, a pós-cura é e deve ser frequentemente implementada, por sempre estabilizar o silicone com o objetivo de ajudar na padronização dos produtos.

A pós-cura também é usada na indústria de saúde para preparar amostras antes da triagem de biocompatibilidade. A maioria dos requisitos de biocompatibilidade para silicone elastoméricos, são avaliados com base em testes de extratos do material curado. Como mencionado anteriormente quando o material é pós-curado, a massa molecular decai resultando com que o conteúdo volátil seja reduzido.

Visando melhorar as chances para se obter sucesso em um teste de biocompatibilidade do silicone líquido injetado, deve se sempre aplicar a pós-cura platínica, para resultar na redução dos resíduos voláteis.

Para silicone com exigências *FDA*TM (*Food and drugs administration*), o fornecedor da matéria prima deve informar sempre na folha técnica se já realizou cura antes do teste de biocompatibilidade dele na ocasião da fabricação, todavia, o componente curado também deve ser pós-curado para que os dados sejam considerados relevantes para a aplicação.

A pós-cura do silicone curado com platina também é realizada em muitas indústrias para preparar artigos de silicone para procedimentos de ligação secundária, com baixa massa molecular, os fluidos voláteis tendem a permanecer após a cura inicial e com isso, ocasionar o potencial de migrar para a superfície do componente, agindo como um agente de liberação impactando negativamente a capacidade de aderir o componente a outro substrato.

Por exemplo, o processo de colagem de um balão de respiração de silicone injetado em uma haste de cateter de silicone extrudado, resulta que quaisquer silicões de baixa massa molecular que permaneçam na superfície poderiam atuar na liberação de resíduos voláteis, impedindo assim uma boa fixação entre o balão e a haste do cateter. A pós-cura de ambos os componentes irá afastar o fluido de baixa massa molecular e melhorar a adesão geral da haste no balão.

ii) Comportamento mecânico após a pós-cura convencional

Dependendo do produto e processo em certas circunstâncias, a pós-cura pode ou não ser necessária. A maioria dos fornecedores de silicone líquido injetado, requerem algum tipo de pós-cura para seus materiais, a fim de atingir o perfil de propriedade física descrito na especificação técnica. Por causa dos custos associados à pós-cura os fabricantes de peças, questionam os fabricantes da matéria prima se tal etapa do processo é realmente necessária. Em alguns casos, um grau superior de variabilidade em peças é aceitável se o silicone atenda às propriedades físicas mínimas, nesses casos, a pós-cura pode resultar em tempo e custos desnecessários. Um desenvolvimento atual que visa fornecer mais artigos e componentes moldados fisicamente estáveis, são a nova série de materiais de borracha de silicone da empresa *Dow Corning™ C6-7XX®* e estes novos LSR's possuem um perfil físico que essencialmente não é afetado pela adição de uma pós-cura, conforme figura 29.

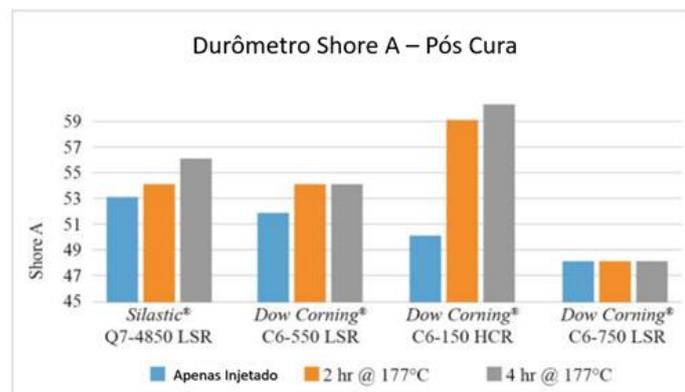


Figura 29: Dureza em função da pós-cura
(Fonte: Dow Corning)

A dureza medida para vários materiais de silicone de alta e baixa consistência com dureza nominal 50 Shore A são comparadas como moldadas, e após uma pós-cura de duas e quatro horas a 177 °C, a nova borracha de silicone líquida *Dow Corning™ C6-750®* é o

único material que não mostra nenhuma alteração na dureza após cada ciclo de pós-cura quando comparado com *Silastic Q7-4850*® Silicone Líquido de grau Biomedical, borracha de silicone líquida *Dow Corning*™ *C6-550*®, e Elastômero-*C6-150*®, conforme figura 30.

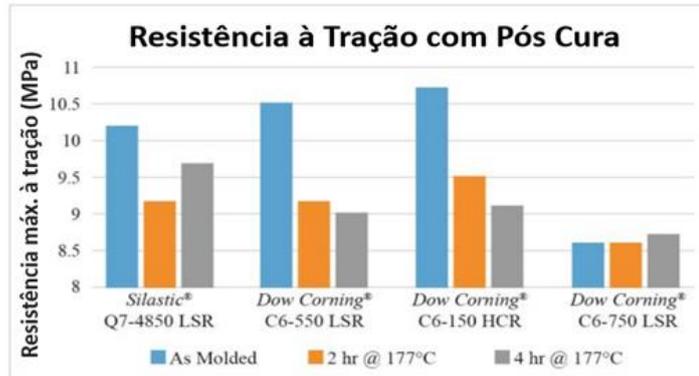


Figura 30: Resistência à tração pós-cura convencional
(Fonte: Dow Corning)

Uma outra comparação da resistência à tração final, é resultando do silicone sólido moldado que após 2h e 4h de pós-cura. Novamente a borracha de silicone líquida *Dow Corning*™ *C6-750*® permanece inalterado após a pós-cura, enquanto os mais antigos apresentam uma grande variabilidade em relação à propriedade medida, na Figura 31.

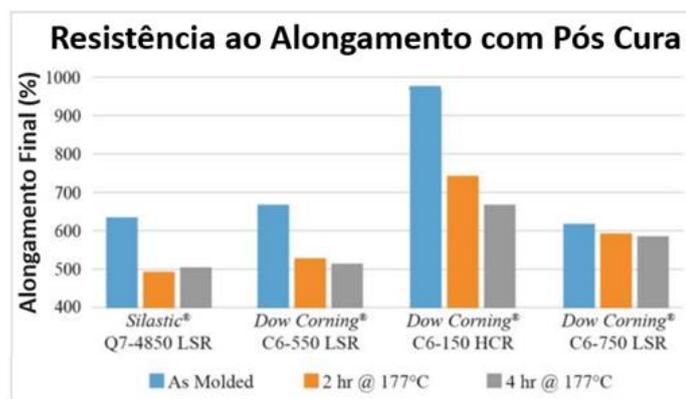


Figura 31: Resistência ao alongamento pós-cura convencional
(Fonte: Dow Corning)

Como em cada uma das figuras anteriores, o novo composto de LSR silicone líquido *Dow Corning™ C6-750®*, permanece praticamente inalterado após a pós-cura, enquanto os materiais de silicone sólido HCR continuam a exibir um alongamento maior.

A pós-cura da borracha de silicone líquida LSR, pode facilmente se tornar um requisito quando o material for curado com facilitadores de base peróxido, como por exemplo o 2, 4-peróxido de diclorobenzoílo que é eficaz na remoção de subprodutos problemáticos do processo de vulcanização. No entanto, os fabricantes de silicone de pós-cura platínica, devem avaliar se eles podem eliminar tal etapa do processo.

Fornecedores de materiais inovadores continuam a desenvolver nova tecnologia de elastômero de silicone, que pode permitir as empresas utilizadoras desta matéria prima, a viabilidade de eliminar o processo de pós-cura de suas peças de silicone, reduzindo o tempo e os custos do processo de manufatura.

b) Pós-cura do silicone líquido através da irradiação por microondas

O atual mercado é frequentemente desafiado a buscar soluções de melhoria de processos, de preços, enfim, buscar soluções em que novos ou atuais produtos sejam disponibilizados de forma rápida, mas que não seja colocado em risco mantendo as condições mínimas de qualidade.

Com isso, é possível utilizar radiação eletromagnética geradas através de um forno de micro-ondas (RAM's - "*Radar Absorbing Material*"), conforme figura 32.

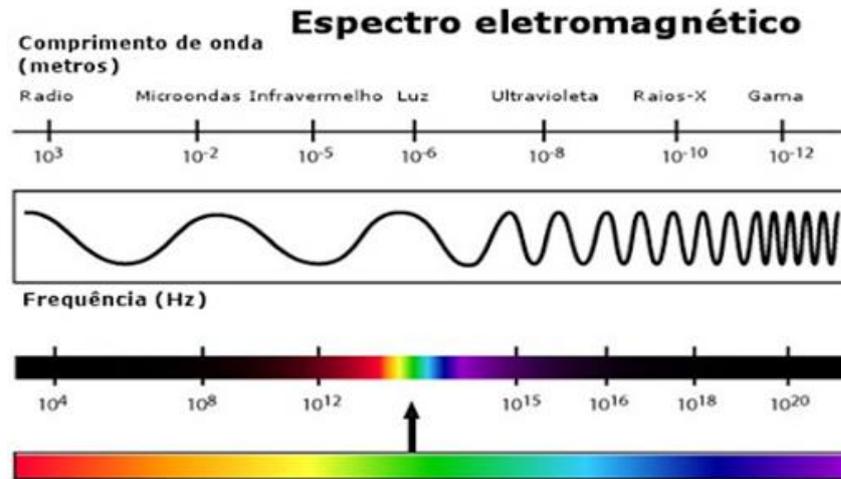


Figura 32: Gráfico do espectro eletromagnético
(Fonte: acervo próprio)

Em termos gerais, é possível descrever a interação de uma onda eletromagnética com materiais absorvedores de micro-ondas (RAM's), como um fenômeno onde a energia eletromagnética é transformada em energia térmica.

De acordo com o princípio da conservação de energia, a onda eletromagnética que incide sobre um material pode ser refletida, atenuada ou transmitida através do material. A resposta do material à onda, depende de suas características intrínsecas como a absorção de energia, isso não significa necessariamente que o material irá aquecer, às vezes pode ocorrer o contrário, ou seja, o material pode esfriar.

Para produzir um RAM, é necessário selecionar um material de matriz (polímero isolante, substrato poroso etc.) que servirá de suporte para um centro absorvedor de energia. O centro absorvente pode consistir, por exemplo, em um polímero condutor com boas propriedades mecânicas e químicas e que cuja condutividade elétrica pode ser modulada.

O comportamento de polímeros condutores iluminados por radiação eletromagnética na banda X (8 - 12 GHz), tem sido estudado para entender como a condutividade desses polímeros afeta a absorção de energia eletromagnética e como esses materiais podem ser usados na produção de RAM's 6 -9.

A permissividade elétrica (ϵ) e a permeabilidade magnética (μ) são parâmetros relacionados às propriedades dielétricas e magnéticas de um material, e diretamente associados às suas características de absorção 10-14. A permissividade e permeabilidade relativas são representadas pelas Equações 1 e 2, respectivamente. Os valores desses parâmetros são calculados a partir dos valores experimentais dos coeficientes de transmissão e reflexão do material, conforme mostrado na figura 33.

$$\epsilon_r = \epsilon' + i\epsilon'' (1)$$

$$\mu_r = \mu' + i\mu'' (2)$$

Figura 33: Fórmula de permissividade e permeabilidade
(Fonte: acervo próprio)

i) O forno de microondas

Trabalhando a partir de baixas frequências até radiações de maior energia, as microondas são parte do espectro eletromagnético contínuo, conforme tabela 4.

Espectro eletromagnético			
Nome	Comprimento de onda	Frequência (Hz)	Energia do fóton (eV)
Raio gama	<0,02 nm	> 15 E Hz	> 62,1 ke V
Raio X	0,01 nm - 10 nm	30 EHz - 30 P Hz	124 keV - 124 eV
Ultravioleta	10 nm - 400 nm	30 PHz - 750 THz	124 eV - 3 eV
Luz visível	390 nm - 750 nm	770 THz - 400 THz	3,2 eV - 1,7 eV
Infravermelho	750 nm - 1 mm	400 THz - 300 GHz	1,7 eV - 1,24 me V
Microondas	1 mm - 1 m	300 GHz - 300 MHz	1,24 meV - 1,24 µe V
Rádio	1 m - 100 km	300 MHz - 3 kHz	1,24 µe V - 12,4 fe V

Tabela 4: Frequências do espectro eletromagnético
(Fonte: acervo próprio)

As microondas são uma forma de radiação “eletromagnética” tridimensional, ou seja, são ondas de energia elétrica e magnética movendo-se juntas pelo espaço. A radiação eletromagnética abrange um amplo espectro de ondas de rádio muito longas a raios gama muito curtos. O olho humano só pode detectar uma pequena parte desse espectro chamada luz visível. Um rádio detecta uma parte diferente do espectro e uma máquina de raios-X outra parte.

Luz visível, microondas e radiação de radiofrequência (RF), são formas de radiação não ionizante. A radiação não ionizante não tem energia suficiente para eliminar os elétrons dos átomos, por exemplo os raios X são uma forma de radiação ionizante. A exposição à radiação ionizante pode alterar átomos e moléculas causando danos às células na matéria orgânica. As microondas são usadas para detectar carros em alta velocidade e enviar comunicações por telefone e televisão.

A indústria usa microondas para secar e curar madeira compensada, para curar borracha e resinas, para fazer pão, biscoitos e para cozinhar batatas fritas, mas o uso mais comum da energia de microondas pelo consumidor é em fornos de microondas residenciais e tais microondas possuem três características que permitem sua utilização na culinária que são, são refletidas pelo metal, passam por vidro, papel, plástico e são absorvidos pelos alimentos.

ii) Adaptação do forno de microondas doméstico

O forno microondas utilizado foi um forno microondas de mercado, sendo um forno residencial que foi adaptado para o experimento industrial, buscando sempre uma solução semelhante às literaturas já apresentadas, com médio a grande volume de cavidade, bom espaço interno e alta potência (KERSTING, 2014). Cada forno com cada cavidade, se comporta de modo diferente, isto é, a reflexão das microondas gera campos quentes e frios, possibilitando diferentes fenômenos de aquecimento.

Para o experimento, foi escolhido o forno microondas de 22 L de marca *Electrolux*TM, pois ele possui 1.300 W de potência, que resultam em 800 W de potência máxima de saída do emissor, resultando em potência disponível medida em torno de 670 W, com sensor de temperatura adaptado para controle em função da potência utilizada, conforme figura 34.



Figura 34: Forno microondas adaptado
(Fonte: acervo próprio)

iii) Calibração por temperatura da água do forno microondas adaptado

Para a determinação da potência do forno de microondas utilizado, foi realizado o método do aumento da temperatura da água. Este método é conhecido a partir da elevação de temperatura e é diretamente proporcional à potência da radiação de microondas. Os resultados obtidos neste processo estão mostrados na tabela 5 e figura 35 abaixo. A potência do forno é crescente em função da temperatura, mas nem sempre corresponde ao valor relatado pelo fabricante no manual.

Medição das potências		
Grau (%)	Varição pontos (°C)	Potência (W)
10	1	35
20	2	140
30	4	170
40	6	210
50	7	244
60	10	349
70	12	410
80	13	454
90	18	628
100	19	663

Tabela 5: Determinação da potência do forno adaptado
(Fonte: acervo próprio)

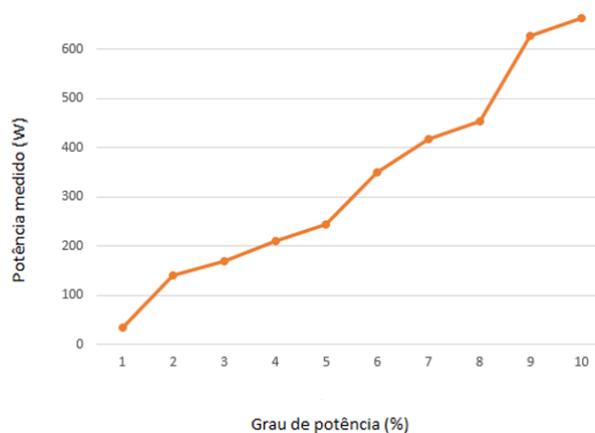


Figura 35: Curva de calibração da potência do forno adaptado
(Fonte: acervo próprio)

Através do aumento da temperatura da água que é diretamente proporcional à incidência de radiação microondas, verificou-se que é possível calcular a potência do forno de microondas em J s^{-1} que corresponde a Watts no sistema internacional de unidades., sendo que a massa de água utilizada nos experimentos (100 g) corresponde a 5,55 mols.

$$P = \frac{C_p n \Delta T}{t}$$

- sendo: C_p = capacidade calorífica da água ($75,312 \text{ J K}^{-1}\text{mol}^{-1}$); n = quantidade de matéria de água utilizada (mols); ΔT = temperatura final – temperatura inicial e t = tempo de aquecimento (s), SILVA *et al* (2006).

iii) Resultados da calibração

O resultado obtido neste experimento encontra-se apresentado na tabela 6 abaixo e na figura 36, o béquer foi irradiado durante 1 h e a temperatura manteve-se entre $99,5 \text{ }^\circ\text{C}$ e $99,9 \text{ }^\circ\text{C}$. O experimento foi realizado com 01 béquer por vez, pois o teste com as amostras, também foram feitos com 01 amostra de cada vez, pois o ponto de maior incidência se dá quase no centro do prato do forno microondas, devido ao fato da ocorrência de reflexões nas paredes do forno. As potências calculadas variaram de 36 a 663W (potência 100%), indicando uma variação em torno de 10%.

Display	P 100	P 80	P 50	P 30	P 10
Nível de potência	100%	80%	50%	30%	10%

Tabela 6: Display de potência de um forno de microondas
(Fonte: acervo próprio)



Figura 36: Medição de temperatura béquer com 100ml
(Fonte: acervo próprio)

3. MATERIAIS E MÉTODOS

A figura 37 a seguir, apresenta o fluxograma da parte experimental deste trabalho.

Fluxograma da parte experimental

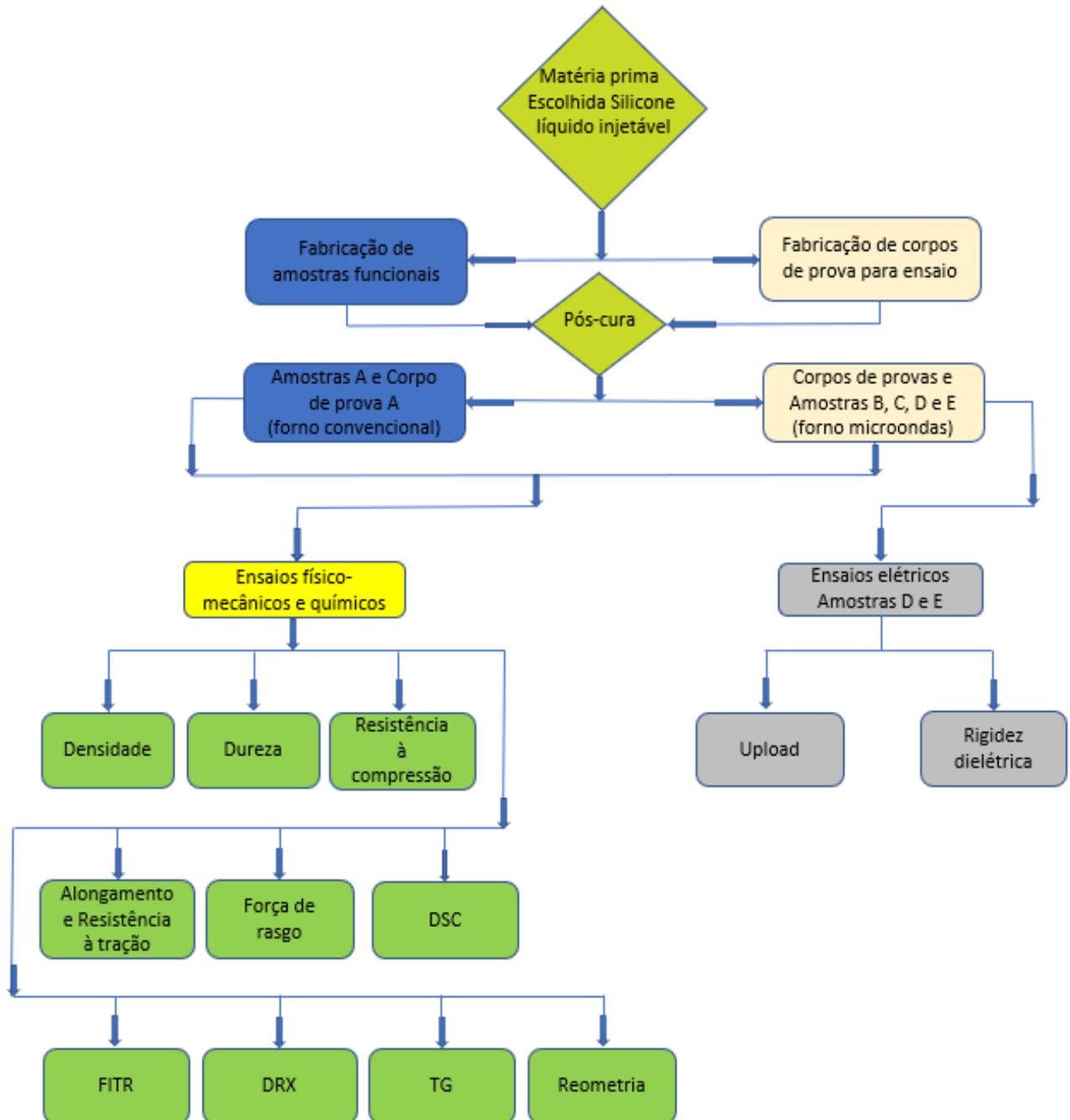


Figura 37: Fluxograma experimental
(Fonte: acervo próprio)

3.1 Matéria-prima escolhida

A matéria-prima utilizada neste estudo, foram os Silicones Líquidos Injetados do tipo LSR *Silopren LSR 2660 ZKS*®, fabricados pela *Momentive Performance Materials*™ e que foram adquiridos através da empresa *SilikonBrasil*™ Ltda.

Ela reduz a temperatura de vulcanização enquanto mantém uma taxa de reticulação padrão e foi projetado para processamento por moldagem por injeção. O LSR *Silopren 2660 ZKS*® é usado em artigos elastoméricos como elementos de vedação, O-rings, rolhas, diafragmas, teclados, cateteres, amortecedores de vibração, tampa do interruptor, capas de cabos de vela de ignição e peças de panela de pressão etc. Está em conformidade com a recomendação *KTW*®, *WRAS*®, *BfR*®, regulamentos *FDA 21 CFR 177.2600*® e classificação de chamas UL 94, *MOMENTIVE*™ (2021).

Misturas prontas para uso (dos componentes A e B) são alimentadas diretamente através de bombas dosadoras e misturados direto para a rosca da máquina injetora standard de uma rosca. A mistura dos componentes A e B, consiste na proporção de 1:1 sendo a injeção no molde aquecido em temperaturas de 140 a 200 °C e a reticulação de adição a borracha de silicone, vulcaniza livre de produtos de dissociação em alguns segundos.

Alta velocidade de cura e a facilidade de desmoldagem permitem a produção totalmente automatizada de grande número de peças em tempos de ciclo curtos. Com a borracha de silicone líquido LSR *Silopren 2660 ZKS*® é possível produzir elementos combinados com uma ampla gama de termoplásticos materiais, devido à sua formulação química na tabela 7.

Física	Valor nominal	Unidade	Método de teste
Densidade	1.13	g / cm ³	DIN 53479 A
Elastômeros	Valor nominal	Unidade	Método de teste
Resistência à tração	11.4	N/mm ²	DIN 53504 S2
Alongamento de tração (quebra)	500	%	DIN 53504 S2
Força de rasgo 2	39	N/mm	ASTM D624 die B
Compression set (175°C, 22 h)	20	%	DIN ISO 815
Dureza	Valor nominal	Unidade	Método de teste
Dureza do durômetro (Shore A)	60		DIN 53505
Termo fixo	Valor nominal	Unidade	Método de teste
Componentes termofixos			
Parte A			
Parte B			
Informações adicionais	Valor nominal	Unidade	Método de teste
Vulcanização 10min a 175° C	10	min	
Pós Cura 4h a 200° C	4	h	
Recursos			
As características também podem ser descritas pelos seguintes termos: alta reatividade, boa estabilidade térmica, boa estabilidade, flexibilidade a baixa temperatura, boa resistência ao rasgo, boa resistência a UV, resistente a UV, resistente a ultravioleta, resistente à luz, boa colorabilidade.			
Documentos Disponíveis			
Folha de dados técnicos (inglês)			
Propriedades não curadas	Valor nominal	Unidade	Método de teste
Cor			
- 3			
- 4			
Viscosidade			DIN 53018
20° C	10s-1 at 20° C	Pa · s	
		Pa · s	

Tabela 7: Data sheet LSR 2660 ZKS™
(Fonte: Momentive™ / 2021)

3.2 Fabricação de amostras e corpos de prova

As amostras utilizadas, são exatamente as atuais peças técnicas já em uso automotivo desde 2014 e é a parte de borracha da bobina de ignição de motores bicom bustível e neste caso o motor *EA 211*® da *VWB*TM (*Volkswagen do Brasil*TM), bem como a fabricação dos corpos de prova, que foram fabricados a partir de “placas”.

Uma bobina de ignição é um componente chave no sistema de ignição dos veículos bicom bustível e sua função é transformar a baixa tensão da bateria (12 V) em milhares de volts (38 kV) necessários para criar uma faísca elétrica nas velas de ignição. Essa faísca é usada para inflamar a mistura ar-combustível no processo de combustão interna do motor. A demanda por bobinas de ignição modernas está aumentando devido à exigência de maior tensão de ignição e devido ao espaço restrito no compartimento do motor, conforme figura 38.

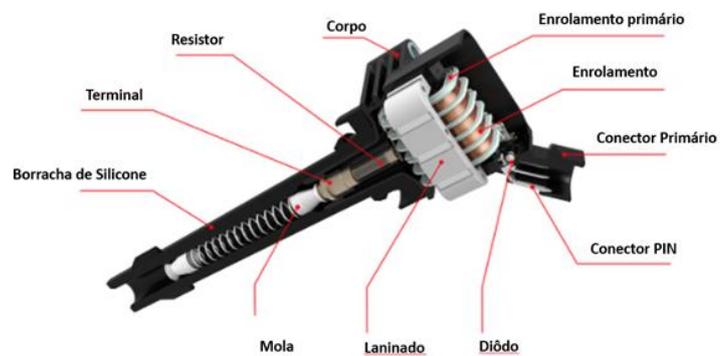


Figura 38: Bobina de ignição
(Fonte: acervo próprio)

O principal componente da bobina de ignição moderna, é o *Boot* (capa de borracha de silicone), por estar suportando aumentando de tensão do motor como 38 kV e contato direto com a câmara de injeção, isto é, altas temperaturas.

3.2.1 Meios de fabricação

As amostras utilizadas, são exatamente as atuais peças técnicas já em uso no mercado automotivo e foram produzidas em geometria definitiva, isto é, exatamente como na montagem posterior na bobina de ignição elétrica. Isso foi feito visando utilizar o melhor meio de poder compará-las todas de modo semelhante em relação à massa, tempo de injeção e ciclo etc. Com exceção dos corpos de prova para os testes de densidade, dureza, tração, alongamento, força de rasgo, que foram produzidos a partir de amostras “placas” de estampadas e cortadas, conforme ilustra figura 39 abaixo.

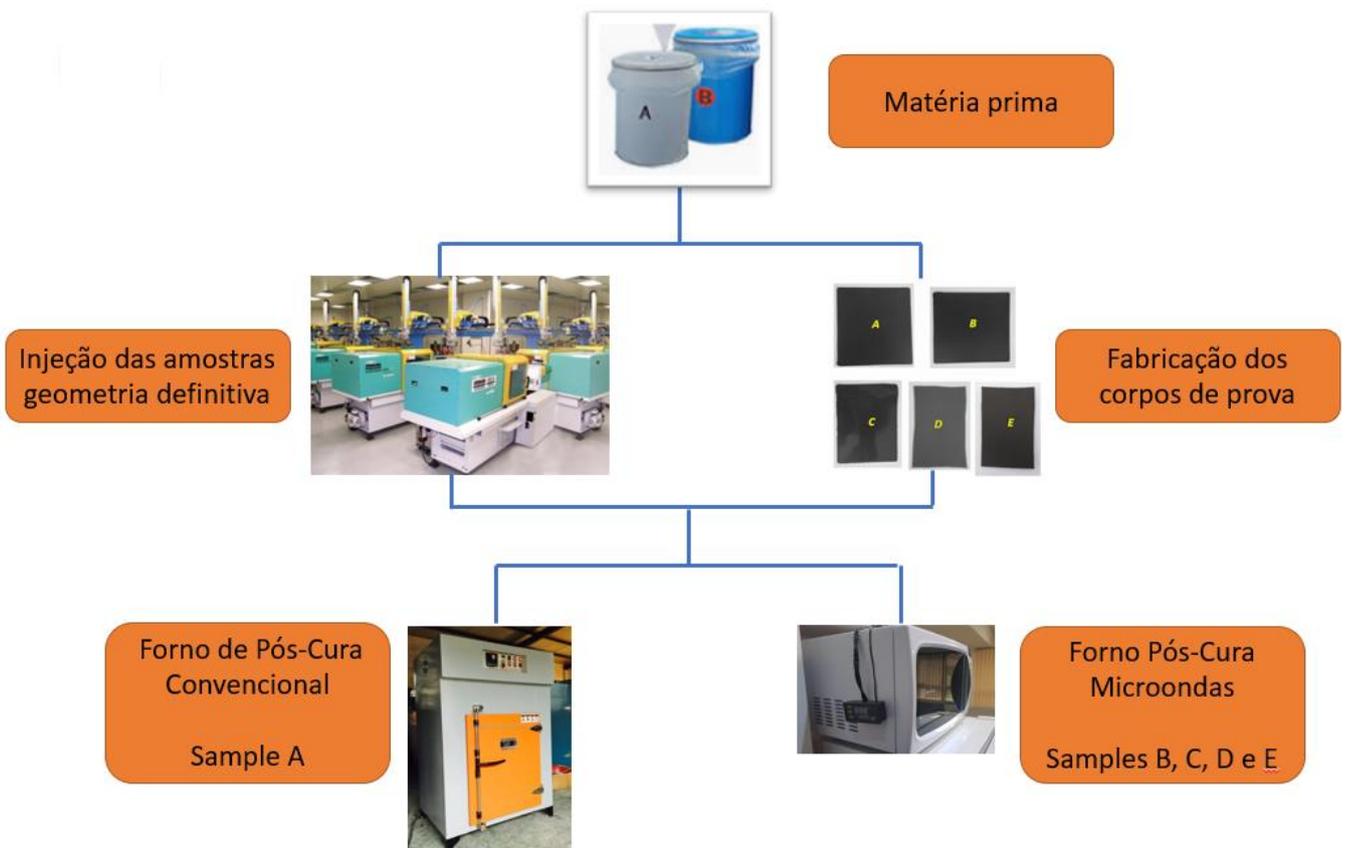


Figura 39: Processo de fabricação das amostras
(Fonte: acervo próprio)

Os corpos de prova A definitivos, foram fabricados através do processo de comum de produção para Borrachas de Silicone – LSR, isto é, através de molde de injeção específico já existente, máquina injetora horizontal já existente e material definitivo para borrachas de 02 componentes, processo e amostra conforme figura 40.



Figura 40: Amostras da borracha de silicone
(Fonte: acervo próprio)

Para a realização dos ensaios físico-mecânicos, foram produzidos corpos de prova conforme normas específicas para cada tipo de ensaio, fabricados a partir das amostras A, B nas dimensões 15 x 20 mm com 2 mm de espessura, e as amostras C, D e E nas dimensões 10 x 20 mm com 2 mm de espessura produzidas em placas conforme figura 41.

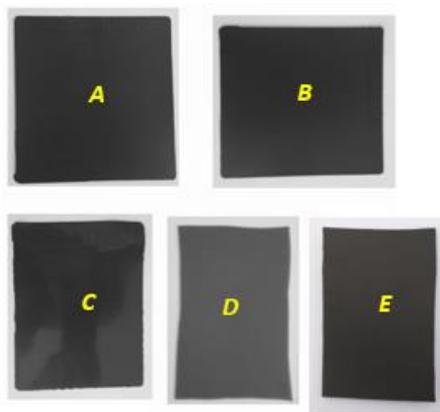


Figura 41: Amostras corpo de prova
(Fonte: SilikonBrasil)

O tempo de pós-cura das amostras, foram subdivididas em 05 (cinco) etapas conforme segue tabela 8.

Pós-cura das Amostras / Corpos de Prova			
Amostra / Corpo de Prova	Forno	Tempo	Temperatura
A	Convencional	4h	200°C
B	Microondas	2h	99,5°C ± 0,5°C
C	Microondas	1h	99,5°C ± 0,5°C
D	Microondas	30 min	99,5°C ± 0,5°C
E	Microondas	15 min	99,5°C ± 0,5°C

Tabela 8: Tabela tempo x temperatura pós-cura
(Fonte: acervo próprio)

As amostras A, sofreram a pós-cura em forno convencional elétrico de 4 h a 200°C, utilizando-se o Forno Industrial Convencional Elétrico Ventilado de mercado da marca Zhihongda Machinery™, na figura 42.



Figura 42: Forno de pós-cura convencional
(Fonte: SilikonBrasil Ltda)

O Forno Industrial Convencional Elétrico Ventilado, é composto de um ventilador “Fan”, no sistema de circulação forçada de ar para garantir a distribuição da temperatura dentro do forno, bem como a saída ‘exaustão”, é equipada com dispositivo de ventilação, conforme figura 43.

ESPECIFICAÇÕES TÉCNICAS

1. **Nome:** forno de pós-cura de silicone
2. **Modelo:** 1,0 x 1,0 x 1,5 m
3. **Escopo da temperatura de trabalho:** sala ~ 300 °C
4. **Precisão do controle de temperatura:** ± 1 °C
5. **Potência de aquecimento:** 18 kW
6. **Carrinho de aço inoxidável:** 1peça com 8 bandejas perfuradas de aço inoxidável
7. **Tamanho da sala de trabalho:** 2,0 x 2,0 x 2,5 m de altura
8. **A taxa de aquecimento** deve ser superior a 0,5 °C / min.
 - 8.1 Desde a temperatura ambiente até 150 °C, não mais do que 20 a 25 min.
 - 8.2 Desde a temperatura ambiente até 250 °C, não mais do que 30 min.

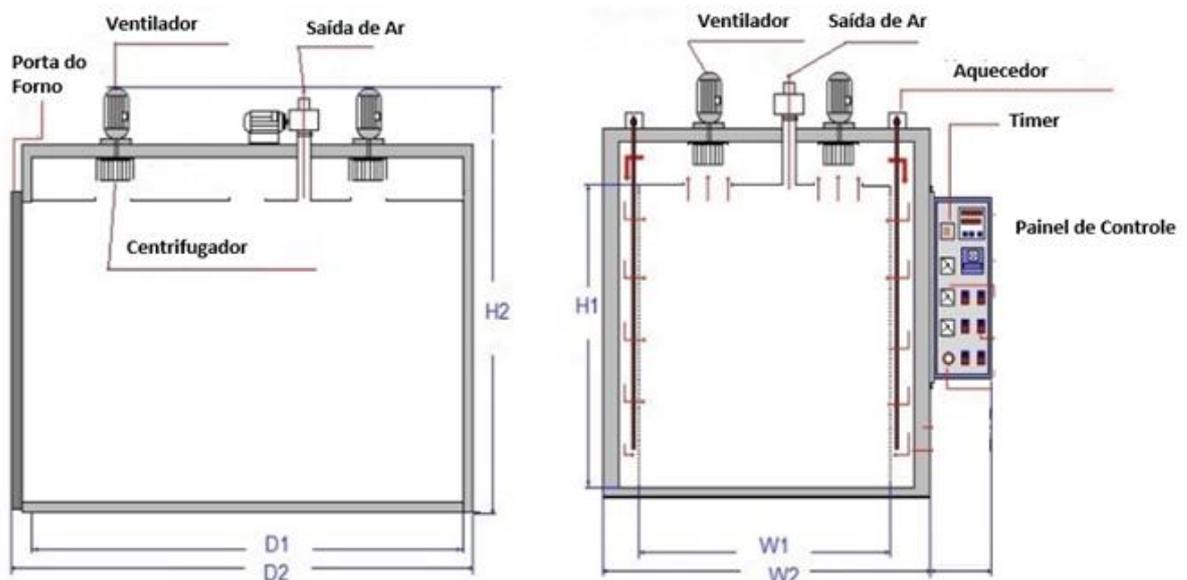


Figura 43: Planta baixa do forno convencional
(Fonte: Zhihongda Machinery)

Os corpos de prova “B, C, D e E” foram submetidos ao tratamento de pós-cura em forno de microondas.

O forno de microondas utilizado em todos os experimentos foi da marca Electrolux™, 110 V, modelo ME27F®, 22 L com gerador de MO na faixa de frequência de 2.450 MHz.

Foi utilizado o Medidor e Controlador de Temperatura da marca Yangming™ AC 180-240 V 50 Hz SSR®, com fonte de alimentação CA 180-240 V, 50 Hz, 2 VA (100 V) / 1,5 VA (240 V); Visor PV (valor do processo) e VC (valor de configuração); Faixa de exibição: 0 - 400 °C com precisão de medição: $\pm 0,3\%$.

Para execução dos experimentos, foi necessário adaptar um medidor de temperatura digital localizado internamente no teto do forno, foi feito um furo, bucha de cobre e fixado final através de massa plástica epóxi, exatamente no centro da cuba.

Ainda assim, foi adaptado a saída de controle de temperatura ligado diretamente no Magnetron do Forno de Microondas, conforme figura 44 e 45.

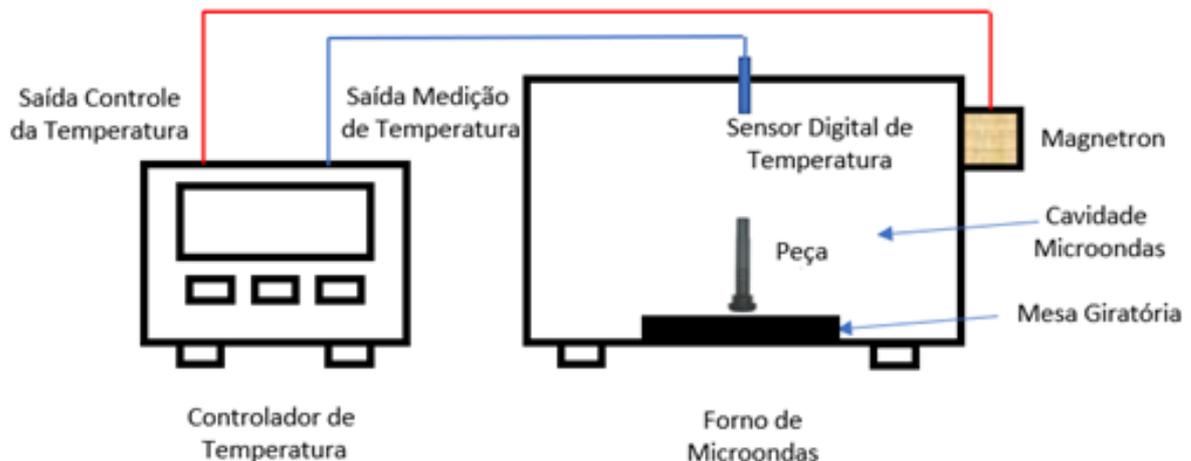


Figura 44: Esquema de adaptação do forno de microondas
(Fonte: acervo próprio)



Figura 45: Forno de microondas adaptado
(Fonte: acervo próprio)

Foram utilizados 24 corpos de prova para os tratamentos de pós-cura para os tipos “B, C, D e E”, sendo 6 amostras para cada grupo, e após o estudo de Desvio Padrão, no qual se comportaram 06 amostras de forma normal, não apresentando qualquer defeito de “derretimento” ou deformação, estabilidade dimensional e dureza nas mesmas, conforme figura 46.

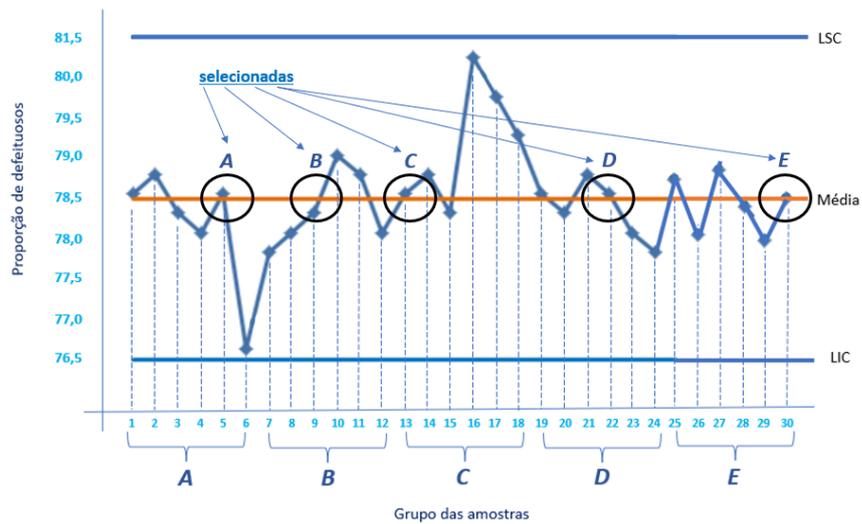


Figura 46: Desvio padrão da escolha das 5 amostras para pós-cura
(Fonte: acervo próprio)

Uma vez selecionadas as 05 (cinco) amostras, além de serem amostras de peças definitivas, tais amostras mantiveram estabilidade dimensional e formas geométricas igual as amostras normalmente pós-curadas em forno de pós-cura convencional elétrico, conforme figura 47.



Figura 47: Amostras funcionais pós-curadas no forno microondas
(Fonte: acervo próprio)

3.3 Ensaios físico-mecânicos após tratamento de pós-cura

Os corpos de prova produzidos para os ensaios mecânicos, foram produzidos a partir de “folhas de silicone” e foram baseados nas geometrias requeridas pelas normas internacionais que rege cada ensaio e foram fornecidas pela SilikonBrasil Ltda e conforme serão apresentados a seguir.

3.3.1 Ensaio de densidade

O teste de densidade foi realizado com a retirada direto da rosca de injeção dos componentes A e B durante a fase de startup da máquina injetora, conforme no círculo pontilhado vermelho, em 10^3 entre a fase de injeção e enchimento, devido ao fato que neste período, os componentes A e B já estão misturados e na temperatura correta de 220°C , conforme mostra figura 48 e 49.

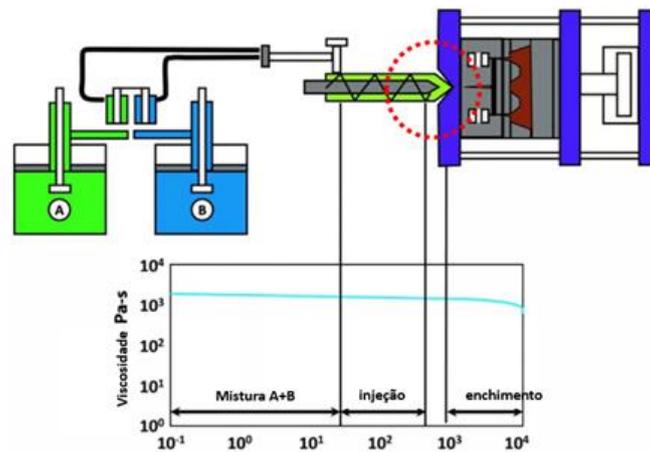


Figura 48: Esquema de injeção e retirada da amostra para densidade
(Fonte: CT Borracha)



Figura 49: Amostra da injeção para teste de densidade
(Fonte: SilikonBrasil Ltda)

Para se fazer o ensaio de densidade, foram fabricadas e preparadas 05 (cinco) amostra que tiveram sua matéria-prima colhida na quantidade de 200 gramas diretamente da região da rosca e da região dos bicos do portamolde, conforme figura 50.

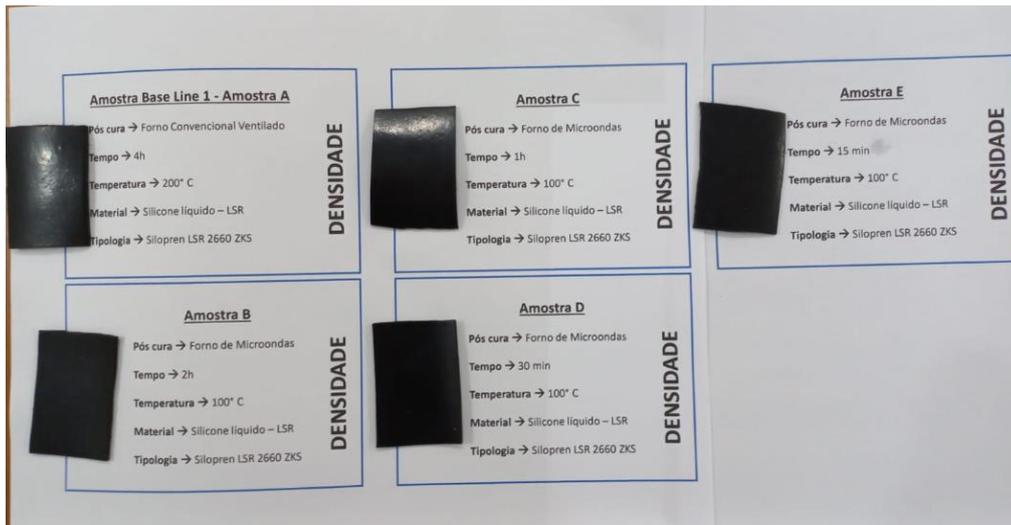


Figura 50: Corpo de prova de ensaio de densidade
(Fonte: acervo próprio)

O método utilizado foi conforme Norma DIN 53479 A, isto é, pesando o sólido no ar (A) e, em seguida, no líquido auxiliar (B) com densidade conhecida. A densidade do sólido ρ pode ser calculada da seguinte forma.

Os resultados foram em g/m^3 e a medida nominal conforme folha técnica da matéria prima é $1,13 \text{ g}/\text{cm}^3$ com tolerância de 0,0% a 0,7%.

Tolerância \rightarrow 0,0% a 0,7%

Nominal \rightarrow $1,13 \text{ g}/\text{cm}^3$
(datasheet)

$\left\{ \begin{array}{l} 0,0\% \rightarrow 1,13 \text{ g}/\text{cm}^3 \\ 0,7\% \rightarrow 1,2091 \text{ g}/\text{cm}^3 \end{array} \right.$

O equipamento utilizado foi o Densímetro da Empresa Precisa da Suíça modelo XS 125 A, conforme figura 51 abaixo.

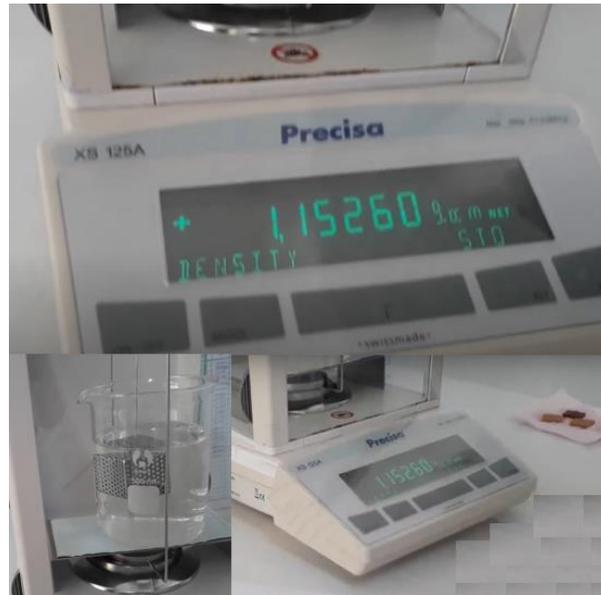


Figura 51: Medidor de densidade XS 125A
(Fonte: Silikoneurope SpA)

$$\rho = \frac{A}{A - B} (\rho_0 - \rho_L) + \rho_L$$

ρ = Densidade da amostra

A = Massa da amostra no ar

B = Massa da amostra no líquido auxiliar

ρ_0 = Densidade do líquido auxiliar (água destilada = 1 g/cm³)

ρ_L = Densidade do ar (0,0012 g/cm³)

3.3.2 Ensaio de resistência à tração e alongamento – DIN 53504 S2

Para se medir e verificar a resistência do ensaio e alongamento à tração, foram fabricados corpos de prova de seguindo a Norma DIN 53504 S2, sendo tais corpos de prova do tipo “gravatinhas” seguindo as dimensões do “Tipo S2” conforme figura 52 e 53 a seguir.

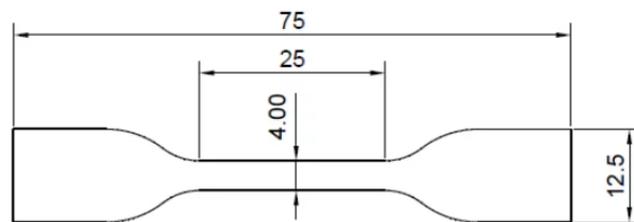


Figura 52: Geometrias do corpo de prova resistência à tração e alongamento
(Fonte: acervo próprio)



Figura 53: Corpos de prova resistência à tração e alongamento
(Fonte: acervo próprio)

Método conforme norma de ensaio de tração da *DIN 53504 S2*®, para determinar o comportamento de materiais sob uma carga de estiramento axial. Os dados obtidos no teste à temperatura de 21 a 25° C são usados para determinar o limite de propriedades de tração, o equipamento utilizado foi da marca Lixian Instrument modelo HZ 1003 testes de tração universal conforme figura 54.



Figura 54: Teste de tração conforme DIN 53504 S2
(Fonte: Siezzo)

3.3.3 Ensaio de Força de Rasgo - ASTM D624 die B

O ensaio da força de rasgo é de um ensaio de tração que tem por definição medir a força necessária para alongar e quebrar uma amostra. É usado para determinar a força e a elasticidade de borrachas, tecidos, não- tecidos, plásticos e outros materiais.

Para realizar este ensaio de força de Rasgo, foi aplicada a metodologia da Norma ASTM D624® die B, que está de acordo com a folha técnica do fabricante. Para isso foi

fabricado amostras do tipo “alteres” baseado na geometria opção “B” conforme segue figura 55 e a figura 56 apresentam os corpos de prova para o ensaio de força de rasgo.

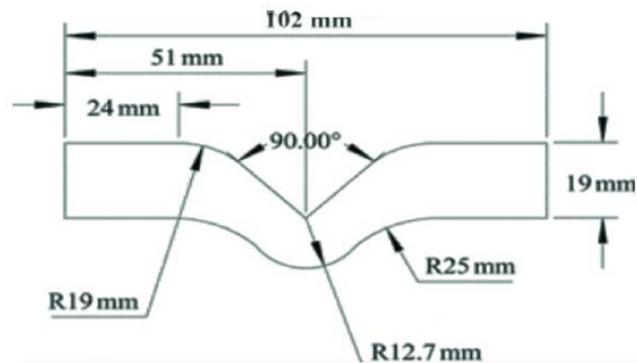


Figura 55: Geometrias do corpo de prova de ensaio de força de rasgo
(Fonte: acervo próprio)

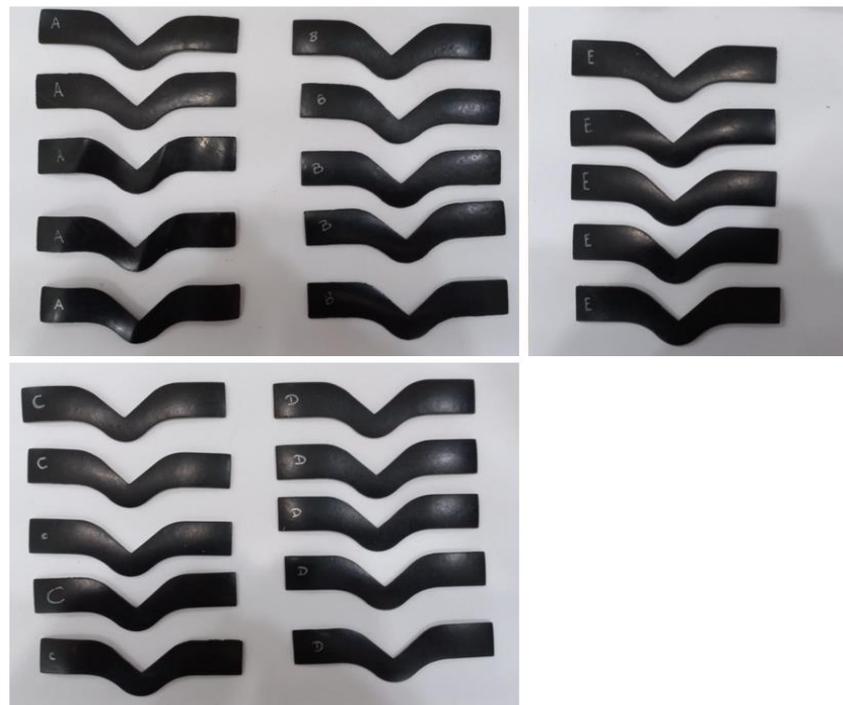


Figura 56: Corpo de prova de ensaio de força de rasgo
(Fonte: acervo próprio)

Método conforme norma de ensaio de tração da DIN 53504 S2, para determinar o comportamento de materiais sob uma carga de alongamento em função da espessura do corpo de prova. Este ensaio foi utilizado do equipamento da empresa TEAM DT-500 com garras de rolo excêntrico, pertencente à Siezzo conforme figura 57.



Figura 57: Teste de alongamento
(Fonte: Siezzo)

3.3.4 Ensaio de compressão – DIN ISO 815

Para realizar este ensaio de compressão, a metodologia aplicada foi conforme Norma DIN ISO 815, que está de acordo com a folha técnica do fabricante.

Os corpos de prova, foram fabricados seguindo as orientações normalizadas com base na relação às porcentagens (%), para esse ensaio utilizou-se corpos de prova do tipo “moedas”, seguindo as dimensões da norma em questão conforme figuras 58 e 59 abaixo.

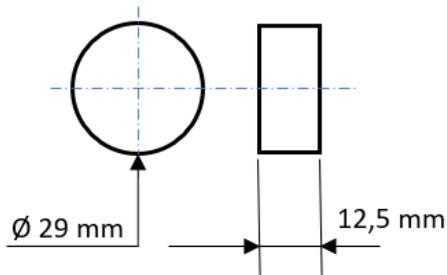


Figura 58: Desenho dos corpos de prova de ensaio de compressão
(Fonte: Norma DIN)

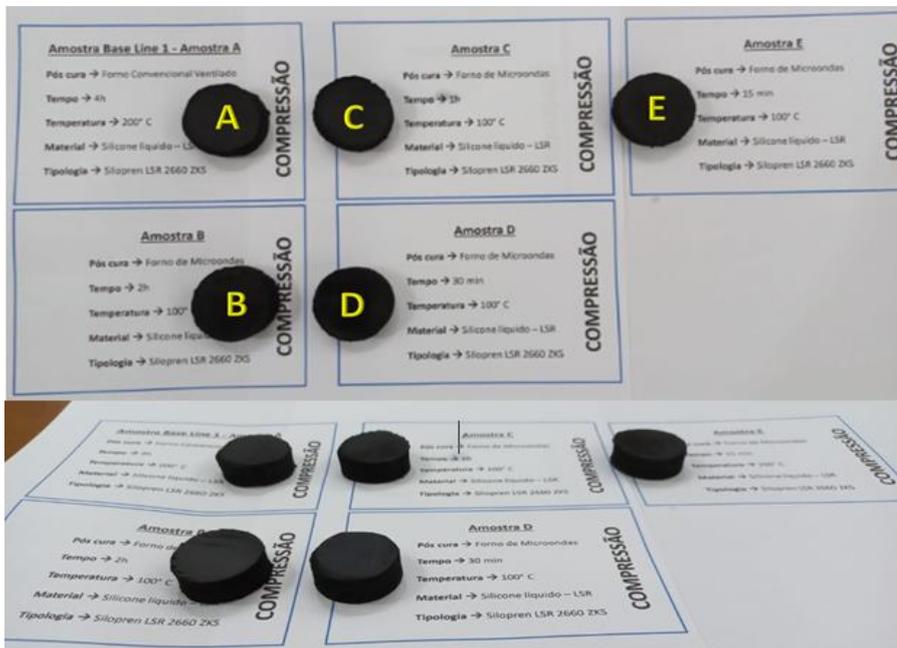


Figura 59: Corpos de prova de ensaio de compressão
(Fonte: acervo próprio)

Este método, se destina a medir a capacidade das borrachas de dureza dentro da escala IRHD (*International Rubber Hardness Degrees*), na faixa de 10 a 95 IRHD em reter suas propriedades elásticas em temperaturas especificadas após compressão prolongada em deformação constante de 20% sob um dos conjuntos alternativos de condições descritas. A temperatura ambiente e dos corpos de prova, foram mantidas entre 21 e 23 °C a 24 h, sendo que o equipamento utilizado foi o Stech Testing Machines, conforme figura 60 abaixo.



Figura 60: Ensaio de compressão
(Fonte: SilikonBrasil)

3.3.5 Ensaio de dureza – DIN 53505

Os corpos de prova de ensaio de Dureza conforme Norma DIN 53505, foram fabricados conforme geometria de “moedas”. Para este ensaio de dureza em questão, se fez necessário utilizar a escala de dureza Shore A, conforme figura 61 e 62.

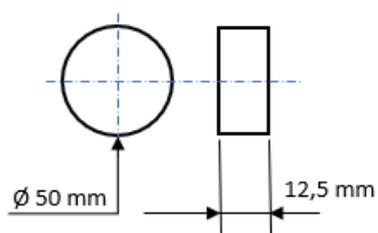


Figura 61: Medição dos ensaios de compressão
(Fonte: acervo próprio)



Figura 62: Corpos de prova de ensaio de dureza
(Fonte: acervo próprio)

Este método, se destina a medir a capacidade das borrachas de dureza dentro da escala IRHD (*International Rubber Hardness Degrees*), na faixa de 10 a 95 Shore A, para verificação das propriedades elásticas. Tal teste foi realizado utilizando-se o durômetro digital da marca *Shore USA*TM em temperatura ambiente, conforme figura 63.



Figura 63: Ensaio de dureza
(Fonte: Siezzo)

O objetivo foi verificar se a dureza de cada corpo de prova com diferentes pós-cura se apresenta, estão conforme, isto é, em condições aceitáveis pela norma DIN ISO 815 e com isso, garantir que as peças pós-curadas em forno de microondas, estejam de acordo com as exigências e diretrizes internacionais de aplicabilidade.

3.4 Ensaios físico-químicos após o tratamento de pós-cura

Para o correto seguimento de qualificação, análise e melhor escolha das amostras, seria necessário aplicarmos técnicas de verificação já conhecidas e utilizadas, tanto na indústria quanto nas universidades, no tocando às análises de materiais.

Com isso fizemos as seguintes verificações:

- a) Calorimetria diferencial de varredura (DSC)
- b) Análise termogravimétrica (TGA)
- c) Difração de raios X (XRD)
- d) Espectroscopia na região do infravermelho (FTIR)
- e) Reometria

3.4.1 Identificação das amostras

Foram preparadas e identificadas as amostras destinadas aos testes acima relacionados, sendo a amostra A pós-curada em forno convencional e as amostras B, C, D e E foram pós-curadas em forno de microondas conforme figuras 64.



Figura 64: Amostras A, B, C, D e E para análises físico-químicas
(Fonte: acervo próprio)

3.4.2 Ensaio de DSC - Calorimetria Exploratória Diferencial

As 05 amostras analisadas foram fornecidas e fabricadas pela *SilikonBrasil*TM através do processo fabril de injeção de silicone líquido (LSR) e os materiais utilizados na análise como cadinho de alumínio para material sólido, nitrogênio 99% puro. Os testes foram realizados em Thermal analyser TA 60W-*Shimadzu*TM (DSC-60, Kyoto, Japan).

O equipamento foi programado sob fluxo de 50 mL.min⁻¹ de nitrogênio puro, para um ciclo de aquecimento entre 25 °C e 350 °C, com razão de aquecimento de 10 °C.min⁻¹. A massa de ~ 2 mg de cada amostra foi pesada diretamente no cadinho de alumínio, os quais foram imediatamente tampados e selados. Denominação das amostras e respectivas massas de cada amostra utilizada, na tabela 9.

Amostras	Massa (mg)
Amostra A	2,450
Amostra B	2,710
Amostra C	2,230
Amostra D	1,850
Amostra E	2,610

Tabela 9: Massas das amostras DSC
(Fonte: acervo próprio)

3.4.3 Ensaio de FTIR – Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier

As amostras analisadas foram fornecidas e fabricadas dentro da *SilikonBrasil™* através do processo fabril de injeção de silicone líquido (LSR), utilizando a matéria-prima LSR, o objetivo desse método é medir as alterações de entalpia que ocorrem devido a alterações nas propriedades físicas e químicas de um material em função da temperatura ou do tempo, tendo a possibilidade de identificar e caracterizar materiais. A espectroscopia no infravermelho (IR) na figura 65, é uma ferramenta poderosa usada para a detecção precoce de flutuações em materiais para termoplásticos. O método de teste IR detecta os comprimentos de onda absorvidos quando o material é exposto a impulsos eletromagnéticos. Os dados de teste coletados também servem como uma referência útil para observar flutuações ao comparar lotes de materiais e para identificar propriedades fora das especificações. As amostras analisadas foram fornecidas e fabricadas dentro da *SilikonBrasil™* através do processo fabril de injeção de silicone líquido (LSR), utilizando a matéria-prima LSR e as análises foram feitas por ATR - *Attenuated Total Reflectance* (Refletância Total Atenuada) diretamente nas amostras pelo modo de operação de refletância, utilizando o equipamento espectrofotômetro *Bruker Alpha II™*.

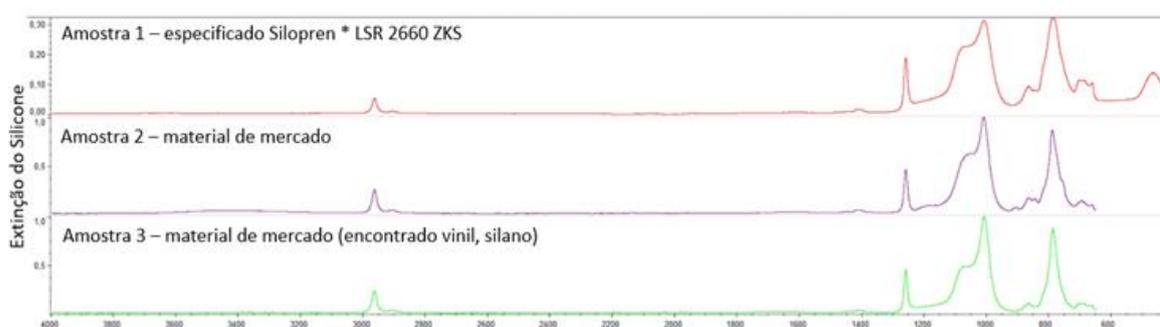


Figura 65: Espectros IR do LSR
(Fonte: acervo próprio)

Alguns dos benefícios de testar materiais de silicone líquido injetado (LSR) com espectroscopia no infravermelho (IR) incluem:

- ✓ Os resultados do teste de material fornecem informações valiosas para fazer ajustes, dentro da janela de processo definida, para o processo de moldagem por injeção
- ✓ Descobertas fora das especificações fornecem comprovação para rejeitar o material antes do processamento.
- ✓ Fornece uma visão sobre a química por trás da reação, demonstrando a correlação entre os dados químicos e mecânicos e uma visão abrangente de todas as propriedades de cura dos materiais.

3.4.4 Ensaio de TG – Termogravimetria

O objetivo desse ensaio é, através de uma técnica destrutiva, monitorar a variação da massa de uma amostra em função da temperatura ou do tempo em um ambiente de temperatura e atmosfera controladas. As análises foram feitas a partir de uma atmosfera controlada e registrada continuamente como uma função da temperatura/tempo à medida que a temperatura aumenta de acordo com a norma *ASTM E 2550-11*®.

O equipamento usado na análise foi o Shimadzu com módulo termogravimétrico TGA-50 e o teste foi constituído por uma microbalança e um forno conectados a um programador responsável pelo controle do perfil de temperaturas a que as amostras foram submetidas e as condições do ensaio podem ser observadas na tabela 10.

Condições do ensaio de TG.				
Etapa	Temperatura (°C)	Taxa de Aquecimento (°C/min)	Gás Utilizado	Vazão do Gás (mL/min)
I	25 a 600	10	N ₂	50
II	600	Isoterma 3 minutos	N ₂	50
III	600 a 800	10	O ₂	50
IV	800	Isoterma 3 minutos	O ₂	50
Data de Realização: 16/09/2021 e 17/09/2021				
Equipamento: Shimadzu, módulo termogravimétrico TGA-50				
Suporte de Amostra: Platina				
Massas das Amostras (mg)	A : 11,666		B : 11,770	
	C : 11,343		D : 11,695	
	E : 11,455			

Tabela 10: Condições de ensaio de TG
(Fonte: acervo próprio)

3.4.5 Ensaio de DRX – Difração de raios-x

O objetivo desse ensaio, no caso dos materiais poliméricos, é determinar a cristalinidade por meio desta técnica, através das áreas geradas pelos picos cristalinos em relação a área de todo o espectro gerado e pode se obter a estrutura formada pelos cristais e como estes se encontram organizados espacialmente.

As amostras e as análises foram feitas a partir de uma técnica aplicada para determinar a estrutura atômica e molecular, na qual os átomos cristalinos fazem com que um feixe de raios X incidentes difratem em muitas direções específicas.

O equipamento utilizado na análise foi o *D8 Advance Eco™*, *Bruker®*, que propicia técnicas de difração de pó de raios-X (XRPD) estão entre as ferramentas mais importantes para a caracterização de materiais. O *D8 ADVANCE ECO™* e o software *DIFFRAC.SUITE™* suportam a execução simples de métodos XRPD comuns, conforme tabela 11.

<i>Condições da análise de DRX.</i>	
Equipamento: D8 Advance Eco, Bruker	
Condições de Operação: 40kV x 40mA (1600W)	
Radiação: Tubo de Cu, com radiação $K\alpha_1$	Comprimento de Onda: 1,54050 Å
Velocidade de Varredura: 6°/min	Intervalo de Varredura: 4° a 60°
Data de Realização: 29/09/2021	

Tabela 11: Condições da análise de DRX
(Fonte: acervo próprio)

3.4.6 Ensaio de Reometria

O objetivo desse ensaio é determinar as propriedades físicas das borrachas, ou seja, as relações qualitativas e quantitativas entre tensões, deformações e para determinar as características de processamento de vulcanização dos compostos. O método utilizado foi de regular o reômetro com os Platôs Superior e Inferior à 180° C com o tempo de 5 min. O aparelho de teste reológico mecânico da Marca *Team Solution*TM e de propriedade da *EBOCAM*TM, conforme figura 66.



Figura 66: Fotos do reômetro utilizado nos ensaios
(Fonte: Ebocam)

3.5 Ensaio de alta tensão elétrica

O ensaio de rigidez dielétrica, tem por definição, verificar a resistividade, permissividade, fator de perda de tensão e pôr fim a rigidez dielétrica, isto é, quanto um isolante (*Boot*) de silicone poderá suportar em uma eventual variação de tensão e temperatura durante a utilização de motores eletrônicos de combustão, isto é, automotores, estacionários, aéreos, marítimos etc. Com o evento da redução de emissões de CO₂, torna-se necessário aumentar a tensão das bobinas de ignição e neste caso, montar a bobina de ignição diretamente no topo da câmara de combustão. Com esse evento, a principal função da bobina de ignição é transformar a tensão do sistema de alimentação do veículo 12 V em alta-tensão próximos a 40 kV, fazendo com que esse novo tipo de bobina além de suportar altas tensões. Também tem que suportar altas temperaturas em torno de 200 °C e pressões próximos a 6 bar, pois além do mais, essas novas bobinas emitem faísca única e não mais de 2 a 4 faíscas como no passado. Além do mais, para este tipo de bobina de ignição em específico, é informado no *datasheet* (folha técnica do material) que a rigidez dielétrica seja no máximo de 28,1 kV/mm, isto é, tal valor deve ser aplicado levando a consideração a espessura do isolante (*Boot*), que é de 2 mm diâmetro interno menos o diâmetro externo bem próximo de onde o terminal da bobina monta no terminal da vela, resultando em 56,2 kV/mm conforme mostra figura 67.

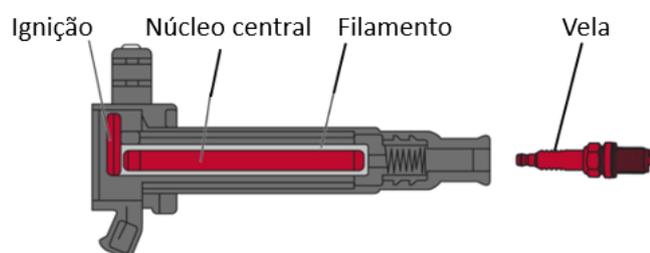


Figura 67: Montagem final bobina + capa de silicone + vela
(Fonte: acervo próprio)

De todas as amostras com geometria definitiva fabricadas, foram selecionadas 04 amostras dos grupos “D e E”, que foram pós-curadas em 30 min e 15 min assim respectivamente para seguir com os testes de alta tensão elétrica e que após o estudo de desvio padrão, foram escolhidas por não apresentaram quaisquer defeitos de derretimento, deformação, estabilidade dimensional e dureza, conforme as figuras 68 a seguir.



Figura 68: Amostras pós cura no forno microondas
(Fonte: acervo próprio)

Este ensaio se trata da aplicação de uma tensão extra alta através da barreira de isolamento do dispositivo por um minuto, isto é, das amostras definitivas. No entanto, se a tensão aplicada levar à degradação repentina do material de isolamento e permitir que a corrente flua, o isolamento é determinado como insuficiente, pois pode representar um perigo de choque elétrico aos usuários. O equipamento utilizado foi o *HP 5300M*® da *Entran*™.

- ✓ Resistividade de volume = $1,7 \times 10^{15} \Omega\text{cm}$
- ✓ Permissividade = 2,9
- ✓ Fator de perda tan delta = 3×10^{-4}
- ✓ Rigidez dielétrica = 28,1 kV/mm

Todos os ensaios dielétricos foram realizados seguindo as Normas *NBR IEC 60156®* e *NBR 6869™*, foi testado 06 amostras e não ocorreram fuga de tensão entre o terminal da vela e o terminal da bobina.

A rigidez dielétrica foi elevada entre um “range” de 36 kV/mm e 39 kV/mm (baseline de 28,1 kV/mm) e sem nenhum problema de fuga, conforme figura 69.



Figura 69: Equipamento de ensaio de rigidez dielétrica
(Fonte: acervo próprio)

O dispositivo foi feito específico para a amostra em questão e foi montado posteriormente na bancada de ensaios de upload conforme esquema também a seguir, simulando o funcionamento na bobina de ignição de alta tensão no cabeçote do motor, conforme figura 70 e 71.



Figura 70: Dispositivo de montagem test upload
(Fonte: acervo próprio)

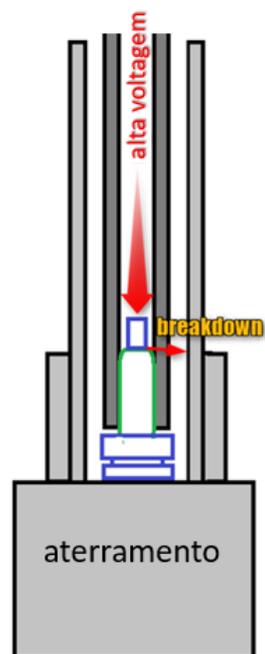


Figura 71: Esquema da montagem test upload
(Fonte: acervo próprio)

Foram testadas 04 amostras “D e E” no *Upload* e que não ocorreram fuga de tensão entre a vela e o *Boot* da bobina, teste realizado na bancada na figura 72.



Figura 72: Bancada de test upload
(Fonte: acervo próprio)

O ensaio de *Upload* ou *Hipot* (picos de alta potência), nada mais é que utilizar a tensão dielétrica como ensaio básico da avaliação de segurança de produtos de dispositivos elétricos/eletrônicos e fornece aos fabricantes importantes informações sobre a qualidade e adequação do sistema de isolamento escolhido.

O teste envolve a aplicação de uma tensão extra alta através da barreira de isolamento, neste caso nossas amostras definitivas D e E por um minuto até levar à falha repentina do material e permitindo que a corrente flua, sendo assim, o isolamento é determinado como insuficiente, pois pode representar um perigo de choque elétrico aos usuários. Tal teste deve ser livre de humidade, evitar realizá-lo em países de ponto de orvalho alto, recomenda-se sua execução câmara controlada nos quesitos humidade, pressão e temperatura.

A rigidez dielétrica foi elevada entre um range de 36 a 39 kV/mm (baseline de 28,1 kV/mm), após isso 40 kV/mm, ocorreram furos de fuga de tensão nas amostras e não foi possível seguir além.

4 – RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Resultados do ensaio de densidade

A informação do da folha técnica do material em questão, prescreve densidade nominal de 1,13 g/cm³ e as variações podem ocorrer na faixa de tolerância entre 0,0% a 0,7% (1,13 g/cm³ a 1,2091 g/cm³). Após os ensaios, verificou-se que todos os corpos de provas mantiveram se dentro das tolerâncias especificadas, isto é, além de mesma matéria prima, todos os corpos de prova eram do mesmo lote de fabricação. As variações da temperatura do líquido devem ser levadas em consideração, já que podem causar mudanças na densidade na ordem de grandeza de 0,001 a 0,1 por °C, cujo efeito pode ser visto na terceira casa decimal do resultado, conforme tabela 12 e figura 73 a seguir.

Amostras	Medições					Média
	1ª	2ª	3ª	4ª	5ª	
Amostra A	1,1530	1,1550	1,1530	1,1540	1,1520	1,1534
Amostra B	1,1890	1,1900	1,1790	1,1850	1,1880	1,1862
Amostra C	1,1920	1,1900	1,1910	1,1900	1,2000	1,1926
Amostra D	1,1830	1,1850	1,1840	1,1840	1,1820	1,1836
Amostra E	1,1870	1,1880	1,1900	1,1880	1,1900	1,1886

Tabela 12: Medições dos ensaios de densidade
(Fonte: acervo próprio)

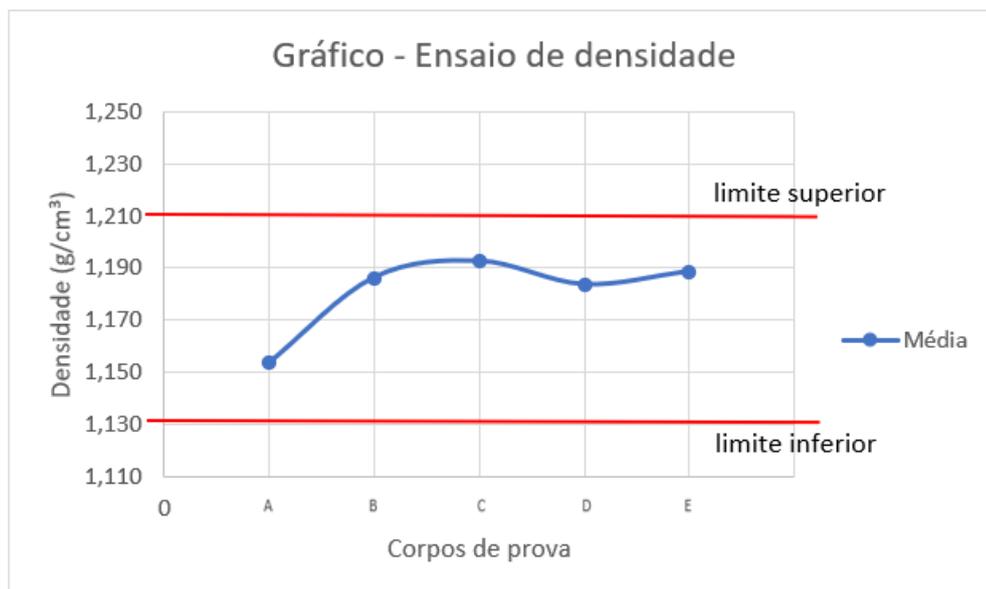


Figura 73: Medições dos ensaios de densidade
(Fonte: acervo próprio)

4.2 Resultados dos ensaios de resistência à tração e alongamento

Pode-se observar que o comportamento elástico de cada corpo de prova, em relação à tensão, deformação e posterior ruptura ficaram dentro do esperado do esperado pela Norma, isto é, tensão e deformação de escoamento e tensão de ruptura em 11,40 MPa com variações de tolerância de - 6 MPa máximo (5,40 a 11,40 MPa) conforme figura 74 e alongamento na figura 75, nota-se que todos os corpos de prova mantiveram se dentro do especificado.

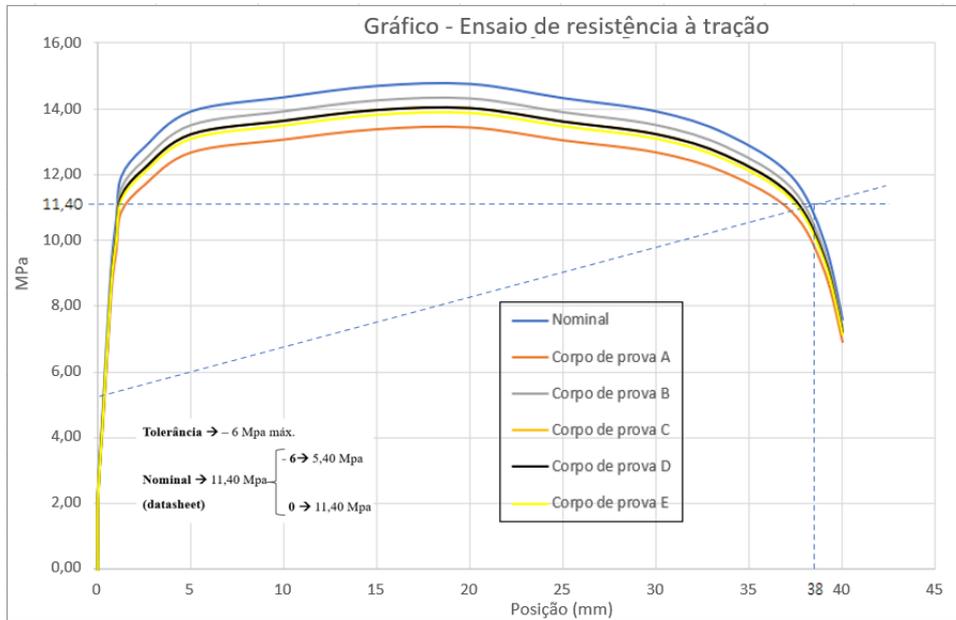


Figura 74: Medição dos ensaios de tração
(Fonte: acervo próprio)

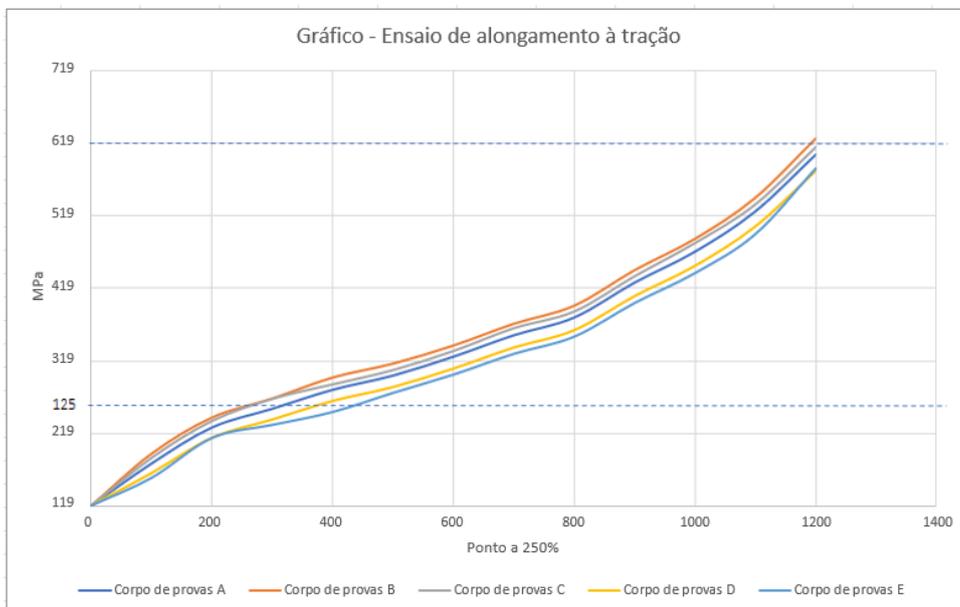


Figura 75: Medição dos ensaios de tração
(Fonte: acervo próprio)

4.3 Resultados de ensaio de força de rasgo

Pode-se observar que o comportamento elástico de cada corpo de prova, em relação à tensão, deformação e posterior ruptura ficaram dentro do esperado pelo fator de rasgo pré-definido pela Norma e pela Folha Técnica do Material, isto é, o corpo de provas rasgou dentro da tolerância de $- 5 \text{ N/mm}$ com o nominal de 39 N/mm ($34 \text{ a } 39 \text{ N/mm}$), conforme figura 76, nota-se que todos os corpos de prova mantiveram se dentro do especificado.



Figura 76: Gráfico do ensaio força de rasgo
(Fonte: acervo próprio)

4.4 Resultados do ensaio de compressão

As amostras A, B e C se mantiveram próximas, enquanto as amostras D e E ocorreram resistência maior em retornar à posição original, isto é, o efeito memória elástica foi aquém do esperado, conforme fórmula, cálculo e os resultados seguem na tabela 13 e figura 77.

H1 é a espessura inicial da amostra

H2 é a espessura final após o teste

H3 é a espessura de fixação do dispositivo

$$\text{fórmula: } \frac{H1 - H2}{H1 - H3} \times 100 = \text{deformação \%}$$

o resultado não pode ser inferior $\geq 20\%$ de compressão.

O efeito de retorno “memória elástica” dos corpos de prova A, B e C se mantiveram bastante próximos e o mesmo ocorreu com os corpos de prova D e E que apresentaram uma resistência maior em retornar à posição original, mesmo assim, todos os corpos de prova foram aprovados, pois se mantiveram dentro do especificado pela norma e folha técnica.

Amostras	Medições			
	H1 (mm)	H2 (mm)	H3 (mm)	Resultado (%)
Amostra A	12,5	11,8	12,20	23,33%
Amostra B	12,5	11,7	12,16	23,53%
Amostra C	12,5	11,75	12,18	23,44%
Amostra D	12,5	11,81	12,18	21,36%
Amostra E	12,5	11,81	12,18	21,56%

Tabela 13: Medições dos ensaios de compressão
(Fonte: acervo próprio)

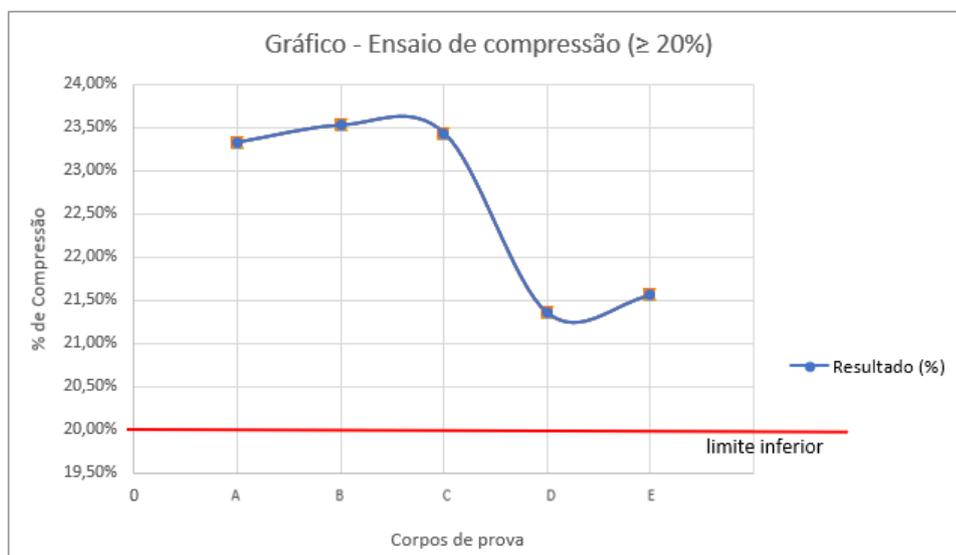


Figura 77: Medição dos ensaios de compressão
(Fonte: acervo próprio)

4.5 Resultados do ensaio de dureza

Foram utilizados 05 corpos de prova A, B, C, D e E que foram fabricados de acordo com a Norma DIN 53505, folha técnica e solicitação de dureza de 60 Shore A $\pm 8\%$ (48 a 65 Shore A), foram tomadas 05 medições, uma no centro e as outras quatro nos quadrantes de cada corpo de prova e no final foi tirado uma média entre os 05 pontos de cada corpo de provas, conforme figura 78 abaixo.

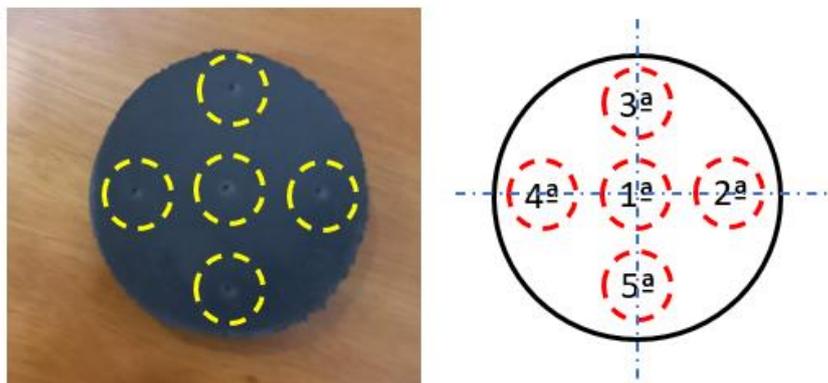


Figura 78: Medição das durezas
(Fonte: Siezzo)

Seguem os resultados das medições, bem como a média calculada das 05 medições, sendo assim, todas as medições bem como todas as médias foram aprovadas, pois ficaram dentro da tolerância requerida, como também segue informado na tabela 14 e figura 79 a seguir.

Amostras	Medições					Média
	1ª	2ª	3ª	4ª	5ª	
Amostra A	60	58	54	53	58	57
Amostra B	58	54	50	55	56	55
Amostra C	62	60	57	58	59	59
Amostra D	59	57	53	53	54	55
Amostra E	59	55	54	56	58	56

Tabela 14: Tabela das medições das durezas
(Fonte: acervo próprio)

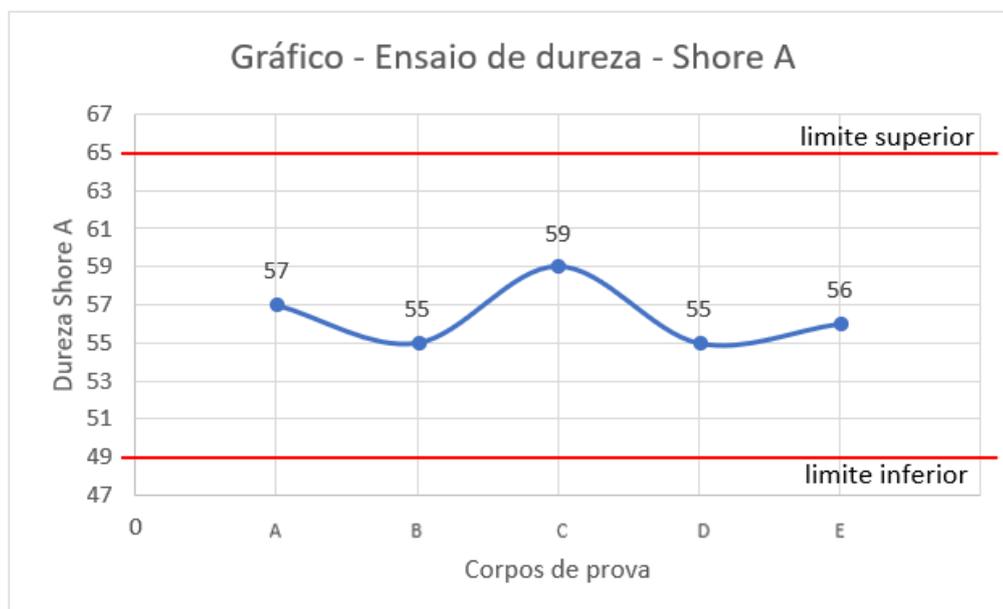


Figura 79: Resultado das durezas
(Fonte: acervo próprio)

4.6 Discussão dos resultados físico-mecânicos

A tabela 15 apresenta os dados da comparação entre os resultados dos ensaios físico-mecânicos das amostras A, B, C, D e E.

Avaliando as amostras com um todo, foi notado que em todos os testes físico-mecânicos, as amostras estudadas se comportaram dentro das especificações (de acordo com o *datasheet* (folha de dados técnicos do fabricante de matéria-prima) e das normas internacionais. As densidades de todas as amostras estavam dentro do esperado (1,13 a 1,21 g/cm³), a tensão de ruptura entre 5,4 e 11,4 MPa, a resistência nominal ao rasgo entre 34,0 a 39,0 N/mm, o efeito da mola elástica entre 21,6 a 23% sob compressão, dureza Shore A entre 52 e 68.

Todas as amostras que foram submetidas a tratamento de pós- cura por irradiação por microondas comportaram-se muito bem, de acordo com os valores mencionados pelo fabricante e pelas normas internacionais, com valores semelhantes aos das amostras tratadas pelo forno convencional.

Verificou-se que as amostras D e E que além de fazerem parte importante neste estudo devido ao tempo reduzido de pós-cura (30 minutos e 15 minutos respectivamente) se comportaram de forma semelhante. Sendo assim, foi decido continuar os estudos com foco nessas duas amostras.

TABELA COMPARATIVA DOS TESTES FÍSICO-MECÂNICOS								
AMOTRAS								
	Datasheet	A	B	C	D	E		
Física	Valor nominal	Medido	Medido	Medido	Medido	Medido	Tolerância	Método de teste
Densidade (g / cm ³)	1.13	1,1534	1,1862	1,1926	1,1836	1,1886	0,5% a 0,7%	DIN 53479 A
Elastômeros								
Resistência à tração (Mpa)	11.4	10,1	10,5	11,3	10,31	10,33	- 6Mpa máx.	DIN 53504 S2
Alongamento (%)	500	580	615	590	570	570	619 máx.	DIN 53504 S2
Força de rasgo (N / mm)	39	38	37	36	35	35	- 5N/mm	ASTM D624 die B
Compressão (%)	20	23,33	23,53	23,44	21,36	21,56	± 2	DIN ISO 815
Dureza								
Dureza (Shore A)	60	57	55	59	55	56	± 8	DIN 53505

Tabela 15: Tabela de testes para ensaios físico-mecânicos
(Fonte: acervo próprio)

4.7 Resultados dos ensaios de DSC

Termograma da amostra A (*baseline*) mostra a rampa de temperatura de aquecimento entre 25 °C e 350 °C, com taxa de aquecimento de 5 °C min⁻¹ e 10 °C min⁻¹, na figura 80.

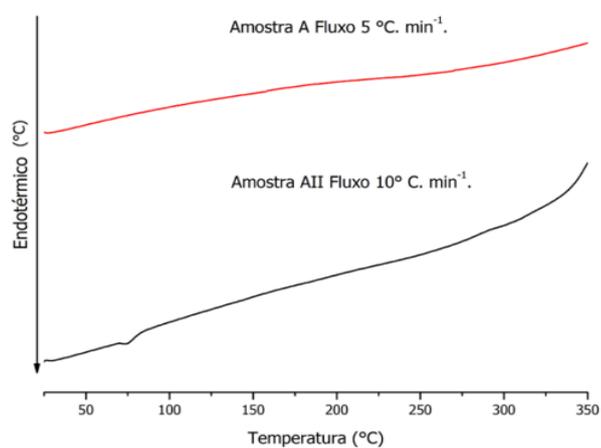


Figura 80: Termograma das amostras A
(Fonte: acervo próprio)

Termogramas das amostras A, B, C, D e E com rampa de temperatura de aquecimento entre 25 e 350 °C, com taxa de aquecimento de 10 °C min⁻¹, na figura 81.

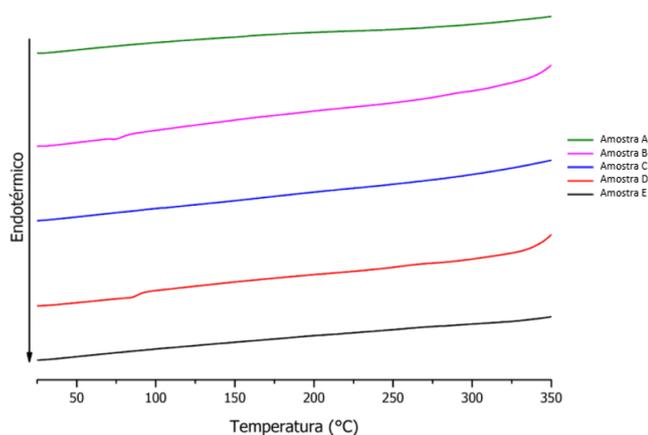


Figura 81: Termograma das amostras A, B, C, D e E
(Fonte: acervo próprio)

Pico da amostra D na figura 82.

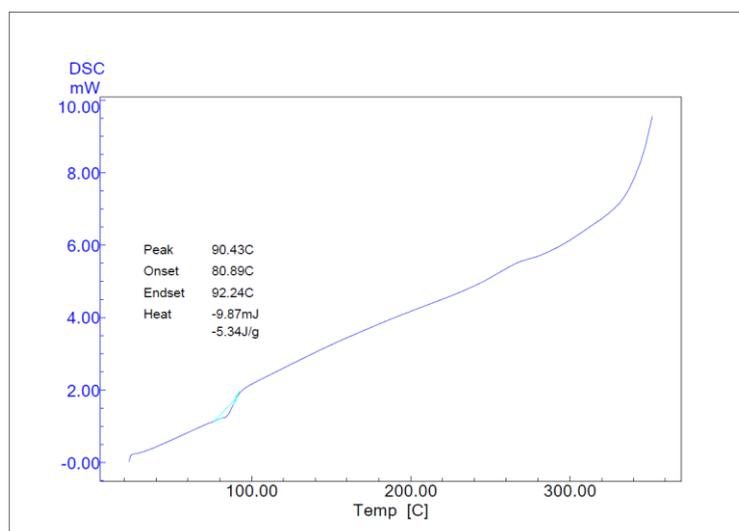


Figura 82: Pico amostra D
(Fonte: acervo próprio)

Pico da amostra D e E com rampa de temperatura de aquecimento entre 25 e 350 °C, com taxa de aquecimento de 10 °C min⁻¹, abaixo na figura 83.

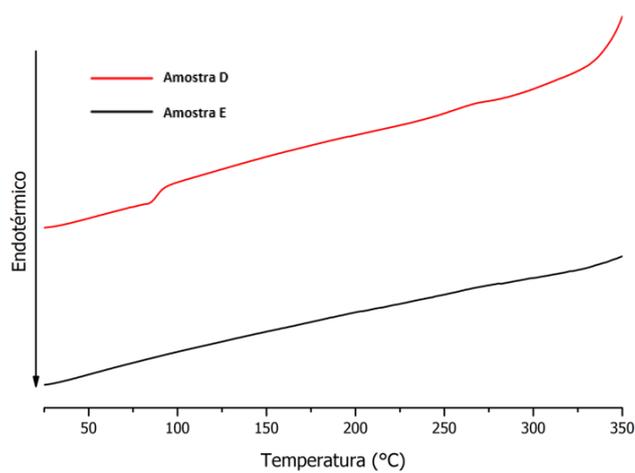


Figura 83: Pico amostra D e E
(Fonte: acervo próprio)

1º Aquecimento da amostra E, na figura 84.

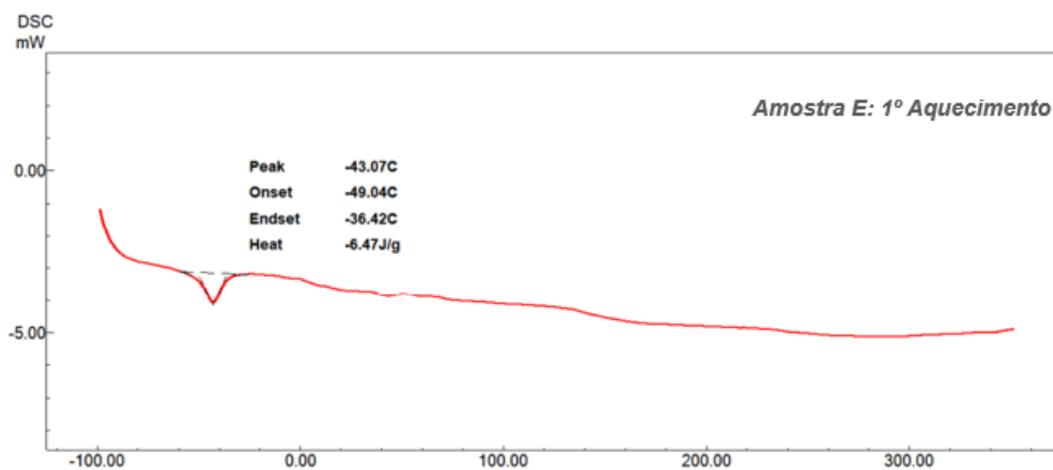


Figura 84: Pico amostra E – 1º Aquecimento
(Fonte: acervo próprio)

2º Aquecimento da amostra E, na figura 85.

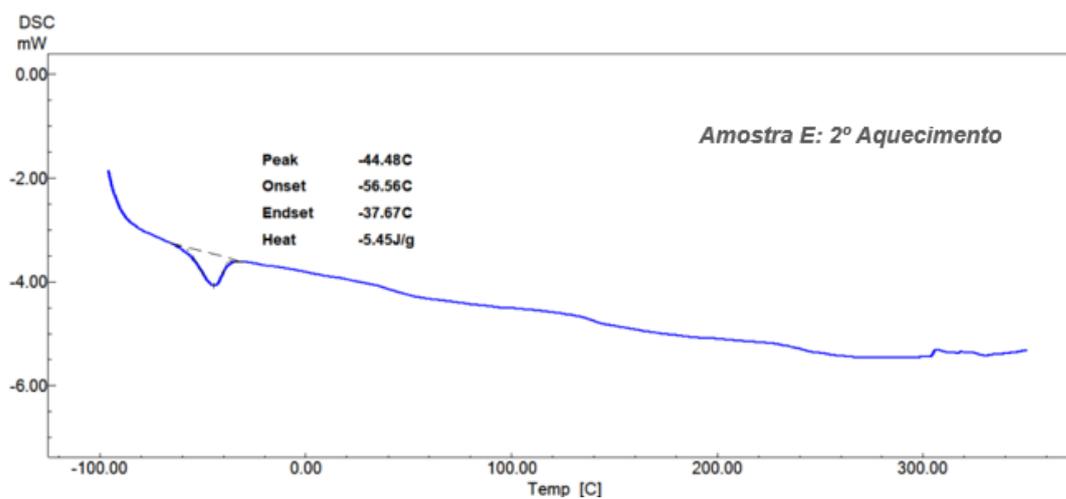


Figura 85: Pico amostra E – 2º Aquecimento
(Fonte: acervo próprio)

4.8 Resultados do ensaio de FTIR

Seguem nas figuras 86 e 87, as apresentações dos espectros resultantes das análises de FTIR entre as amostras A (*baseline*) e E (15 min pós-cura) e suas respectivas bandas de absorção dos grupamentos químicos característicos presentes, apresentando grande similaridade nos espectros obtidos, portanto, todas possuem a mesma constituição, isto é, borracha polidimetilsiloxano (MQ), também chamada de Silicone.

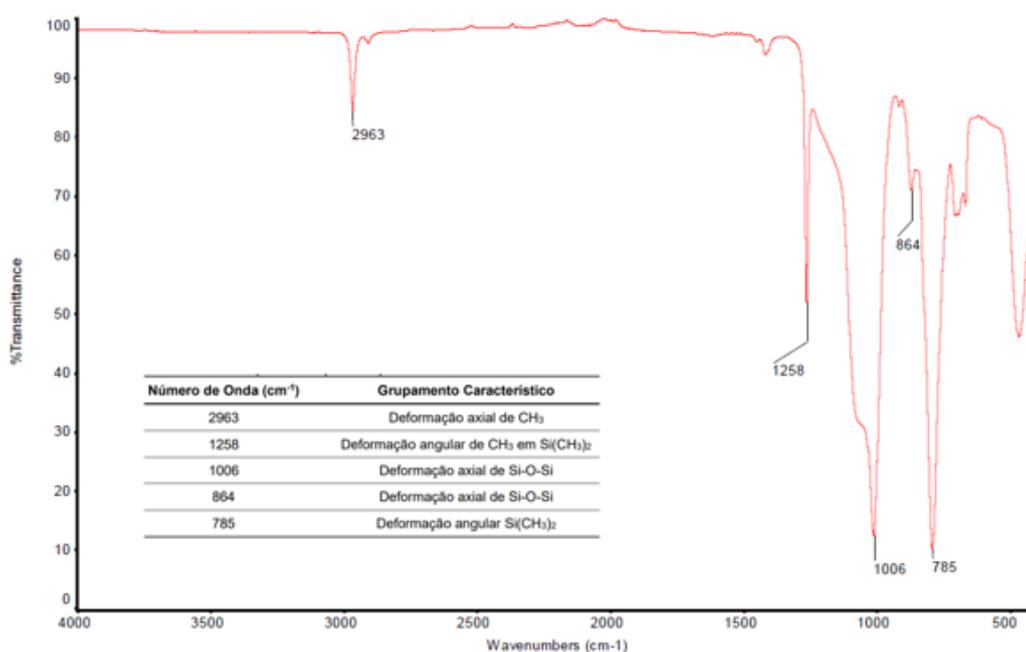


Figura 86: Espectros no infravermelho da amostra A
(Fonte: acervo próprio)

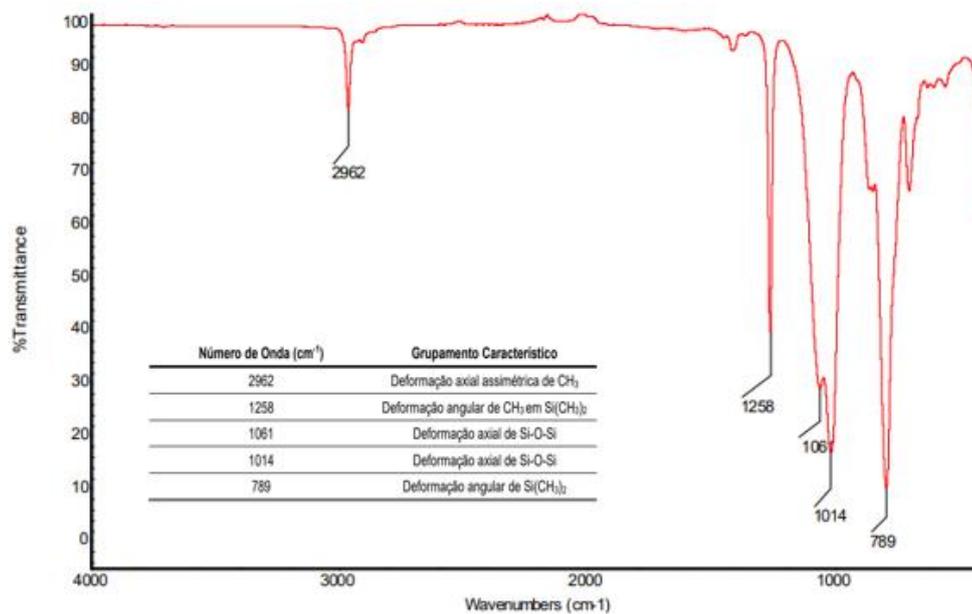


Figura 87: Espectros no infravermelho da amostra E
(Fonte: acervo próprio)

Na figura 88 abaixo, pode ser observada uma comparação entre o espectro de todas as amostras utilizadas neste estudo.

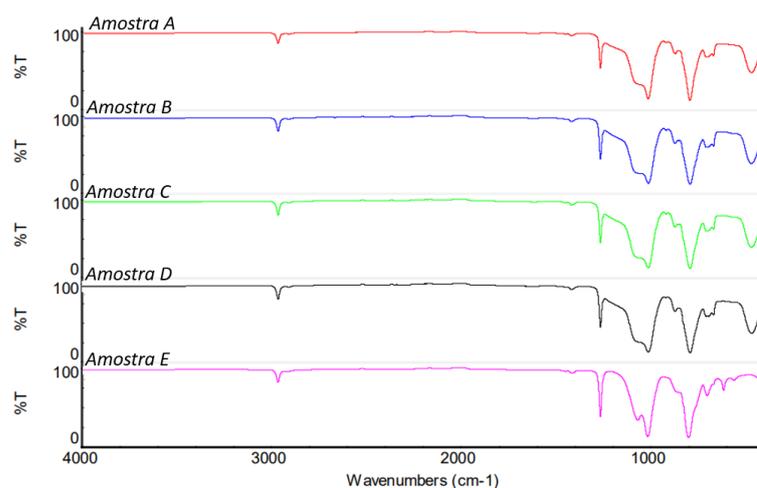


Figura 88: Espectros no infravermelho das amostras A, B, C, D e E
(Fonte: acervo próprio)

4.9 Resultados dos ensaios de TG

Os resultados da análise de TG indicaram que para as amostras houve três perdas de massa, a primeira na faixa de 200°C a 360°C em torno de 1,4%, a segunda na faixa de 360°C a 600°C em torno de 12%, e a terceira na faixa de 600°C a 700°C com perda em torno de 8%. A amostra “A”, apresentou um pico mais evidente na abertura do O₂, sendo assim este pico foi apresentado. Ainda as amostras apresentaram resíduos estáveis à 800°C na faixa de 76% a 82%, referente ao teor de material inorgânico presente em suas composições e na figura 89, seguem as curvas da amostra A.

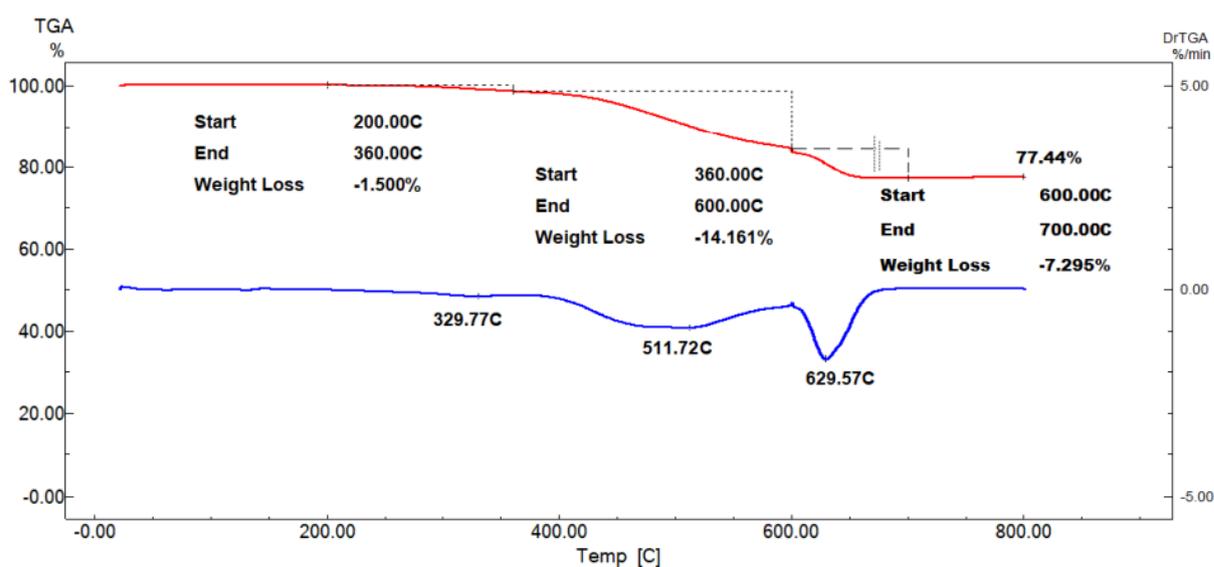


Figura 89: Curvas TG e DTG da amostra A
(Fonte: acervo próprio)

Na figura 90, seguem as curvas da amostra B.

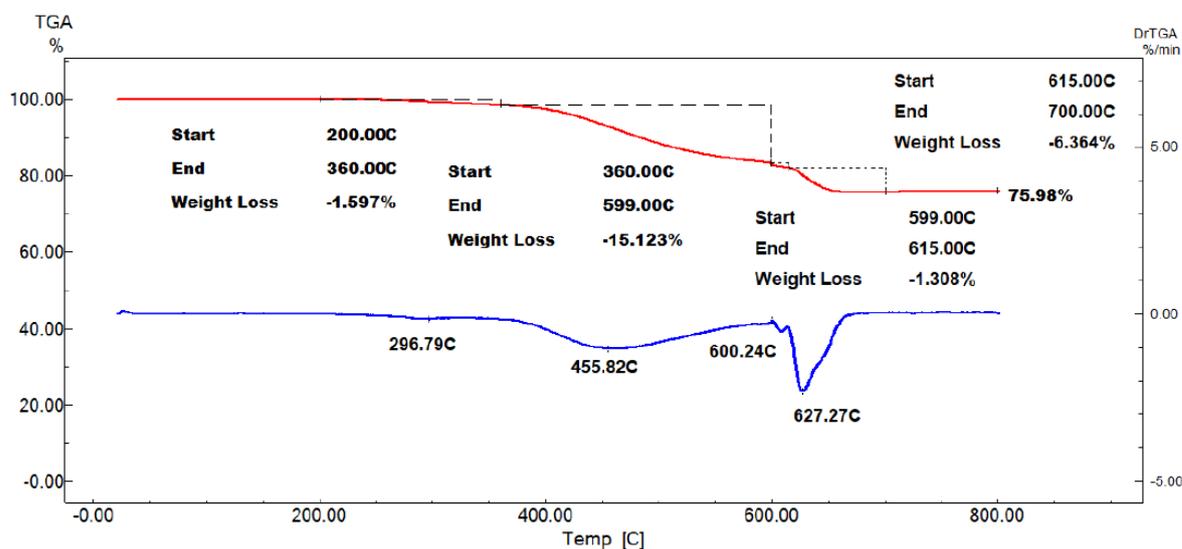


Figura 90: Curvas TG e DTG da amostra B
(Fonte: acervo próprio)

Na figura 91, seguem as curvas da amostra C.

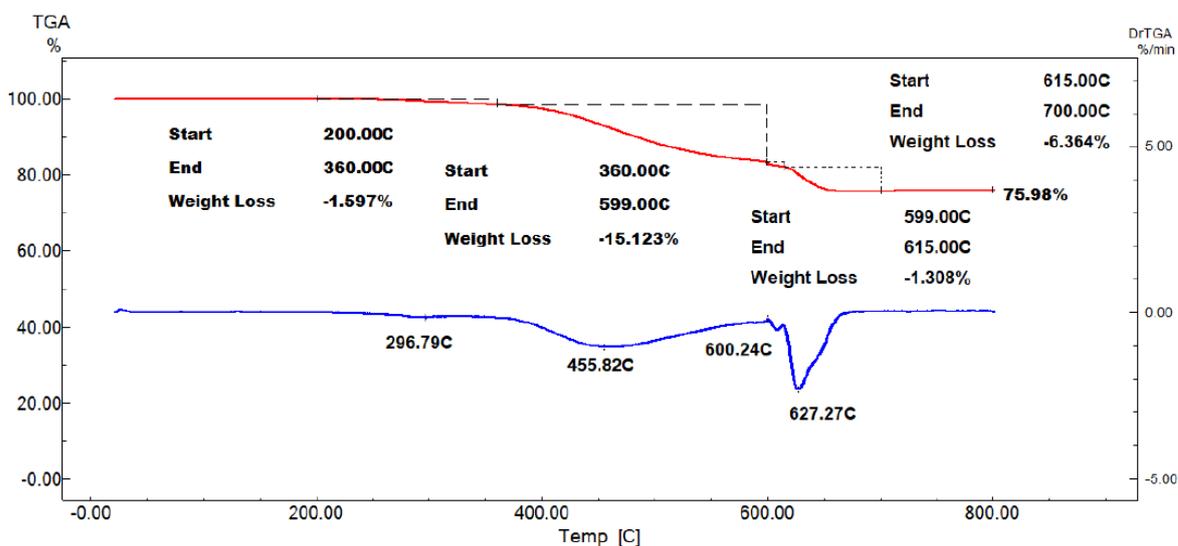


Figura 91: Curvas TG e DTG da amostra C
(Fonte: acervo próprio)

Na figura 92, seguem as curvas da amostra D.

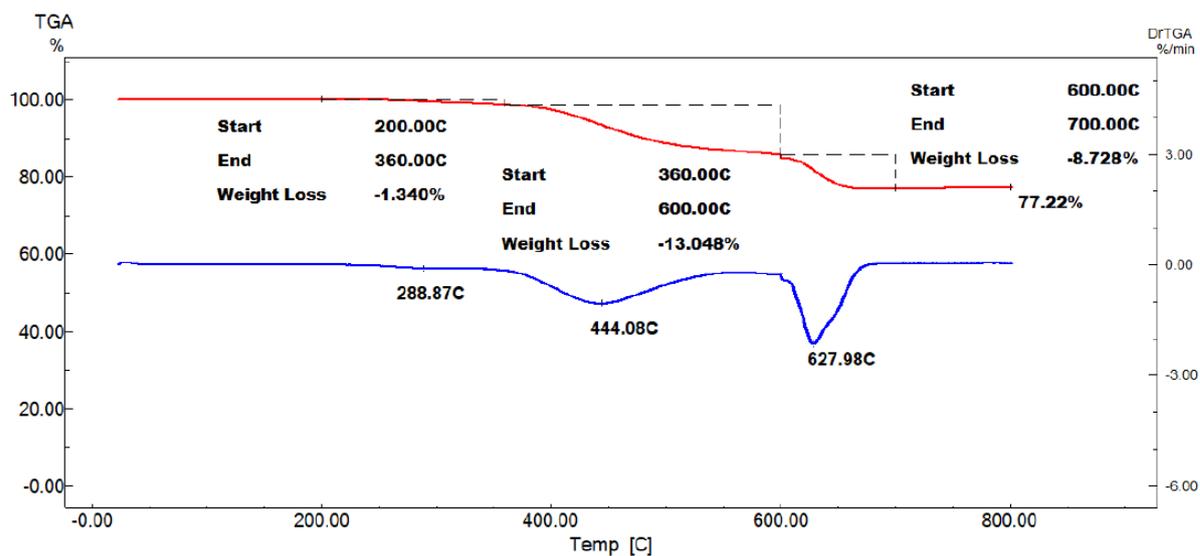


Figura 92: Curvas TG e DTG da amostra D
(Fonte: acervo próprio)

Na figura 93, seguem as curvas da amostra E.

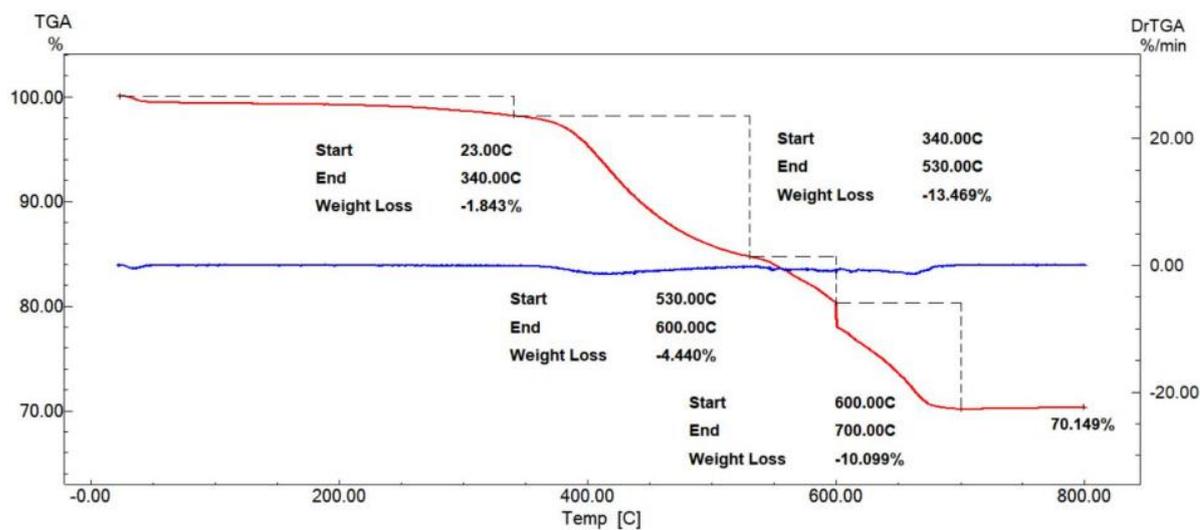


Figura 93: Curvas TG e DTG da amostra E
(Fonte: acervo próprio)

A figura 94 abaixo, apresenta o resumo e a comparação entre as curvas de TGA e DTG das amostras A, B, C, D e E analisadas.

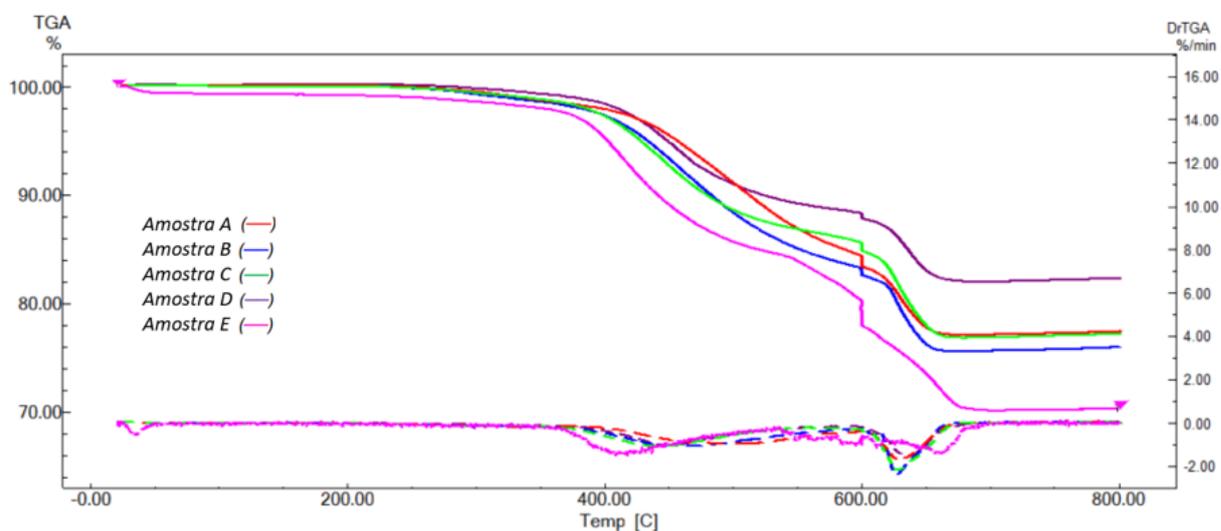


Figura 94: Comparação das curvas TGA e DTG das amostras A, B, C, D e E
(Fonte: acervo próprio)

Com isso na tabela 16, se encontra o resumo dos ensaios de termogravimetria das amostras A, B, C, D e E.

Amostra	Faixa de Temperatura (°C)	Temperatura de Pico DTG (°C)	Perda de Massa (%)	Resíduo Estável a 800°C (%)
A	200 a 360	329,77	1,50	77,44
	360 a 600	511,72	14,16	
	600 a 700	629,57	7,29	
B	200 a 360	296,79	1,60	75,98
	360 a 599	455,82	15,12	
	599 a 615	600,24	1,31	
C	200 a 360	288,87	1,34	77,22
	360 a 600	444,08	13,05	
	600 a 700	627,98	8,73	
D	200 a 360	333,25	1,00	82,29
	360 a 600	451,96	10,88	
	600 a 700	635,57	6,34	
E	23 a 340	34,80	1,84	70,16
	340 a 530	412,26	13,47	
	530 a 600	549,14	4,44	
	600 a 700	662,82	10,10	

Tabela 16: Resumo dos ensaios de termogravimetria das amostras A, B, C, D e E
(Fonte: acervo próprio)

4.10 Resultados dos ensaios de DRX

A análise de DRX para as amostras A, B, C, D e E, não evidenciaram estrutura cristalina organizada, ou seja, as amostras apresentam estrutura amorfa, e nas figuras 95, 96, 97, 98 e 99 são apresentados os difratogramas de raios-x.

Amostra A

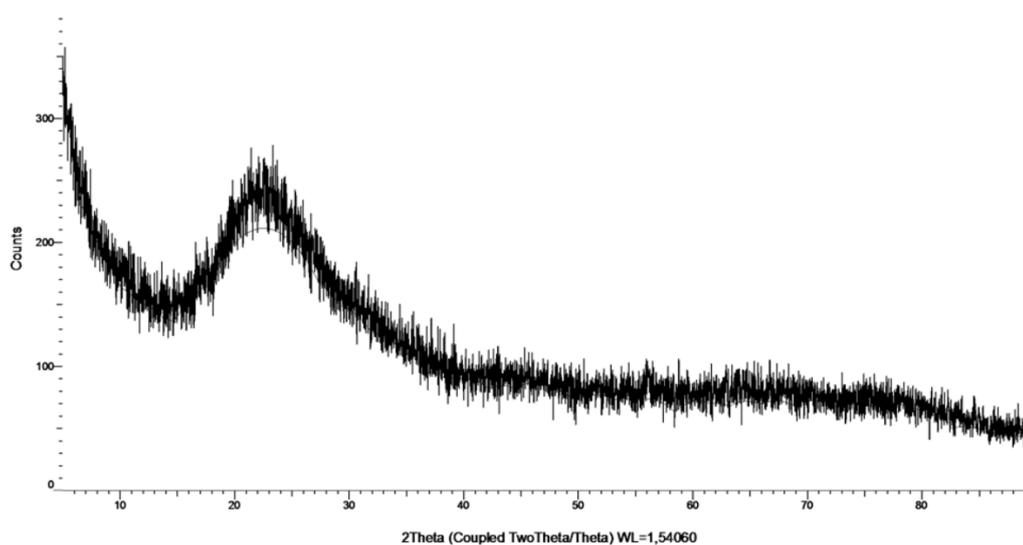


Figura 95: Difratograma de raio-x da amostra A
(Fonte: acervo próprio)

Amostra B

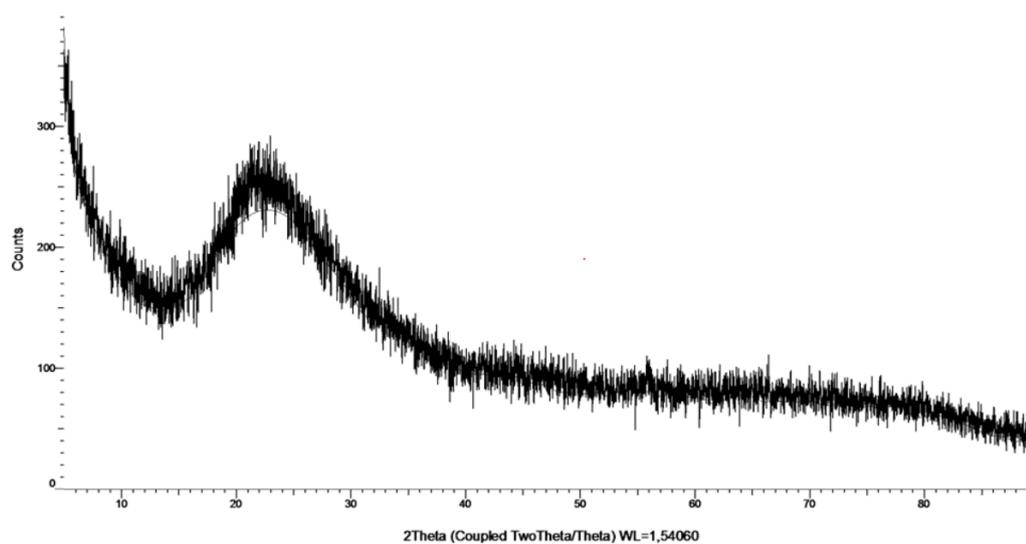


Figura 96: Difratoograma de raio-x da amostra B
(Fonte: acervo próprio)

Amostra C

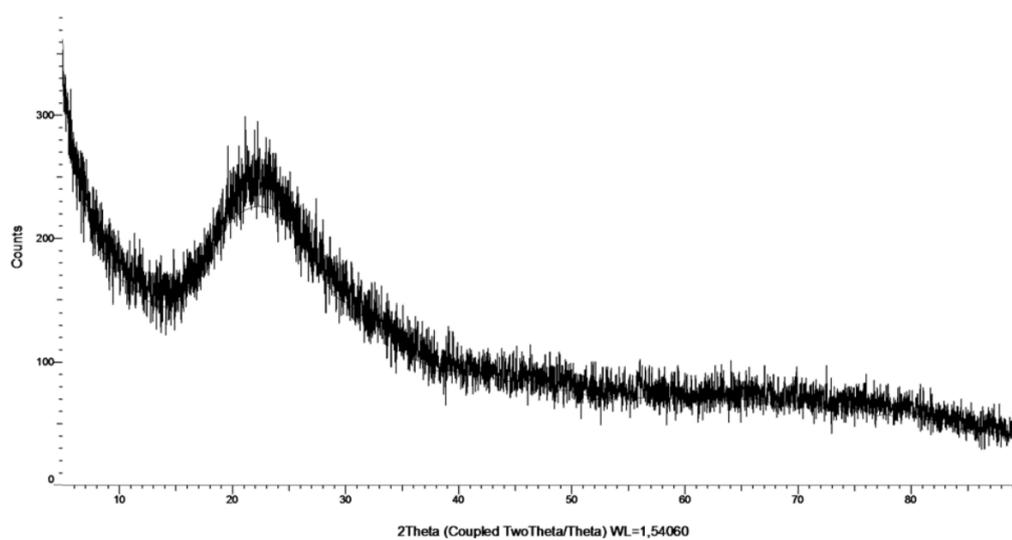


Figura 97: Difratoograma de raio-x da amostra C
(Fonte: acervo próprio)

Amostra D

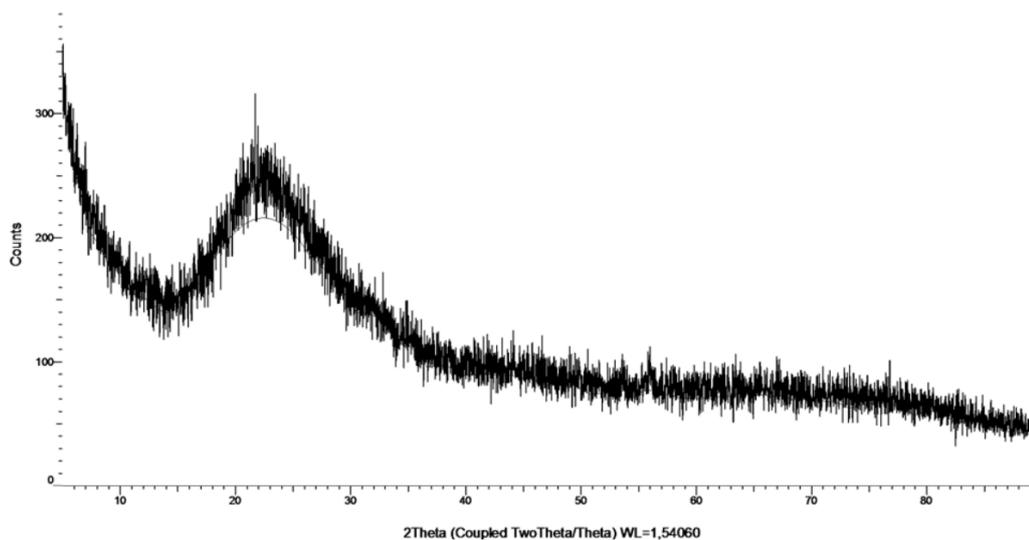


Figura 98: Difratoograma de raio-x da amostra D
(Fonte: acervo próprio)

Amostra E

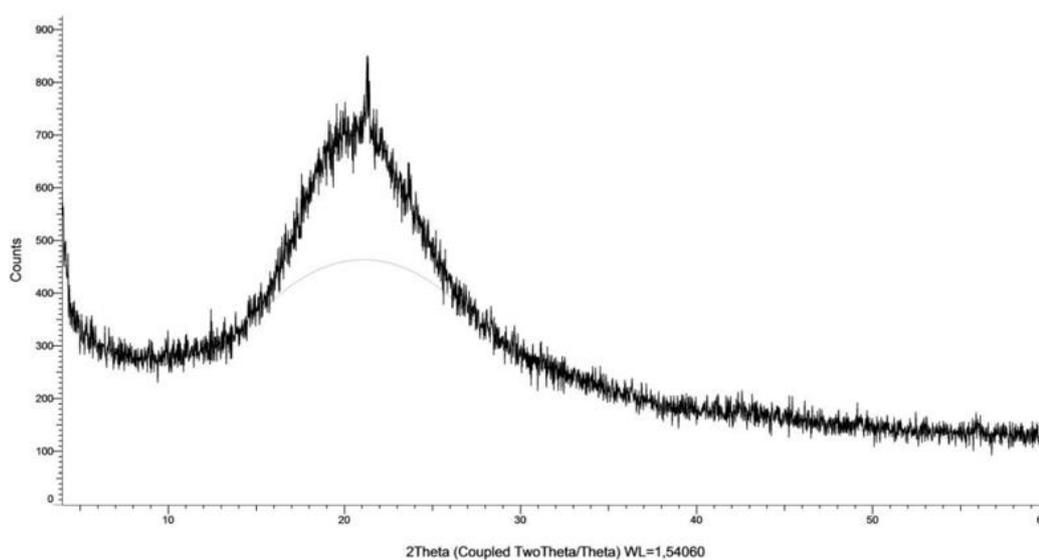


Figura 99: Difratoograma de raio-x da amostra E
(Fonte: acervo próprio)

4.11 Resultados do ensaio de Reometria

As análises reométricas para as amostras A, B, C, D e E, evidenciaram que as propriedades físicas das amostras de silicone mantiveram-se dentro da variação reticular permissível, independente do procedimento aplicado para o processo de pós-cura, pois os torques em T1 e em T2 foram praticamente zero e somente ocorreu resistência em T50 e T90, provando que todas as amostras estavam com reticulação bem próximas, conforme as curvas reométricas figuras 100, 101, 102, 103 e 104 e tabelas 17, 18, 19, 20 e 21 a seguir.

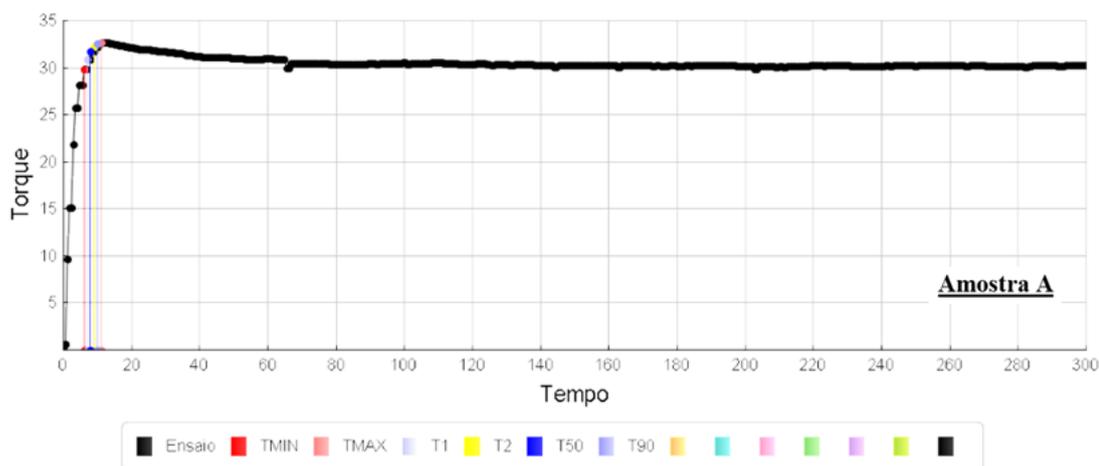


Figura 100: Gráfico reométrico da amostra A
(Fonte: acervo próprio)

Resultados do Ensaio							
Torque em T1:	0	lb.in.	Tempo T1:	00:00 s.	Tempo T90-T2:	04:10 s.	
Torque em T2:	0	lb.in.	Tempo T2:	00:00 s.	Tempo Reversão:	00:00 s.	
Torque em T50:	32.4	lb.in.	Tempo T50:	04:08 s.			
Torque em T90:	32.6	lb.in.	Tempo T90:	04:10 s.			
Torque Mínimo:	32.2	lb.in.	Torque Máximo:	32.7	lb.in.	TMAX - TMIN:	0.5 lb.in.

Tabela 17: Resultado reométrico da amostra A
(Fonte: acervo próprio)

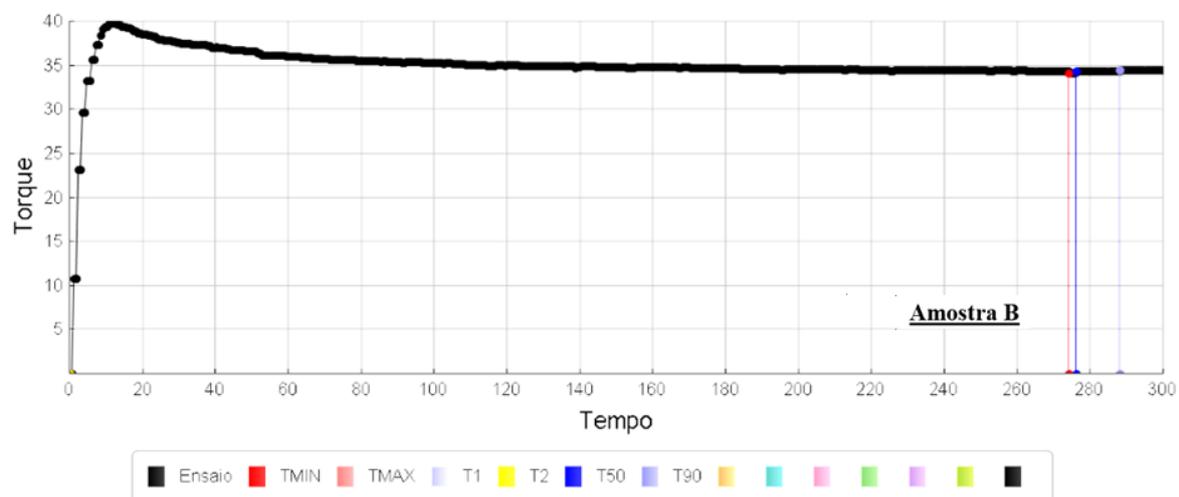


Figura 101: Gráfico reométrico da amostra B
(Fonte: acervo próprio)

Resultados do Ensaio						
Torque em T1:	0	lb.in.	Tempo T1:	00:00 s.	Tempo T90-T2:	04:32 s.
Torque em T2:	0	lb.in.	Tempo T2:	00:00 s.	Tempo Reversão:	00:00 s.
Torque em T50:	34.5	lb.in.	Tempo T50:	04:15 s.		
Torque em T90:	34.6	lb.in.	Tempo T90:	04:32 s.		
Torque Mínimo:	34.4	lb.in.	Torque Máximo:	34.6	lb.in.	TMAX - TMIN: 0.2 lb.in.

Tabela 18: Resultado reométrico da amostra B
(Fonte: acervo próprio)

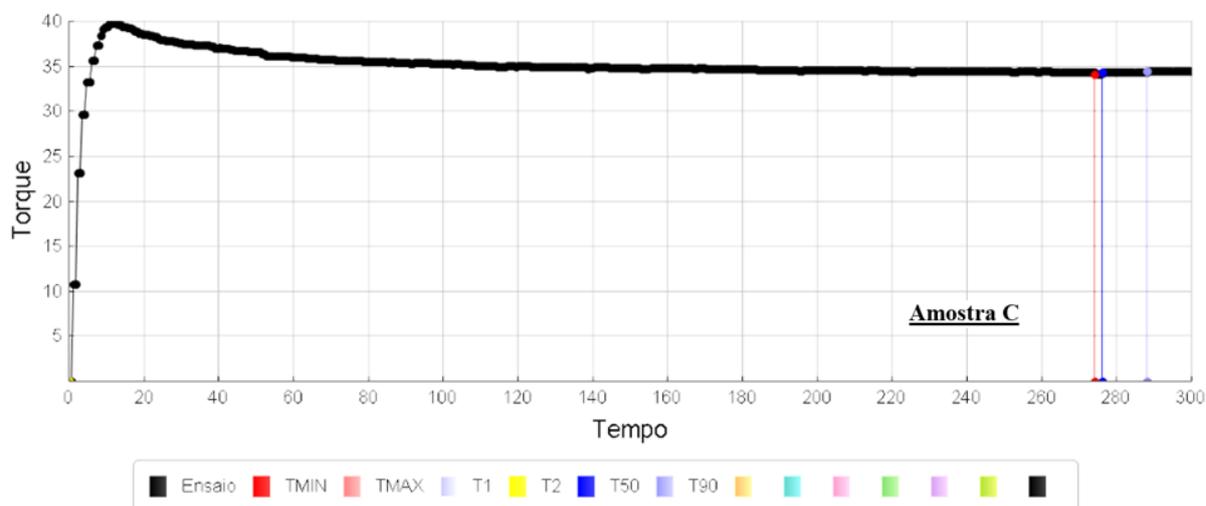


Figura 102: Gráfico reométrico da amostra C
(Fonte: acervo próprio)

Resultados do Ensaio							
Torque em T1:	0	lb.in.	Tempo T1:	00:00 s.	Tempo T90-T2:	04:48 s.	
Torque em T2:	0	lb.in.	Tempo T2:	00:00 s.	Tempo Reversão:	00:00 s.	
Torque em T50:	34.3	lb.in.	Tempo T50:	04:36 s.			
Torque em T90:	34.5	lb.in.	Tempo T90:	04:48 s.			
Torque Mínimo:	34.1	lb.in.	Torque Máximo:	34.5	lb.in.	TMAX - TMIN:	0.4 lb.in.

Tabela 19: Resultado reométrico da amostra C
(Fonte: acervo próprio)

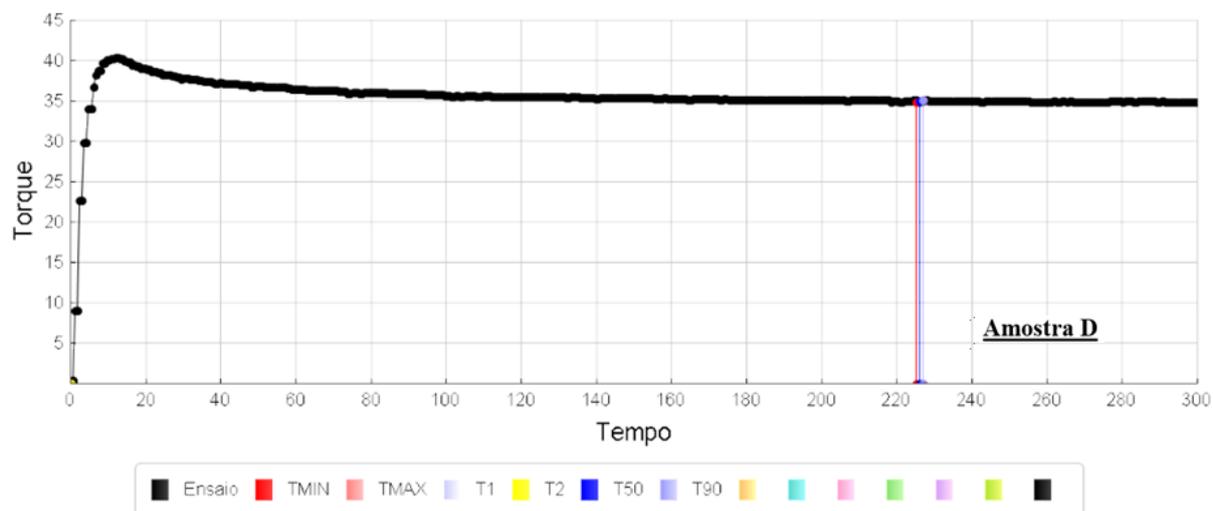


Figura 103: Gráfico reométrico da amostra D
(Fonte: acervo próprio)

Resultados do Ensaio							
Torque em T1:	0	lb.in.	Tempo T1:	00:00 s.	Tempo T90-T2:	03:47 s.	
Torque em T2:	0	lb.in.	Tempo T2:	00:00 s.	Tempo Reversão:	00:00 s.	
Torque em T50:	35	lb.in.	Tempo T50:	03:46 s.			
Torque em T90:	35.1	lb.in.	Tempo T90:	03:47 s.			
Torque Mínimo:	34.8	lb.in.	Torque Máximo:	35.1	lb.in.	TMAX - TMIN:	0.3 lb.in.

Tabela 20: Resultado reométrico da amostra D
(Fonte: acervo próprio)

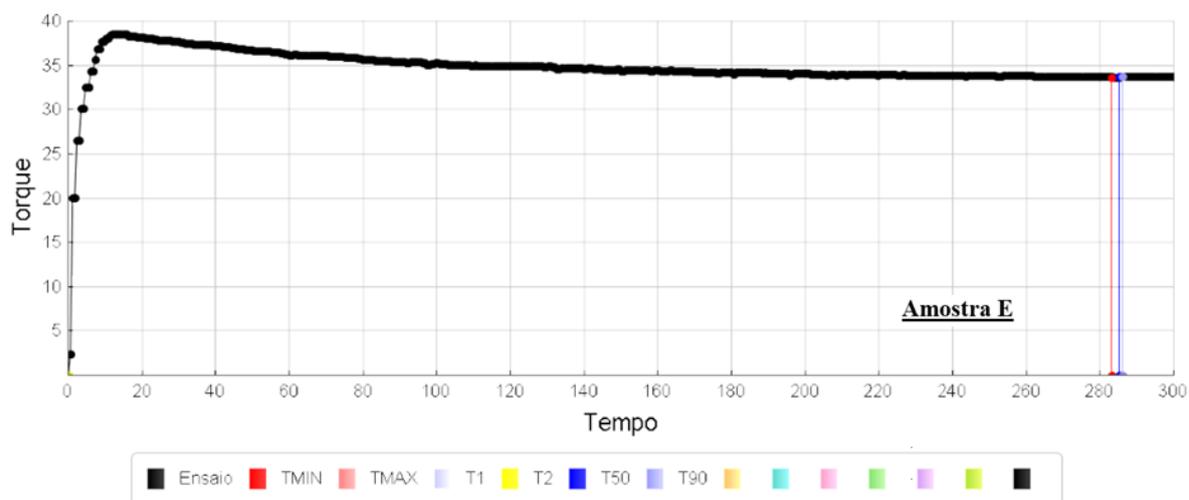


Figura 104: Gráfico reométrico da amostra E
(Fonte: acervo próprio)

Resultados do Ensaio							
Torque em T1:	0	lb.in.	Tempo T1:	00:00 s.	Tempo T90-T2:	04:46 s.	
Torque em T2:	0	lb.in.	Tempo T2:	00:00 s.	Tempo Reversão:	00:00 s.	
Torque em T50:	33.7	lb.in.	Tempo T50:	04:45 s.			
Torque em T90:	33.8	lb.in.	Tempo T90:	04:46 s.			
Torque Mínimo:	33.6	lb.in.	Torque Máximo:	33.8	lb.in.	TMAX - TMIN:	0.2 lb.in.

Tabela 21: Resultado reométrico da amostra E
(Fonte: acervo próprio)

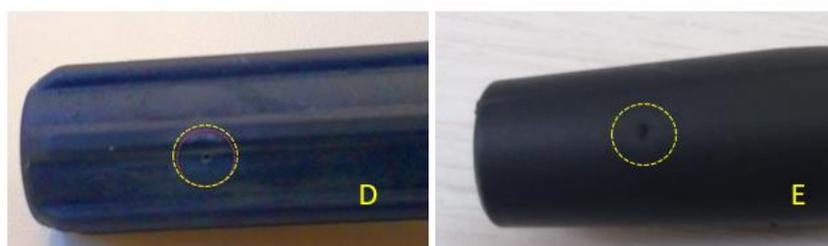
4.12 Discussão dos resultados físico-químicos

Os termogramas sob atmosfera inerte e oxidante em DSC de amostras parcialmente curadas a 100°C apresentaram transições secundárias a 90 °C e início de degradação a 280°C. Foi adotado então a pós-cura por 4h a 200°C em forno elétrico e em forno de microondas a

100°C. A estabilidade térmica em TGA/DTG aumentou com o tempo de permanência no microondas de 296°C por 15min para 412°C por 2h, superando a estabilidade de 329°C de amostras que permaneceram por mais tempo em forno elétrico. Todas as amostras apresentaram resíduos estáveis à 800°C acima de 76%, referentes ao teor de material inorgânico presente em suas composições. Bandas de absorção sob FTIR comprovaram a pós cura do silicone. Difrátogramas de DRX para todas as amostras apresentaram o alo amorfo característico da borracha. As propriedades reométricas mantiveram-se dentro da variação reticular permissível para todos os procedimentos.

4.13 Resultados e discussão dos ensaios de alta tensão elétrica

Levando- se em consideração os testes mecânicos, químicos e elétricos, optou-se pela validação das amostras D e E (sendo a amostra D com pós-cura de 30 min e a amostra E com pós-cura de 15 minutos, ambas a 100 °C em forno de microondas). Ambas as amostras se comportaram de forma semelhante em relação à perda de massa e estabilidade dimensional e ainda ambas suportaram de forma muito próxima o ensaio de rigidez dielétrica entre 36 a 38 kV/mm conforme figura 105 e tabela 22, quando a *baseline* era de 28,1 kV/mm, isto é, de 28% a 39% acima do especificado pelo fabricante da matéria-prima.



105: Amostra D e E com furo de fuga de tensão
(Fonte: acervo próprio)

Amostras	Medições Alta Tensão (kV / mm)			
	1ª	2ª	3ª	Ruptura
1ª D	28,1	33	36	39,9
2ª D	28,1	33	36	38,7
3ª D	28,1	33	36	40,1
4ª D	28,1	33	36	40,0
1ª E	28,1	33	36	39,1
2ª E	28,1	33	36	38,4
3ª E	28,1	33	36	38,5
4ª E	28,1	33	36	38,9

Tabela 22: Medições de alta tensão das amostras D e E
(Fonte: acervo próprio)

5. CONCLUSÕES

- I. Com relação aos ensaios físico-mecânicos, verificou-se que todas as amostras ficaram dentro das especificações. As amostras B, C, D e E, que foram submetidas a tratamento de pós-cura em forno de microondas, tiveram comportamento semelhante às amostras A, submetidas a tratamento de pós-cura em forno elétrico convencional.
- II. Nos ensaios DSC, observou-se que todos os eventos térmicos destacados das amostras B, C, D e E, com rampa de temperatura de aquecimento entre 25°C a 350°C, com taxa de aquecimento de 5°C min⁻¹ a 10°C min⁻¹, ficaram bem próximos aos da amostra A, ou seja, a pós-cura através da irradiação por microondas é realmente promissora.
- III. Nos FTIR's, pode-se observar que as bandas de absorção associadas aos grupos metila e siloxano, comprovaram que houve pós-cura ideal para todas as amostras.

- IV. Os ensaios de difração de raios x mostrou para todas as amostras o alo amorfo característico das borrachas.
- V. Os ensaios de termogravimetria demonstraram que todas as amostras mantiveram as perdas de massa e componentes inorgânicos normais para as borrachas de silicone.
- VI. Os ensaios de reometria de todas as amostras, evidenciaram que as propriedades físicas delas se mantiveram dentro da variação reticular permissível, independente do procedimento aplicado para o processo de pós-cura, pois, para todas as amostras, os torques em T1 e em T2 foram praticamente zero e somente ocorreu resistência em T50 e T90, provando que todas as amostras estavam com reticulação bem próximas.
- VII. Os ensaios de alta tensão elétrica das amostras C e E apresentaram resultados de 36 a 38 kV/mm, superiores ao informado pela folha técnica do fabricante (28,1 kV/mm). Portanto essas amostras foram aprovadas.
- VIII. De acordo com os resultados apresentados neste trabalho a amostra E, cujo tratamento de pós-cura foi efetuado em forno de microondas a 100°C, por 15 minutos, foi a mais promissora.

6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Após a realização e finalização desta pesquisa, para pesquisas futuras, sugere-se as seguintes observações:

- IX. Utilizar fornos de microondas com maiores cavidades, adaptados com melhoria de ventilação e/ou utilizando forno de microondas industriais específicos.
- X. Verificar outros tipos de matérias-primas de borrachas, que necessitam de pós-cura e que sejam aplicadas em peças de engenharia de utilização com maior ou menor requisito técnico.
- XI. Intensificar o uso do forno de microondas em peças de uso doméstico e médico a fim de se verificar a sua possibilidade de utilização.
- XII. Realizar a pós-cura através do forno de microondas em peças de alta complexidade técnica, como a utilização do silicone para vedação e troca térmica de baterias de carro eletrificados.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AIRAKSINEN V-M.; FRANSSILA S.; KRÖCKEL M-P.; LINDROOS V.; TILLI M.; MOTOOKA T.; LEHTO A. **Handbook of Silicon Based MEMS Materials and Technologies**. Elsevier Inc, 2015.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, **Norma ASTM D 2240, Rubber property – Durometer hardness, Standard Test Methods for**. Philadelphia, PA, 2001.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, **Norma ASTM D 624, Tear Strength of Conventional Vulcanized Rubber and Thermoplastic Elastomers Standard Test Methods for**. Philadelphia, PA, 2010.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, **Norma ASTM D 638, the tensile strength of plastics and other resin materials and for calculating their mechanical properties Standard Test Methods for**. Philadelphia, PA, 2010.

ABTB - Associação Brasileira de Tecnologia da Borracha. **Vulcanização - Teoria e Métodos**, 2015. Disponível: <http://www.abtb.com.br>, acessado em 28 de setembro de 2021.

BENTES, V.F.I. **Hidrólise básica de resíduos poliméricos de PET pós-consumo e degradação catalítica dos monômeros de partida**. Dissertação de mestrado. Universidade Federal do Amazonas – Instituto de Ciências Exatas, 2008.

BEZZERA, D.C. **Revestimento de isoladores elétricos utilizando borracha de silicone/alumina trihidratada/nanosílica**. Tese de doutorado. Universidade Federal de Campina Grande – Centro de Ciências e Tecnologia, 2008.

BONT, M.; BARRY, C.; JOHNSTON, S. **A review of liquid silicone rubber injection molding: proces, variables and process modeling**, Polymer Engineering and Sciences, Vol. 61, Issue 2, pp. 331-337, 2021.

CALLISTER JR., W.D. **Ciência e Engenharia de materiais: Uma Introdução**. 7ª edição. Rio de Janeiro, RJ: Editora LTC, 2008.

CANEVAROLO, S. J. **Técnicas de Caracterização de Polímeros**. São Paulo: Artliber, 2003.

CHAUDHRY, A.N.; BILLINGHAM, N.C. **Characterization, and oxidative degradation of a room-temperature vulcanized poly (dimethylsiloxane) rubber**, *Polymer Degradation and Stability*, v. 73, p. 505-510, 2001.

CHIEN, A.; MAXWELL, R.; CHAMBERS, D.; BALAZS, B.; LEMAY, J. **Characterization of radiation-induced aging in silica-reinforced polysiloxane composites**. *Radiation Physics and Chemistry*, v. 59, p. 493-500, 2000.

CONSTANTINO, M. G. **Espectroscopia no Infravermelho**. In: *Química Orgânica*, volume 3: Curso básico universitário. [s.l.: s.n.]. p. 95–137, São Paulo: LTC, 2006.

CTB - CIÊNCIA E TECNOLOGIA DA BORRACHA. **Borrachas de silicone e de flúor silicone**, 2012. Disponível: <http://www.ctb.com.pt> e <http://www.ctborracha.com>, acessado em 07 de setembro de 2021.

D'AVILA M. A.; AHRENS C. H. **Processo de moldagem por injeção de polímeros semicristalinos como materiais de engenharia**. s.n., 1997.

DELIDES, C.G.; SHEPHERD, I.W. **Dose effects in the crosslinking of irradiated polysiloxane**. *Radiation Physics Chemistry*, v. 10, p. 379-385, 1977.

DIN - German Institute for Standardization, **Norma DIN 53479, Testing of Plastics and Elastomers; Determination of Density Standard Test Methods for**. Berlin, Germany, 1976.

DIN - German Institute for Standardization, **Norma DIN 53479, Determination of tensile stress/strain properties of rubber Test Methods for**. Berlin, Germany, 1976.

DIN - German Institute for Standardization, International Standard, **Norma DIN ISO 815, Rubber, vulcanized or thermoplastic — Determination of compression set rubber Test Methods for**. Berlin, Germany, 2019.

DIN - German Institute for Standardization, **Norma DIN 53505, Shore A and Shore D hardness testing of rubber Test Methods for**. Berlin, Germany, 2000.

ELASTOSIL R, **HTV SILICONE RUBBER - PROCESSING**, Wacker-Chemie, Munich, 1996.

FERNANDES, B.M.P. **Influência do Processo de Reticulação no Comportamento de um Compósito de poli (dimetilsiloxano)**. Rio de Janeiro, RJ, 2009. Tese de Doutorado – Instituto Militar de Engenharia.

GARBIM, J.V. **Borracha Natural, NR, Características, Compostos e Aplicações**, Elastotec Indústria e Comercio de Artefatos de Borracha Ltda. Sorocaba-SP, 2015. Disponível: <http://www.elastotec.com.br>, acessado em 02 de outubro de 2021.

GHANBARI-SIAHKALI, A.; MITRA, S.; KINGSHOTT, P.; ALMDAL, K.; BLOCH, C.; REHMEIER, H.K. **Investigation of the hydrothermal stability of cross-linked liquid silicone rubber (LSR)**. *Polymer Degradation and Stability*, v. 90, p. 471-480, 2005.

HOFMANN, W. **Rubber Technology Handbook**, Hanser, New York, 1989.

ISO - *International Organization for Standardization* – Norma 14644-1 **Cleanrooms and Associated Controlled Environments Standard Test Methods for**. London, UK, 2019.

JERSCHOW, P. **Liquid Silicone Rubber- Properties and Applications**, *Kautschuk Gummi Kunststoffe*, Vol.51, No. 6, pp. 410-413, 1998.

KERSTING, D.F. **Cura de Compósitos de Sistema Epóxi via Irradiação de Micro-ondas**. Dissertação de mestrado. Escola Politécnica da USP, 2014.

KUO, C.C.; LIN, J.X. **A cost-effective method for rapid manufacturing polymer rapid tools used for liquid silicone rubber injection molding**, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, Vol.104, pp. 1159-1170, 2019.

LUCAS, E. F.; SOARES, B. G.; MONTEIRO, E. **Caracterização de Polímeros: Determinação de Peso Molecular e Análise Térmica**. Rio de Janeiro: E-papers, 2001.

MANO, E.B.; MENDES, L.C. **Introdução a Polímeros**. 2ª ed. São Paulo, SP: Editora Edgard Blücher Ltda, 2001.

MANO, E. B.; PACHECO, E. B. A. V.; BONELLI, C. M. C. **Meio ambiente, poluição e reciclagem**. São Paulo, SP: Editora Edgard Blücher Ltda., 2005.

MOGHADAM, M.K.; MORSHEDIAN, J.; EHSANI, M.; LAINE, R.M.; KUANG, L.Y.; UMEHARA, N. **Effects of Ph12SQ on the thermal stability and mechanical properties of high temperature vulcanized (HTV) silicone rubber**. *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, v. 21, n. 1, p. 244-252, 2014.

MOMENTIVE LSR LIQUID SILICONE RUBBER – RSH Brochure Artwork A4, Momentive Performance Materials Inc Hudson River Road Waterford, NY, 2017.

ROSSINI F; NASCENTES C.C; NÓBREGA J.A. **Experimentos didáticos envolvendo radiação microondas**. Departamento de Química da UFSCAR, 2004.

SHIT, S.; SHAH, P. **A Review on Silicone Rubber**, National Academic Science Letters, 26, pp. 355-365, 2013

SILVA F.C.; FERREIRA V.F; SOUZA M.C.B.V. **Paper Adaptação de forno de microondas doméstico para realização de reações de transesterificação sob refluxo e catálise por argilas**. Departamento de química orgânica do Instituto de química da Universidade federal Fluminense, 2006.

SIMMONS, S.; SHAH, M.; MACKEVICH, J.; CHANG, R.J. **Polymer Outdoor Insulating Materials- Part III Silicone Elastomers Considerations**, IEEE Electrical Insulation Magazine, Vol. 13, Issue 5, pp. 25-32, 1987.

STEVENSON, I.; DAVID, L.; GAUTHIER, C.; ARAMBOURG, L.; DAVENAS, J.; VIGIER, G. **Influence of SiO₂ fillers on the irradiation ageing of silicone rubbers**. Polymer, v. 42, p. 9287-9292, 2001.

ZAVAGLIA, C. A. C.; BRESCIANI F°, E. – **Seleção de materiais**, Apostila didática, Faculdade de Engenharia Mecânica, UNICAMP, 2006.