

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS

Vagner Bendo Demétrio

**DESENVOLVIMENTO DE AÇOS AUTOLUBRIFICANTES VIA
COMPACTAÇÃO DE PÓS GRANULADOS**

Dissertação de mestrado
apresentado ao Programa de Pós-
graduação em Ciência e
Engenharia de Materiais da
Universidade Federal de Santa
Catarina.

Orientador: Aloisio Nelmo Klein

Co-orientador: Cristiano Binder

Florianópolis

2012

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor,
através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC.

Demétrio, Vagner Bendo
DESENVOLVIMENTO DE AÇOS AUTOLUBRIFICANTES VIA
COMPACTAÇÃO DE PÓS GRANULADOS [dissertação] / Vagner Bendo
Demétrio ; orientador, Aloísio Nelmo Klein ; co-orientador,
Cristiano Binder. - Florianópolis, SC, 2012.
88 p. ; 21cm

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa
Catarina, Centro Tecnológico. Programa de Pós-Graduação em
Ciência e Engenharia de Materiais.

Inclui referências

1. Ciência e Engenharia de Materiais. 2. Ciência dos
Materiais. 3. Aços sinterizados. 4. Materiais
autolubrificantes. 5. Granulação de pós. I. Klein, Aloísio
Nelmo. II. Binder, Cristiano. III. Universidade Federal de
Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Ciência e
Engenharia de Materiais. IV. Título.

TÍTULO:
DESENVOLVIMENTO DE AÇOS AUTOLUBRIFICANTES VIA
COMPACTAÇÃO DE PÓS GRANULADOS

Esta Dissertação foi julgada adequada para obtenção do Título de “Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais” e aprovado em sua forma final pelo Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais.

Florianópolis, 10 de outubro de 2012.

Prof. Dr. Antônio Pedro Novaes de Oliveira
Coordenador do Curso

BANCA EXAMINADORA:

Prof. Dr. Ing. Aloisio Nelmo Klein
Orientador
Universidade Federal de Santa Catarina – UFSC

Dr. Eng. Cristiano Binder
Co-Orientador
Universidade Federal de Santa Catarina - UFSC

Dr. Eng. Gisele Hammes
Universidade Federal de Santa
Catarina UFSC

Prof. Dr. Eng. Ana Maria Maliska
Universidade Federal de Santa
Catarina UFSC

Prof. Dr. Eng. Henrique Cezar
Pavanati
Instituto Federal de Santa Catarina
IFSC

Prof Dr. Cesar Edil da Costa
Universidade Estadual de Santa
Catarina - UDESC

Aos meus pais Valmir e Maria do Carmo,
a minha mulher Klyceia,
as minhas irmãs Denise e Kétner,
e ao meu afilhado Giovanni.

AGRADECIMENTOS

A Deus por sempre estar presente iluminando minha vida.

À minha amada mulher, Klyceia Rafy Duarte, por sempre estar ao meu lado me dando força em todos os momentos da minha vida, me dando forças e incentivos para sempre continuar e seguir em frente, buscando sempre ser melhor. Por todo carinho, amor, e compreensão em todos os momentos.

Aos meus pais, Valmir Demétrio e Maria do Carmo Bendo Demétrio, pelo incentivo, apoio, amor e carinho durante toda a minha vida. Sempre me dando apoio para tomar decisões e seguir meu caminho da melhor maneira possível.

Às minhas queridas irmãs, Denise Bendo Demétrio Bastos e Kétner Bendo Demétrio, pelo companheirismo, compreensão e ajuda em todos os momentos da minha vida.

Ao meu coorientador e amigo, Cristiano Binder, por todo o apoio durante minha formação, tanto graduação quanto pós graduação. Ensino que eu levarei para sempre.

Ao meu professor e orientador Aloísio Nelmo Klein, pela formidável orientação e apoio para a realização deste e outros trabalhos, bem como pela oportunidade oferecida.

Aos meus amigos e colegas de laboratório, Mateus Hermann, Paulo Orsi, Vinicius, Itamar, Gelain, Renan Jung, Renan Schroeder, Darabas, Rodrigo, Frederico, Vinicius, Henrique e a tantos outros amigos que por ventura eu não tenha lembrado, que durante todos estes anos me ajudaram e fizeram com que o ambiente do laboratório fosse sempre bom. Obrigado por ter feito parte desta competente equipe.

Ao Laboratório de Materiais – LABMAT pela oportunidade e pela infraestrutura que possibilitou a realização deste trabalho.

A CAPES, que forneceu o incentivo financeiro para a realização do mestrado. À empresa EMBRACO S.A. e à FINEP, pelo financiamento do projeto, que proporcionou a realização deste trabalho.

À Universidade Federal de Santa Catarina e ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais, instrumentos da minha formação acadêmica. E a todos que, de maneira direta ou indireta, auxiliaram na execução deste trabalho.

RESUMO

O objetivo deste trabalho foi o desenvolvimento de aços com baixo coeficiente de atrito via metalurgia do pó através de uma rota de processamento que unisse as características metalúrgicas próximas aos aços produzidos por metalurgia do pó via injeção (MPI) com a facilidade e o custo do processo de fabricação via compactação de pós. Assim neste trabalho estudou-se uma rota de granulação de pós, utilizando a matéria prima empregada na MPI e um aglomerante orgânico para formar os grânulos. Os ligantes orgânicos estudados foram a parafina (PW) e o Etileno-Acetato de Vinila (EVA), e devido as características dos polímeros e dos pós empregados, o ligante que apresentou melhores resultados foi o EVA, que manteve os grânulos formados durante o manuseio dos pós granulados. A composição da liga estudada foi Fe+0,6C+3SiC, devido aos melhores resultados encontrados em trabalhos anteriores realizados no Laboratório de Materiais da UFSC. No presente trabalho, foi avaliada a influência do tamanho médio das partículas de ferro e de carboneto de silício (SiC), e as diferenças estruturais do material ao adicionar o polímero como agente formador de grânulos. Os pós inicialmente misturados em um misturador do tipo “Y” foram granulados via granulação a tambor, devido a escala laboratorial em que foi feito o trabalho. Assim que os processos de preparação dos pós foi concluído, partiu-se para a etapa de compactação e sinterização em ciclo único de extração de aglomerante e sinterização dos componentes. As peças foram submetidas a análises materiográficas, mecânicas e tribológicas onde pode ser verificado que o objetivo do trabalho foi alcançado, as peças produzidas via compactação de pós granulados alcançaram resultados próximos aos resultados da liga de mesma composição produzida via MPI, com um tempo de processamento e custo próximo ao da metalurgia do pó via compactação.

Palavras Chave: metalurgia do pó, lubrificante sólido, granulação de pós.

ABSTRACT

The aim of this work was the development of powder metallurgy steels with low friction coefficient made by a new route. It is join metallurgical characteristics of steels produced by powder injection molding (MPI) with facilities and cost of the manufacturing process for compaction powders. In this work, it was studied the granulation of powders using the raw material used in the MPI and organic binder to form the granules. The organic binders studied were Paraffin Wax (PW) and Ethylene-Vinyl Acetate (EVA), and due to the characteristics of the polymers and the powder employed, the binder which presented better results was EVA, which retained the granules formed during the handling until the forming.

The alloy composition studied was Fe +0.6 C +3 SiC, due to better results found in previous studies conducted in the Laboratory of Materials of UFSC. In the present study, we evaluated the influence of the average particle size of iron and silicon carbide (SiC), structural differences and with polymer as granulate agent. The powders were initially mixed in a Y-type mixer and they were granulated by tumbling granulation. Once the process has completed, it started the preparation of the compaction powders and sintering in a single cycle of binder removal and sintering of the components. The pieces were metallurgical, mechanical and tribologically analyzed and the aim of the work was achieved. The parts produced via granulated powders compaction achieved similar results to the results of the same alloy composition produced via MPI, with a processing time and cost close to the powder metallurgy via compaction.

Keywords: powder metallurgy, powder granulated, self lubricating.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Densificação de pós durante a compactação [10].	29
Figura 2: Etapas principais da Moldagem de Pós por Injeção [12]......	31
Figura 3: Granulação por tambor	32
Figura 4: Granulação por “Spray Dryer”, onde a solução é pulverizada para produzir grânulos.....	33
Figura 5: Processo de granulação por tratamento térmico, o pó é pré sinterizado, formando os primeiros contatos [10].	34
Figura 6: Granulação mecânica, o pó é compactado com baixa pressão formando grânulos devido a ancoragem mecânica [10]......	34
Figura 7: Microestrutura de um aço sinterizado autolubrificante, obtido por dissociação do SiC em matriz ferrosa (2% de SiC) [9]......	38
Figura 8: Folhas de grafite empilhadas que compõem os nódulos de grafita dos aços sinterizados autolubrificantes [13].	39
Figura 9: Aço contendo SiC não totalmente dissociado, Fe(100 μ m)+3SiC(50 μ m) [13]......	39
Figura 10 – Forma de obtenção do material autolubrificante com alta resistência mecânica.....	41
Figura 11: Influência do tamanho das partículas do aditivo insolúvel sobre o grau de continuidade da matriz. a) modelo ideal; b) modelo indesejável. Sendo L o livre caminho médio, d o diâmetro médio da partícula de lubrificante sólido e C a concentração de lubrificante sólido [13].	43
Figura 12: Modelo idealizado da microestrutura de um compósito autolubrificante a seco [12].	44
Figura 13: Fluxograma da rota de processamento que será utilizada neste trabalho.	47
Figura 14: Fotos dos pós de SiC e Fe que serão utilizados neste trabalho. (a) SiC com tamanho médio de 10 μ m, (b) SiC com tamanho médio de 25 μ m, (c) ASC100.29 com tamanho médio de 120 μ m, (d) ASC100.29 peneirado, <45 μ m, (e) OM-CL pó de injeção com tamanho médio de 5 μ m.	49
Figura 15: Análises da influência do percentual de SiC nas propriedades mecânicas das ligas produzidas por metalurgia do pó por injeção (MPI) [13].	50

Figura 16: Microestrutura da liga produzida por PIM. Liga composta por FeOM + 0,6C + 3SiC [13].	51
Figura 17: Pó granulado com 2% de EVA.	53
Figura 18: Ciclo térmico para sinterização e extração de polímero realizado neste trabalho.	54
Figura 19: Ilustração do pó granulado através do método de granulação em tambor utilizando EVA como ligante.	60
Figura 20: Densidades relativas dos aços produzidos. Tomando com referência a densidade do ferro puro sem porosidade.	62
Figura 21: Gráfico com os valores de retração linear das peças sinterizadas.	62
Figura 22: Gráfico com os valores percentuais de perdas de massa dos granulados após a sinterização.	63
Figura 23: FeOM granulado com 1,5% EVA sinterizado.	64
Figura 24: FeOM granulado com 2,0% EVA sinterizado.	64
Figura 25: ASC100.29<45µm granulado com 1,5% EVA sinterizado.	64
Figura 26: ASC100.29<45µm granulado com 2,0% EVA sinterizado.	64
Figura 27: LSCA-1 FeOM + 3 SiC(<10µm), revelação de microestrutura com Nital 2%.	66
Figura 28: LSCA-2 Fe ASC100.29(<45µm) + 3 SiC(<10µm) + 0,6 C	67
Figura 29: LCSA-3 Fe ASC100.29 + 3 SiC(<10µm) + 0,6 C	67
Figura 30: LSCA-4 FeOM + 3 SiC(<25µm)	67
Figura 31: LSCA-5 Fe ASC100.29(<45µm) + 3 SiC(<25µm) + 0,6 C	68
Figura 32: LSCA-6 Fe ASC100.29 + 3 SiC(<25µm) + 0,6 C	68
Figura 33: LCSA-7 Fe OM + 3 SiC(<10µm), pó granulado com 2% EVA.	69
Figura 34: LCSA-8 Fe ASC100.29<45 µm + 3 SiC(<10µm), pó granulado com 2% EVA.	69
Figura 35: LCSA-9 Fe OM + 3 SiC(<25µm), pó granulado com 2% EVA.	70
Figura 36: LCSA-10 Fe ASC100.29<45 µm + 3 SiC(<25µm), pó granulado com 2% EVA.	70
Figura 37: Percentual de poros + nódulos de grafite presente no interior do material.	71

Figura 38: Dureza das peças produzidas, ferro puro, ferro com SiC 10 μ m, SiC 25 μ m e com os pós granulados.....	73
Figura 39: Efeito endurecedor de elementos de liga na ferrita [34].	73
Figura 40: Gráfico com as tensões máximas e de escoamento e o alongamento máximo das ligas que foram possíveis a fabricação de corpos de prova. Como referência foi utilizado a liga produzida por MPI [13] com a mesma quantidade de elementos de liga utilizada neste trabalho.....	75
Figura 41: Curva típica de durabilidade e coeficiente de atrito. Liga LSCA9.....	77
Figura 42: Durabilidade e coeficiente de atrito para as diferentes ligas estudadas.	78

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Ligantes orgânicos e inorgânicos para granulação de pós [13].	32
Tabela 2: Situações onde lubrificantes líquidos são indesejados (adaptado de [1]).	35
Tabela 3: Classificação de revestimentos tribológicos [20].	36
Tabela 4: Características do pó. Informações cedidas pelo fabricante..	48
Tabela 5: Tabela com as misturas que serão utilizadas neste trabalho..	48
Tabela 6: Solução de polímeros e solventes para a granulação dos pós da mistura.	52
Tabela 7: Tabela com os percentuais de polímero utilizado para a formação dos grânulos.	60
Tabela 8: Tabela com os valores de escoabilidade e densidade aparente dos pós granulados	61
Tabela 9: Percentual de poros encontrados.	63
Tabela 10: Valores de polímero utilizado para a produção dos grânulos da mistura de Fe+SiC+C.	65
Tabela 11: Tabela com as ligas estudadas, misturas granuladas e não granuladas para efeitos de comparação para os aços produzidos. Percentuais de elementos de liga em massa.	65
Tabela 12 – Coeficiente de atrito de diferentes materiais.	79
Tabela 13: Tabela com as propriedades da liga LSCA7 comparadas com a liga de referência produzida por MPI.	82

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

- μ : Coeficiente de atrito;
- PTFE: Politetrafluoretileno;
- MPI: Moldagem de Pós por Injeção;
- S: área média;
- L: livre caminho médio;
- d: diâmetro médio da partícula de lubrificante sólido;
- C: concentração de lubrificante sólido;
- SiC: Carboneto de Silício;
- M/P: Metalurgia do Pó;
- ρ_{th} : Densidade teórica;
- ρ_a : Densidade aparente;
- MIM: Metal Injection Molding;
- CIM: Ceramic Injection Molding;
- PVA: Álcool Polivinílico;
- PW: Parafina;
- EVA: Etileno-Acetato de Vinila (Ethylene Vinyl Acetate);
- DLC: Diamond like Carbon (carbono tipo diamante);
- PVD: Deposição Física de Vapores (Physical Vapor Deposition);
- CVD: Deposição Química de Vapores (Chemical Vapor Deposition);
- RPM: Rotações por minuto;
- LSCA: Lubrificante Sólido Compactado Aglomerado;
- HV: Dureza Vickers;
- σ_{esc} : Tensão de escoamento;
- $\sigma_{máx}$: Tensão de máxima para a ruptura;
- al%: Alongamento;
- α : Ferrita;

- MPIF: Metal Powder Industries Federation;
- torr: Pressão Torricelli;
- sccm: Standars Centimeter Cubic per Minute (Centímetros Cúbicos por Minuto);
- PA: Pró Análise;
- MO: Microscópio Óptico;
- MoS₂ : dissulfeto de Molibdênio.

SUMÁRIO

<u>1. INTRODUÇÃO</u>	23
1.1. INTRODUÇÃO E CONTEXTUALIZAÇÃO.....	23
1.2. OBJETIVOS E JUSTIFICATIVAS.....	25
<u>2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</u>	27
2.1. METALURGIA DO PÓ.....	27
2.1.1. O PROCESSO BÁSICO	28
2.1.2. MOLDAGEM DE PÓS POR INJEÇÃO (MPI)	29
2.2. GRANULAÇÃO	31
2.2.1. GRANULAÇÃO EM TAMBOR	32
2.2.2. GRANULAÇÃO POR “ <i>SPRAY DRYER</i> ”	33
2.2.3. GRANULAÇÃO TÉRMICA	33
2.2.4. GRANULAÇÃO MECÂNICA.....	34
2.3. LUBRIFICAÇÃO SÓLIDA	34
2.3.1. COMPÓSITO AUTOLUBRIFICANTE	36
<u>3. METODOLOGIA DE DESENVOLVIMENTO DO NOVO PROCESSO</u>	41
<u>4. MATERIAIS E MÉTODOS</u>	47
4.1. MATERIAIS	47
4.2. MISTURAS.....	48
4.3. GRANULAÇÃO DOS PÓS	51
4.4. COMPACTAÇÃO	53
4.5. SINTERIZAÇÃO.....	53
4.6. CARACTERIZAÇÃO.....	54
4.6.1. PROPRIEDADES TECNOLÓGICAS DOS GRÂNULOS	54
4.6.2. DENSIDADE.....	55

4.6.3.	MICRODUREZA	55
4.6.4.	MICROESTRUTURA	55
4.6.5.	ENSAIOS DE TRAÇÃO.....	56
4.6.6.	TRIBOLOGIA	56
<u>5.</u>	<u>RESULTADOS E DISCUSSÕES</u>	<u>59</u>
5.1.	GRANULAÇÃO PRELIMINAR	59
5.1.1.	PROPRIEDADES TECNOLÓGICAS DOS GRANULADOS	60
5.1.2.	COMPACTABILIDADE E SINTERIZAÇÃO PRELIMINAR	61
5.1.3.	MICROGRAFIA DOS SINTERIZADOS PRELIMINARES	64
5.2.	COMPACTAÇÃO E SINTERIZAÇÃO DAS LIGAS CONTENDO SiC	65
5.3.	CARACTERIZAÇÃO	66
5.3.1.	MATERIALOGRAFIA.....	66
5.3.2.	DENSIDADE	70
5.3.3.	PROPRIEDADES MECÂNICAS	72
5.3.4.	TRIBOLOGIA	76
<u>6.</u>	<u>CONCLUSÕES.....</u>	<u>81</u>
<u>7.</u>	<u>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....</u>	<u>83</u>
<u>8.</u>	<u>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....</u>	<u>85</u>

1. INTRODUÇÃO

1.1. INTRODUÇÃO E CONTEXTUALIZAÇÃO

Hoje o mercado busca novos meios para reduzir custos e diminuir o consumo de energia, gerando um diferencial em seus produtos. Os meios para se alcançar estes diferenciais podem ser a utilização de novas tecnologias, utilização de energias renováveis, redução de emissão de poluentes no seu funcionamento ou na sua produção, na redução de custos ou no aumento da durabilidade de seus produtos. Uma das formas de aumentar a vida de produtos é pela diminuição do desgaste relativo entre superfícies através da redução de atrito [1][2].

Uma forma de reduzir o atrito e o desgaste entre as superfícies que possuem movimento relativo é mantê-las separadas, introduzindo entre elas uma camada de lubrificante. Uma das possíveis soluções, e a mais utilizada atualmente, é a lubrificação utilizando lubrificantes líquidos.

Neste tipo de lubrificação o fluido forma uma película que separa as superfícies em movimento relativo. No entanto, em muitas situações práticas, o lubrificante fluido não pode ser utilizado, como por exemplo, onde há baixa pressão ou em intervalos de temperatura onde os fluidos não apresentam mais eficiência. Este fato ocorre tanto em temperaturas mais altas (acima de 200°C) quanto mais baixas, onde os fluidos não possuem mais fluidez adequada. Além disso, este tipo de lubrificação pode trazer problemas de contaminação ambiental ou agir como contaminante no processamento de outros produtos (indústria de alimentos, por exemplo).

O uso de lubrificantes fluidos também torna ineficiente em situações de lubrificação limite decorrentes de paradas de ciclo, não conformidade entre as superfícies ou a impossibilidade de formação do filme do fluido, causam o contato entre as superfícies das peças e o desgaste das mesmas [3].

Uma alternativa à lubrificação com lubrificantes líquidos é o uso de lubrificantes sólidos, que atuam de forma semelhante que a líquida, formando uma camada que impede o contato entre superfícies em movimento relativo. Isso, porém, é possível devido a características do sólido, que possui baixo coeficiente de atrito (μ) [1].

Este lubrificante pode ser aplicado aos componentes em contato na forma de filmes ou camadas depositadas, geradas nas superfícies em contato ou dispersos no volume do material na forma de partículas. No caso da aplicação de lubrificantes como filmes ou camadas existe a possibilidade de haver desgaste dos mesmos, ocorrendo o contato metal-metal e o consequente desgaste das superfícies, associado à dificuldade

de reposição do lubrificante, oxidação e degradação. Uma forma de aumentar o tempo de vida de materiais é incorporar lubrificante sólido no seu volume na forma de partículas dispersadas ou precipitadas de segunda fase, gerando um material compósito de baixo coeficiente de atrito.

As peças produzidas hoje contendo lubrificante sólido dispersos na matriz são buchas de materiais compósitos geralmente produzidos por metalurgia do pó, incluindo bissulfeto de molibdênio (MoS_2), prata (Ag), politetrafluoretileno (PTFE), diseleneto de molibdênio (MoSe_2) com prata ou cobre (Cu), e MoS_2 com matriz ferrosa e platina (Pt) [4]. Buchas autolubrificantes a base de bronze contendo fase de lubrificante sólido vem sendo produzidas e utilizadas há décadas em diversas aplicações de engenharia. No entanto, estas buchas não apresentam elevada resistência mecânica devido ao elevado percentual volumétrico (da ordem de 15 a 40 %) de partículas de lubrificante sólido.

Este elevado percentual é necessário para se alcançar o coeficiente de atrito desejado, porém compromete o grau de continuidade da matriz, diminuindo demasiadamente a sua resistência mecânica. Também, as matrizes utilizadas atualmente não apresentam a dureza necessária para evitar que as partículas da fase lubrificante sólido sejam encobertas rapidamente pela fase matriz por micro-deformação plástica, dificultando a manutenção de uma tribo camada de lubrificante sólido na superfície de trabalho.

Para haver uma distribuição homogênea destas partículas de lubrificante no interior da matriz, a metalurgia do pó (materiais sinterizados) apresenta fáceis formas para a adição de lubrificantes, que podem ser adicionados durante a mistura dos pós ou, em determinados casos, gerados por precipitação durante a etapa de sinterização. Quando este material possui contato com outra superfície e apresenta movimento relativo, o lubrificante forma uma fina camada que impede o contato direto entre as peças.

As técnicas de metalurgia do pó, tanto compactação como a moldagem de pós por injeção apresentam alternativas viáveis e de baixo custo para a fabricação seriada de componentes com elevada precisão dimensional. Sendo assim utilizada em todos os setores da indústria e estas rotas são estudadas para resolver problemas e desenvolvimentos de novos materiais para diversas aplicações.

Porém as rotas convencionais de produção de peças autolubrificantes a partir do pó, a moldagem de pós por injeção (MPI) e a compactação, trazem algumas limitações. A moldagem de pós por

injeção necessita de um maior tempo de processamento e um maior custo de matéria prima.

Já a metalurgia do pó via compactação possui uma resistência mecânica (resistência à tração, por exemplo) inferior a MPI devido à característica de matéria prima e microestrutura (tamanho de pó e poros, por exemplo). Apresenta uma redução na continuidade da matriz (em comparação a MPI) e por consequência uma diminuição da resistência mecânica quando é adicionado partículas de segunda fase, como as partículas que apresentam características de lubrificante solido.

1.2. OBJETIVOS E JUSTIFICATIVAS

Conforme as características de aço autolubrificante sinterizado e questões de suas rotas de moldagens abordadas no item anterior, o presente trabalho procura encontrar uma rota de processamento que permita aliar as características tribológicas adequadas (baixo atrito e resistência ao desgaste) com propriedades mecânicas adequadas, tendo uma rota de produção de baixo custo. Uma forma de resolver este problema é aliar as características das duas principais rotas de processamento de materiais particulados, moldagem de pós por injeção e compactação de pós. Ou seja, obter as características microestruturais avançadas da MPI com a simplicidade de processamento e baixo custo da rota de compactação de pós.

Assim, o objetivo do presente trabalho, na prática, se constitui no desenvolvimento de um aço autolubrificante “in situ” que seja produzido pelo processo de compactação, com sua facilidade de processamento e custos de fabricação, e que possua características microestruturais próximas dos aços produzidos por metalurgia do pó por injeção (MPI).

Para atingir o objetivo proposto, os seguintes objetivos específicos devem ser desenvolvidos:

1. Obtenção de um material autolubrificante;
2. Análise da influência dos diferentes pós, relação tamanho de partícula entre pó da matriz e fase precursora de lubrificante sólido (SiC);
3. Estudo das propriedades tecnológicas dos pós, densidade aparente, escoabilidade e compressibilidade, com e sem

granulação. Estes parâmetros são fundamentais para seu processamento.

4. Avaliação das propriedades microestruturais, fases formadas e nódulos de lubrificantes, propriedades mecânicas, dureza e resistência à tração e tribológicas (atrito e desgaste).

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. METALURGIA DO PÓ

Na atualidade a metalurgia do pó (M/P) possui grande aplicação em toda a indústria metal mecânica. Presente em todos os setores da indústria, produzindo peças para diferentes aplicações e dimensões.

A metalurgia do pó tradicional é desenvolvida em quatro etapas:

- produção dos pós;
- mistura de pós e aditivos;
- compactação/moldagem (conformação/obtenção da forma);
- sinterização [5].

As propriedades necessárias na peça final dependem de todas as etapas descritas. Na etapa de compactação ou moldagem é estabelecida a geometria do componente quando da produção de peças. Na etapa de sinterização estabelece-se a microestrutura e, conseqüentemente, as propriedades mecânicas. Estas, além de dependerem da composição da liga (elementos de liga presentes) dependem dos parâmetros de processamento como: tipo e tamanho do pó utilizado, pressão de compactação, temperatura e tempo de sinterização e atmosfera utilizada. Na metalurgia do pó ferrosa os elementos de liga mais utilizados na produção industrial são: Cu, Ni, C, P e Mo [5].

A metalurgia do pó ferrosa tem como principais vantagens:

- Perda mínima de matéria-prima;
- Fácil controle da composição química do material;
- Temperatura de sinterização baixa se comparada com a fundição;
- Obtenção de componentes acabados com tolerâncias dimensionais estreitas;
- Versatilidade: diferentes peças podem ser fabricadas com o mesmo equipamento, trocando-se apenas o ferramental de moldagem;
- Processo produtivo de fácil automação;
- Uso mais eficiente de matérias-primas e de energia;
- Processo mais econômico para a produção de peças em grandes séries.

A metalurgia do pó tem o seu uso consolidado em algumas rotas fabris por ser um processo alternativo mais econômico quando da fabricação de grandes lotes de peças de alta precisão em série. E também por ser para muitos materiais, o único processo de fabricação

tecnologicamente viável em função da microestrutura exigida ou das propriedades físicas e mecânicas do próprio material.

Nos últimos trinta anos a metalurgia do pó ferrosa evoluiu muito em consequência, basicamente, de três fatores preponderantes:

- Melhor conhecimento tecnológico do processo como um todo, o que proporciona um maior controle dos parâmetros do processo e de sua automação;
- Gradativo aumento na densidade das peças obtidas, melhorando consideravelmente as propriedades mecânicas das peças resultantes;
- Possibilidade do uso de ligas, tratamentos térmicos e termoquímicos, gerando materiais com um grau de homogeneidade, propriedades e repetibilidade comparáveis e/ou superiores àqueles apresentados pelos materiais fundidos, a um custo inferior [6].

2.1.1. O PROCESSO BÁSICO

Inicialmente é necessário conhecer minuciosamente a aplicação pretendida (função, tipo de solicitações mecânicas, térmicas, tribológicas, químicas, etc). Isto permite uma clara especificação técnica do produto que se deseja produzir.

Para atingir a estas especificações é necessária a correta escolha da matéria prima, como composição e tamanho médio de partículas, sendo que devem ser pós com as propriedades tecnológicas adequadas. Estas definições, juntamente com a escolha dos parâmetros de compactação e de sinterização, são essenciais para a obtenção da microestrutura e das propriedades desejadas.

Na compactação de pós metálicos (dúcteis), além da definição da forma, ocorre a densificação em função da deformação plástica. Em pós duros e pós cerâmicos há somente um rearranjo das partículas (Figura 1). Desta forma a etapa de densificação de materiais dúcteis ocorre durante a compactação enquanto em materiais duros esta etapa ocorre na sinterização.

Desta forma defeitos resultantes de enchimento desuniforme da cavidade da matriz de compactação não são corrigíveis nas etapas posteriores. Em resumo, nos metais, como se deseja obter elevada densidade a verde, necessita-se de elevado transporte de massa por rearranjo de partículas e por deformação plástica na etapa da conformação do pó, mas necessita-se menos transporte de massa na

sinterização se comparado com a cerâmica; apenas gerar continuidade de matéria entre as já grandes superfícies de contato geradas na compactação entre partículas [7][8][9].

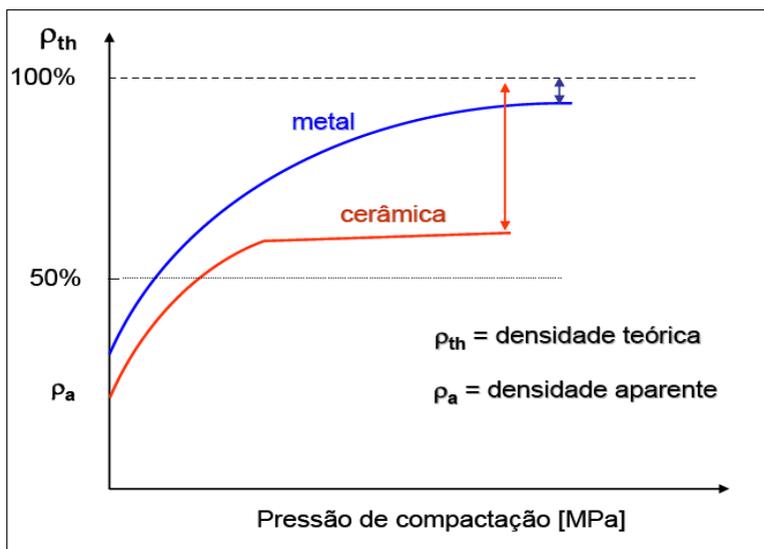


Figura 1: Densificação de pós durante a compactação [10].

Durante a sinterização a união mecânica devido à compactação se torna ligações físicas, fazendo com que o material adquira as propriedades mecânicas requeridas no projeto. Esta etapa é afetada pelo tamanho das partículas do pó e dos elementos de liga que podem facilitar ou dificultar a sinterização.

Algumas peças necessitam de etapas posteriores devido a tolerâncias pequenas, detalhes que não são possíveis de serem feitos durante a etapa de compactação da peça ou tratamentos superficiais com nitretação, ferroxidação, cementação, etc.

2.1.2. MOLDAGEM DE PÓS POR INJEÇÃO (MPI)

O processo de moldagem por injeção (MPI) é um processo relativamente recente. Teve seu primeiro desenvolvimento em 1920 e devido a dificuldades técnicas, foi industrialmente esquecido. A partir de 1970, o campo de pesquisa do processo de moldagem de pós por injeção começou a desenvolver-se consideravelmente. A partir de 1980 o processo de moldagem de pós por injeção foi consolidado para a aplicação industrial [11]. A partir de 1987 esta técnica passou a ser

reconhecida como um autêntico processo de fabricação, quando efetivamente se iniciou a padronização industrial dos componentes.

A vantagem deste processo é a capacidade de produção de peças que apresentam alta complexidade geométrica. Em contrapartida, a limitação desta técnica está relacionada com as dimensões da peça a ser produzida. Para viabilizar este processo é necessária a utilização de um grande percentual de carga orgânica, e esta deve ser retirada antes da sinterização. Desta forma, os componentes devem possuir pequenas dimensões, sendo que as peças geralmente estão entre 0,003g a 200g de massa. Segundo German [11], a maioria dos componentes produzidos tem dimensão máxima de 100 mm ou menor do que 200 cm³ de volume.

As matérias mais utilizadas na MPI são as ligas de NiFe (2%Ni e 7%Ni), aços inoxidáveis (17-4PH, 316L, 410 e 440C), aços carbono (SAE4140, 52100) e materiais para aplicações magnéticas (50%NiFe, 80%NiFe, 50%FeCo, 49CoFe2V). Novas aplicações no setor automotivo, materiais a base de níquel, resistente a altas temperaturas, têm sido desenvolvidas. Também, sistemas que necessitam suportar desgaste de componentes, logo desenvolvimentos de materiais que tenham baixo coeficiente de atrito e alta resistência ao desgaste aliado a também uma alta resistência mecânica abrem novas perspectivas de mercado para a MPI [11].

O princípio de moldagem de pós por injeção relaciona duas técnicas industriais consolidadas, que são a injeção de polímeros e a metalurgia do pó convencional. O que se faz é aproveitar a capacidade reológica que os polímeros possuem para preencher uma cavidade, e adicionar certa quantidade de pó, seja ele metálico, cerâmico ou compósito.

Em termos de processo, a parte que trabalha com materiais metálicos ficou universalmente conhecida como MIM (*Metal Injection Molding*), enquanto que aquela que trabalha com materiais cerâmicos passou-se a chamar CIM (*Ceramic Injection Molding*) [11].

Este processo pode ser considerado a mais avançada técnica da metalurgia do pó, sendo também, considerada uma técnica híbrida por associar a moldagem por injeção de polímeros com a metalurgia do pó. Ela se subdivide em quatro etapas principais: preparação da massa para injeção, moldagem por injeção, extração do sistema ligante, sinterização (figura 2). As duas primeiras etapas são similares às da injeção de plástico, enquanto que as duas últimas são mais próprias da metalurgia do pó [11].

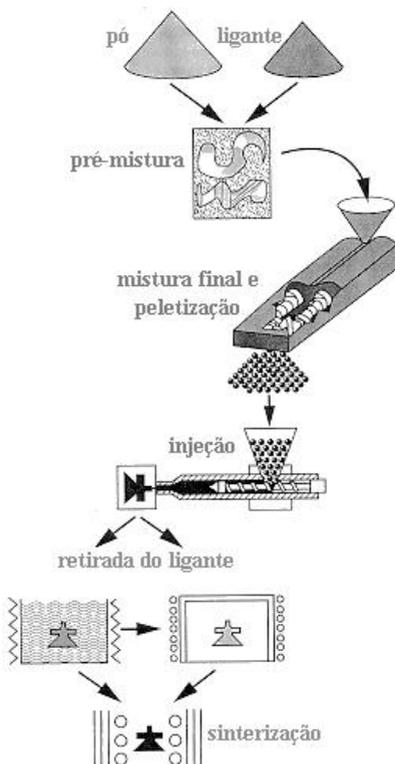


Figura 2: Etapas principais da Moldagem de Pós por Injeção [12].

2.2. GRANULAÇÃO

Pós que possuem pequeno tamanho de partícula tendem a ter dificuldades para escoar para dentro da cavidade de matriz. Isto pode provocar maior tempo para a produção de peças, necessitando de um maior tempo para o preenchimento da matriz, vazios ou diferenças de massa, podendo provocar distorções que não poderão ser eliminadas em etapas posteriores. Para atenuar ou eliminar por completo este problema existem técnicas para unir estas partículas formando aglomerados do pó, melhorando a suas propriedades tecnológicas.

Para isso utiliza-se um ligante que manterá as partículas unidas até que seja realizada a etapa de compactação. O ligante é dissolvido em um solvente adequado e ao evaporar ocorrerá a união das partículas do pó. Estes pós podem ser orgânicos ou inorgânicos (tabela 1) [10].

Tabela 1: Ligantes orgânicos e inorgânicos para granulação de pós [13].

Ligantes Orgânicos	Ligantes Inorgânicos
<ul style="list-style-type: none"> • Álcool polivinílico (PVA) • Cera (princ. parafina), PW • Celulose • Dextrinas • Resinas termoplásticas • Hidrocarbonetos clorados, etc. 	<ul style="list-style-type: none"> • Argilas plásticas • Betonitas • Silicatos de Mg-Al e Silicatos solúveis • Fosfatos • Borofosfatos, etc.

Existem algumas formas distintas de se realizar a granulação de pós com ou sem o uso de ligantes orgânicos, sendo que os principais métodos para se realizar a granulação são em tambor, por “*Spray Dryer*”, térmica e mecânica. Nos itens de 2.1.1 até 2.1.4 serão abordados uma breve descrição de cada método. O método que foi utilizado neste trabalho foi o de granulação a tambor devido a sua facilidade de processamento para pequenos lotes de pós e controle de variáveis.

2.2.1. GRANULAÇÃO EM TAMBOR

Para a granulação em tambor é necessário a utilização de uma massa formada pela mistura de pós que se deseja granular, do polímero que será o responsável pela formação dos grânulos e pelo solvente específico para este polímero. Neste método esta massa é colocada dentro de um cilindro ou tambor e este inicia movimentos de rotação causando a colisão e junção entre as partículas. Durante este processo acontece o envolvimento das partículas de pó pelo polímero e a evaporação do solvente, formando assim os grânulos.

O tamanho médio dos grânulos formados depende, dentre outros fatores, do tempo de granulação e velocidade de rotação do tambor. Este processo permite a utilização laboratorial, onde há a produção em baixa escala de pós granulados [10].

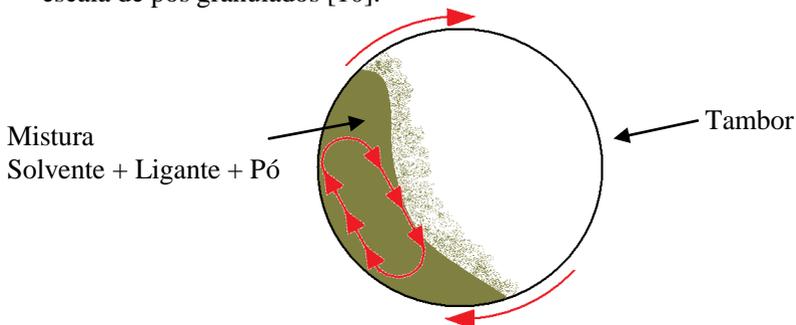


Figura 3: Granulação por tambor

2.2.2. GRANULAÇÃO POR “*SPRAY DRYER*”

Neste processo a massa resultante da mistura dos pós, ligantes e solvente (massa) é pulverizada dentro de um atomizador e em contato com as correntes de gases o solvente é evaporado formando um grânulo de partículas do pó. Modificando os parâmetros pode se ter um controle adequado do tamanho médio dos grânulos formados. Neste caso pode não ser necessária a utilização de solvente como no caso da argila em que a água faz a função de ligante (figura 4) [10][14][15][16].

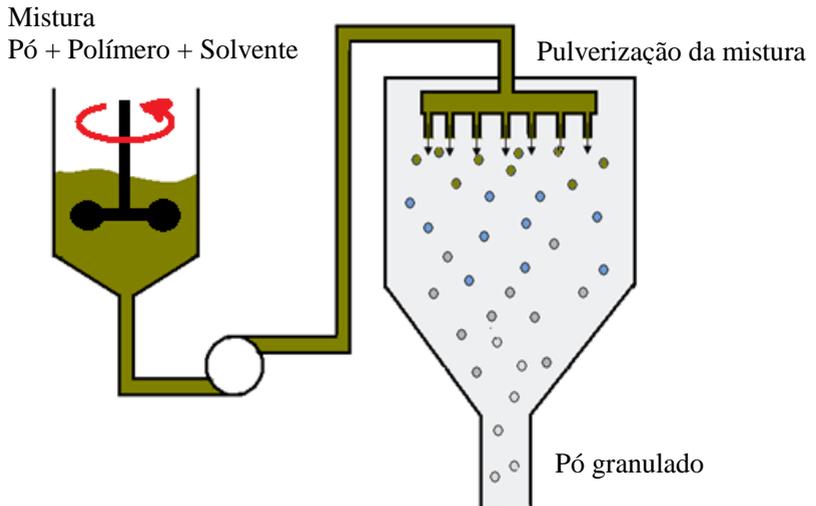


Figura 4: Granulação por “*Spray Dryer*”, onde a solução é pulverizada para produzir grânulos.

2.2.3. GRANULAÇÃO TÉRMICA

Neste processo é realizado um tratamento térmico, em baixa temperatura (em torno de 50-70% da temperatura usual de sinterização do material), em que as partículas criam pequenos contatos de sinterização. O pó levemente sinterizado é moído durante curto tempo formando grânulos (Figura 5) [10][17].

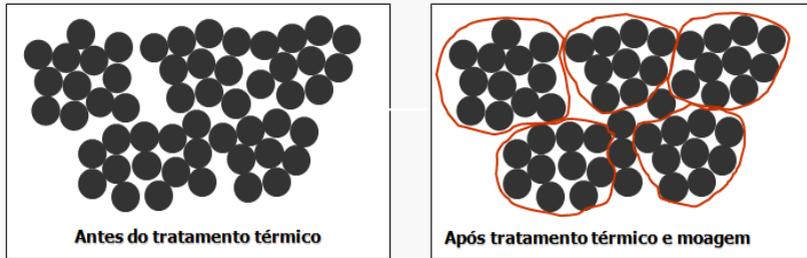


Figura 5: Processo de granulação por tratamento térmico, o pó é pré sinterizado, formando os primeiros contatos [10].

2.2.4. GRANULAÇÃO MECÂNICA

Para realizar a granulação mecânica se faz uma compactação leve dos pós e, em seguida, o compactado é desintegrado formando grânulos devido à ancoragem mecânica das partículas (Figura 6) [10].



Figura 6: Granulação mecânica, o pó é compactado com baixa pressão formando grânulos devido à ancoragem mecânica [10].

2.3. LUBRIFICAÇÃO SÓLIDA

Devido ao contato e movimento relativo entre duas superfícies, surge a força de atrito e desgaste. Um dos meios para evitar ou minimizar o desgaste é manter as superfícies separadas ou introduzindo uma camada de lubrificante entre as superfícies.

Nos últimos anos, novos lubrificantes sólidos e novos conceitos de lubrificação foram desenvolvidos para alcançar melhor lubricidade, menor atrito e maior resistência ao desgaste em aplicações cada vez mais severas. Uma das vantagens do uso de lubrificantes a seco é a eliminação da lubrificação limite, causada em mancais com lubrificação fluida.

No início do movimento entre as peças não há a formação da camada de lubrificante, causando o contato entre as superfícies. No caso de lubrificante sólido isto é atenuado, pois uma vez formada a camada

de lubrificante, este sempre poderá estar presente entre as partes em contato.

A definição de lubrificante sólido é um material que promove lubrificação, essencialmente a seco, de duas superfícies em movimentos relativos entre si. São materiais que possuem baixo coeficiente de atrito e alta resistência ao desgaste. Podem ser aplicados na forma de filmes finos ou em pó na superfície de trabalho, promovendo a proteção, reduzindo o atrito e conseqüentemente o desgaste. Precisam ainda possuir coeficiente de atrito menor que 0,2 e taxa de desgaste menor de $10^{-6} \text{ mm}^3 \text{ N}^{-1} \text{ m}^{-1}$ [1][18][19].

Estes lubrificantes são essenciais em situações que envolvem aplicações críticas de operação como alto vácuo, elevadas temperaturas, temperaturas criogênicas ou quando lubrificantes líquidos não são efetivos ou indesejáveis (Tabela 2) [1][4][19].

Existem vários tipos de lubrificantes sólidos, e estes são divididos em dois grupos: moles (dureza menor do que 10 GPa) e duros (dureza maior do que 10 GPa) [20]. Os lubrificantes sólidos duros apresentam um baixo coeficiente de atrito e maior resistência ao desgaste, quando comparados aos lubrificantes sólidos moles. Estes podem apresentar baixo coeficiente de atrito, mas nem sempre apresentam alta resistência ao desgaste. A tabela 3 apresenta os principais lubrificantes sólidos utilizados para cada uma das duas categorias.

Tabela 2: Situações onde lubrificantes líquidos são indesejados (adaptado de [1]).

REQUISITOS	APLICAÇÕES
Evitar contaminação do produto ou ambiente	Máquinas que processam alimentos, equipamentos óticos, telescópios espaciais, câmeras e microscópios, automóveis, equipamentos médicos ou dentários.
Manter ou lubrificar áreas inacessíveis ou indesejadas	Veículos espaciais, satélites, aeronaves, reatores nucleares, mecanismos aeroespaciais.
Resistência à abrasão em ambientes de carregamento contaminado	Aeronaves, automóveis, equipamentos de mineração e agrícolas, veículos <i>off-road</i> , máquinas testeis, equipamentos de construção.
Promover estocagem prolongada ou serviço estacionário	Equipamentos para aeronaves, trilhos e outros equipamentos ferroviários, componentes de mísseis, reatores nucleares, pontes, prédios, fornos.

Uma das formas mais simples de obtenção de uma camada de lubrificante sólido se dá através de uma suspensão de partículas. Por exemplo, MoS_2 , contido em um portador (solvente) é aplicado na superfície como um lubrificante fluido comum. Após a aplicação, o solvente, evapora ou é eliminado para fora do sistema, restando apenas uma camada lubrificante sólida entre as superfícies [1].

Tabela 3: Classificação de revestimentos tribológicos [20].

Lubrificantes sólidos duros (dureza maior que 10 GPa)	Lubrificantes sólidos moles (dureza menor que 10 GPa)
<p>Nitretos TiN, CrN, ZrN, BN, BaSO_4</p> <p>Carbetos TiC, WC, CrC</p> <p>Óxidos Al_2O_3, Cr_2O_3, TiO_2, ZnO,</p> <p>Boretos TiB_2</p> <p>DLC e Diamante a-C, ta-C, a-C:H, ta-C:H, CNx a-C:X(:H), diamante nanocristalino</p>	<p>Metais moles Ag, Pb, Au, In, Sn, Cr, Ni, Cu</p> <p>Sólidos lamelares MoS_2, WS_2, Grafite H_3BO_3, HBN, GaS, GaSe</p> <p>Haletos, sulfatos, sulfetos, selenetos de Dicalcogênios CaF_2, BaF_2, PbS, CaSO_4, BaSO_4</p> <p>Polímeros PTFE, PE, Poliamida DLC hidrogenado</p>

DLC = Carbono tipo diamante; a= amorfo; ta = amorfo tetraédrico;
X = metal; nc = nano cristalino; PTFE = politetrafluoretileno; PE = polietileno.

Lubrificantes também podem ser aplicados a peças na forma de camadas de resinas, polímeros, deposição física, química de vapores (PVD e CVD) ou através do bombardeamento de espécies ionizadas (Plasma). Outra forma é o incorporar na matriz uma segunda fase lubrificante, que durante o movimento entre as superfícies o lubrificante sairá dos estoques e formará a camada lubrificante.

2.3.1. COMPÓSITO AUTOLUBRIFICANTE

O material que possui duas ou mais fases quimicamente distintas e insolúveis (ou baixa solubilidade entre as fases), combinadas tridimensionalmente e com uma interface definida pode ser chamado de material compósito. Compósitos autolubrificantes são utilizados para aumentar o tempo de serviço de máquinas e equipamentos onde óleos e graxas não podem ser utilizados. Como exemplo, compósitos de matriz metálica que contém lubrificantes sólidos para aplicações em altas temperaturas e condições de vácuo, são produzidos por metalurgia do pó [13].

A produção de materiais compósitos autolubrificantes com matriz metálica não é nova na área de materiais. Estes componentes são aplicados em diversos equipamentos como impressoras, barbeadores

elétricos, furadeiras, liquidificadores, entre outros. Normalmente o metal utilizado para a matriz estrutural para a fabricação destes compósitos é ferro puro, bronze, cobre e prata. As fases lubrificantes mais utilizadas são o grafite, o dissulfeto de molibdênio (MoS_2), prata (Ag), politetrafluoretileno (PTFE) e disseleneto de molibdênio (MoSe_2) [20]. Buchas com estes materiais são fabricadas a décadas, utilizando metais de baixo ponto de fusão e em diversas aplicações de engenharia.

Porém estes materiais possuem uma baixa resistência ao desgaste, e não apresentam elevadas propriedades mecânicas, limitando consideravelmente a sua aplicação. A maior parte destes materiais requer um grande percentual de lubrificante sólido (15 a 40%) para alcançar os valores de coeficiente de atrito a níveis aceitáveis para a lubrificação sólida [21].

Outro ponto que inviabiliza a utilização deste tipo de material em aplicações que requerem elevadas propriedades mecânicas é o seu elevado grau de descontinuidade da matriz. Isto é causado durante as etapas de mistura e moldagem do pó, onde ocorre o cisalhamento do lubrificante entre as partículas de pó da matriz, gerando uma condição que prejudica o processo de sinterização [21].

Uma das soluções para este problema é o desenvolvimento de ligas ferrosas (aços) contendo lubrificante sólido em seu interior. Estes compósitos podem ser facilmente obtidos por técnicas de processamento a partir do pó. Tanto técnicas convencionais como compactação de pós quanto técnicas mais avançadas como moldagem de pós por injeção são técnicas bastante promissoras de moldagem de compósitos ferrosos autolubrificantes.

Há alguns anos o desenvolvimento de ligas autolubrificantes ferrosas e não ferrosas vem sendo desenvolvidas no LabMat, tanto ligas produzidas por moldagem de pós por injeção como ligas produzidas por compactação [13][22][23][24][25][26][27][28]. Para alcançar os resultados propostos, foi necessário trabalhar com as propriedades mecânicas das matrizes e alguns parâmetros como a continuidade da matriz, tamanho e geometria de partículas de lubrificante entre outras.

Dentre as técnicas estudadas, a que demonstrou melhores resultados até o momento foram as que utilizaram como precursor da fase lubrificante o carboneto de silício (SiC) [13]. Este componente dissocia-se durante a sinterização da matriz ferrosa em dois estágios. Inicialmente os átomos de carbono e silício são dissolvidos na matriz metálica. Porém, a constante dissociação do SiC causa um aumento do enriquecimento da matriz com átomos de silício em torno dos locais onde há partículas de SiC.

O silício causa a estabilização da fase ferrita (α) da matriz ferrosa, onde a solubilidade do elemento carbono é muito baixa (0.02%*m* em 727°C [29]). Isto faz com que a dissociação do carbono seja muito baixa, enquanto a difusão do silício continua acontecendo. Como consequência, tem-se a formação de anéis de ferrita ao redor das partículas iniciais de carboneto.

Já o carbono, não podendo difundir na matriz, permanece formando nódulos de grafite, apresentando uma forma de nanofolhas empilhadas. A figura 7 apresenta uma microestrutura típica destes aços sinterizados autolubrificantes. Pode se notar os anéis de ferrita em torno dos nódulos de grafite. A figura 8 mostra os pacotes de folhas de grafite que compõem os nódulos.

Estudos recentes apontam estas folhas de grafite como sendo as responsáveis pelo baixo atrito apresentado por estes materiais (coeficiente de atrito 0,1) [26]. Ao serem estudadas via microscopia Raman, verificou-se que estas são constituídas por grafite turbostrático 2D ao invés do grafite altamente orientado 3D. Desta forma, a força de interação química entre os planos de grafite é menor que o encontrado no grafite tradicional. Ou seja, ao utilizar este material em contato com outro e com movimento relativo, as nano folhas facilmente cisalham entre as superfícies de contato, formando um filme que evita o contato metal-metal.

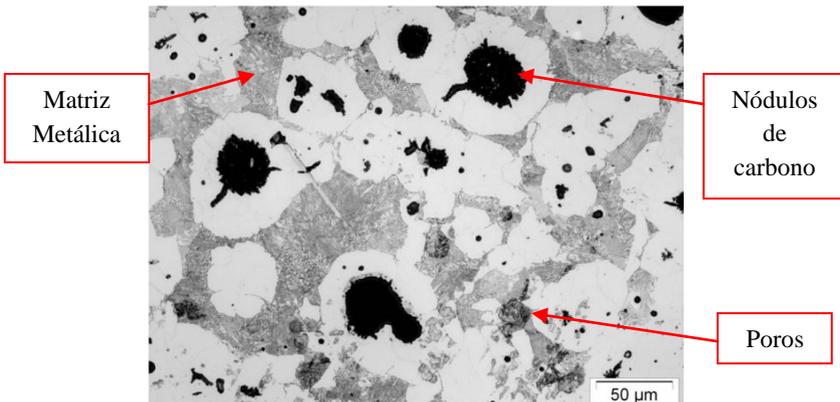


Figura 7: Microestrutura de um aço sinterizado autolubrificante, obtido por dissociação do SiC em matriz ferrosa (2% de SiC) [9].

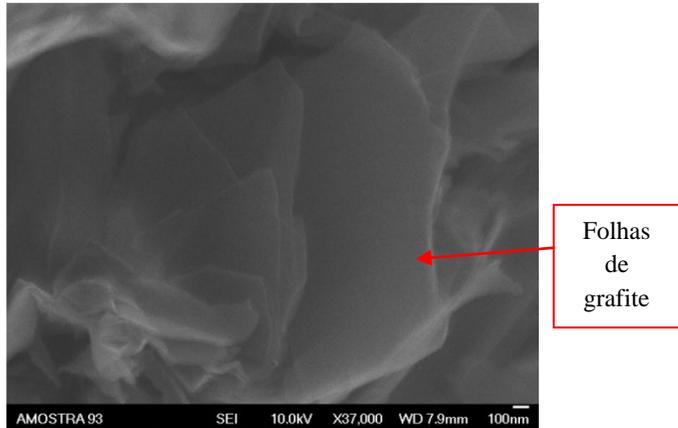


Figura 8: Folhas de grafite empilhadas que compõem os nódulos de grafita dos aços sinterizados autolubrificantes [13].

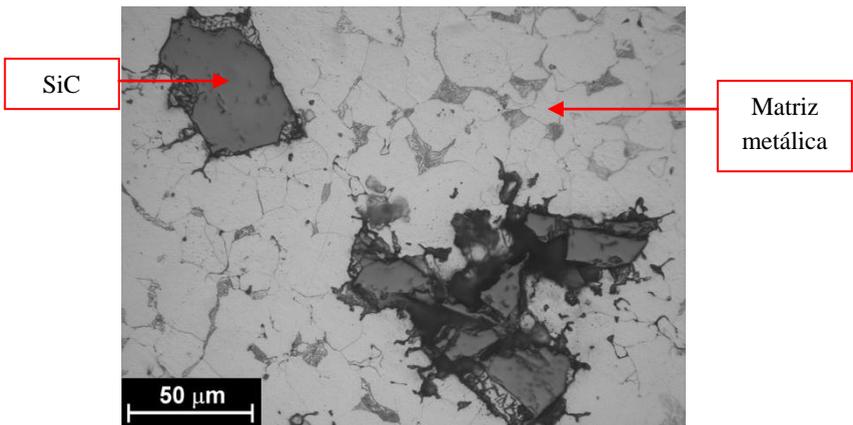


Figura 9: Aço contendo SiC não totalmente dissociado, Fe(100μm)+3SiC(50μm) [13].

Importante lembrar que outros processos de fabricação e métodos de alcançar materiais com baixo coeficiente de atrito estão em desenvolvimento no LabMat - UFSC. Os resultados obtidos com as pesquisas se mostram promissores, alcançando valores de coeficiente de atrito muitas vezes abaixo da meta inicial utilizando diferentes matrizes, lubrificantes e processos de fabricação. Isto abre portas para outras aplicações específicas e solucionando problemas de desgaste excessivo em componentes com movimento relativo [13][22][23][24][25][26][27][28].

3. METODOLOGIA DE DESENVOLVIMENTO DO NOVO PROCESSO

Assim o objetivo do presente trabalho foi o desenvolvimento de uma rota de processamento para a produção de um aço autolubrificante por compactação. Um material que fique entre a metalurgia do pó por compactação e a moldagem de pós por injeção (figura 9), unindo as técnicas de composição de moldagem de pós por injeção, que são pequenos poros e a formação de nódulos de lubrificantes de tamanho próximo ao tamanho dos poros, e a velocidade e o custo da metalurgia do pó via compactação.

Este trabalho faz parte de um projeto de pesquisa desenvolvida no LabMat – UFSC [13][22][23][24][25][26][27][28] visando o desenvolvimento de materiais autolubrificantes a seco com matriz metálica e com elevada resistência mecânica, diferentemente dos materiais autolubrificantes a seco atualmente em uso como buchas autolubrificantes em equipamentos leves e eletrodomésticos, que possuem baixa resistência mecânica. O material desenvolvido no LabMat - UFSC é um aço com baixo coeficiente de atrito e elevada resistência mecânica e dureza, produzidos por moldagem de pós por injeção.

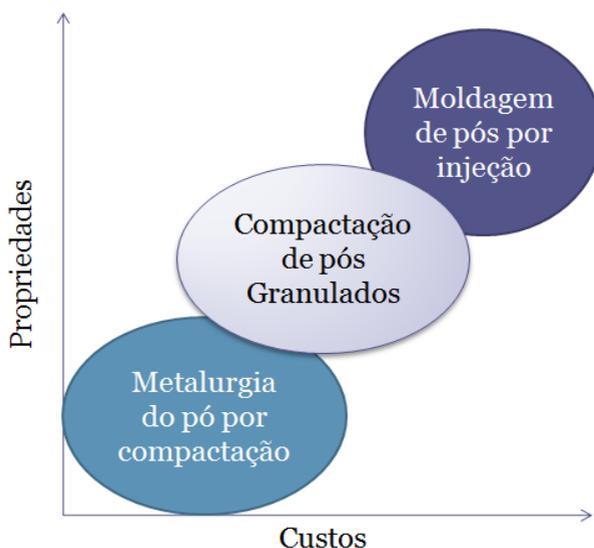


Figura 10 – Forma de obtenção do material autolubrificante com alta resistência mecânica

Para incorporar partículas de lubrificante sólido no volume de um material, teoricamente existem duas possibilidades:

- a) Produzir o material compósito a partir de matéria prima na forma de pós (processamento a partir de pós) e misturar partículas de lubrificantes sólidos não solúveis e não reativas com os pós que formam a matriz do compósito;
- b) Gerar as partículas de lubrificante sólido no interior do material por precipitação ou por reação entre componentes, mediante um tratamento térmico ou durante a sua fabricação primária (processo de fabricação primária).

No presente trabalho optou-se pela segunda possibilidade, ou seja, o desenvolvimento de material autolubrificante pela geração de partículas de lubrificante sólido “in situ” durante a sua sinterização [13]. Foi utilizado carboneto de silício como precursor para a geração de nódulos de carbono (grafita) no volume do aço sinterizado por dissociação do carboneto durante a sinterização de componentes produzidos via compactação de pós granulados.

Devido ao fato de que apenas partículas de SiC relativamente finas (tipicamente menores que 15 μm) se dissociam completamente durante a sinterização, isto é, em temperaturas e tempos normais da sinterização de aços. Partículas com tamanho maior necessitam de um maior tempo para uma total dissociação e uma adequada difusão na matriz. Desta forma, faz-se necessário a utilização pó de SiC com tamanho de partícula muito fino, não adequado como aditivo de mistura com os pós típicos da metalurgia do pó ferrosa tradicional.

É fato conhecido que quando um aditivo não solúvel com tamanho de partícula muito pequeno é misturado ao pó da matriz com tamanho de partícula bem maior (ver figura 11), o aditivo passa a formar uma fase praticamente contínua entre as partículas da matriz. Mesmo quando presente em menor quantidade, conforme é o caso nos presentes aços sinterizados. Assim, para a otimização da microestrutura, é necessário utilizar pó de ferro com tamanho de partícula compatível com o do aditivo SiC utilizado para a geração dos nódulos de grafita por dissociação no presente trabalho.

Devido ao fato de que misturas de pós tão finos não apresentam escoabilidade suficiente para haver um adequado preenchimento da matriz, estes foram granulados a fim de que fosse possível a sua conformação via compactação uniaxial em matriz. Este processo é mais

produtivo e de menor custo e menor tempo de processamento quando comparado ao processo de moldagem de pós por injeção (MPI).

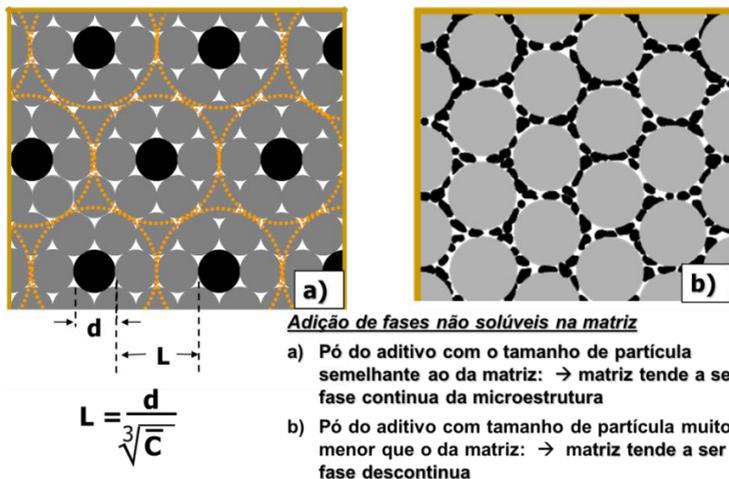


Figura 11: Influência do tamanho das partículas do aditivo insolúvel sobre o grau de continuidade da matriz. a) modelo ideal; b) modelo indesejável. Sendo L o livre caminho médio, d o diâmetro médio da partícula de lubrificante sólido e C a concentração de lubrificante sólido [13].

Para a otimização da microestrutura do compósito, os seguintes aspectos devem ser considerados:

- a) Livre caminho médio entre as partículas de lubrificante sólido;
- b) Tamanho e distribuição das partículas de lubrificante sólido;
- c) Teor de lubrificante sólido.

Certamente existe um tamanho ideal das partículas dispersas, bem como, um livre caminho médio ideal entre elas que permita a obtenção de uma matriz metálica completamente contínua. Resultando na melhor combinação entre coeficiente de atrito e resistência mecânica que irá depender das condições de processamento. Requisito indispensável é que se forme uma tribo-camada na superfície do material capaz de evitar contato metal-metal e gerando com isto baixo coeficiente de atrito. A figura 12 ilustra uma microestrutura esquemática ideal com as partículas de lubrificante sólido dispersas de forma homogênea em uma matriz.

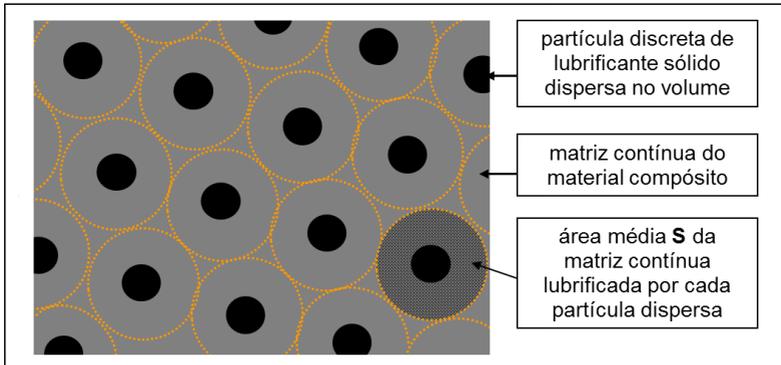


Figura 12: Modelo idealizado da microestrutura de um compósito autolubrificante a seco [12].

Teoricamente, uma distribuição do lubrificante sólido com um livre caminho médio o mais regular possível é desejável. Isto implica na utilização de partículas de lubrificante sólido, a medida do possível com uma distribuição de tamanho de partícula mono modal e relativamente estreita. Cada partícula de lubrificante sólido deve fornecer o lubrificante necessário para a lubrificação de uma área bem definida da interface a ser lubrificada. A quantidade relativa (% volume) da fase lubrificante sólido deve ser mantida tão baixo quanto possível a fim de minimizar a interrupção da matriz metálica, que possui a função de prover a resistência mecânica do compósito.

Adicionalmente um compósito autolubrificante a seco deve atender no mínimo, as seguintes propriedades [1]:

- a) Coeficiente de atrito menor que 0,2;
- b) Taxa de desgaste com valor máximo de $10^{-6} \text{ mm}^3 \text{ N}^{-1} \text{ m}^{-1}$.

Para isto, os pós que possuem tamanho médio de partículas menores que $45 \mu\text{m}$, serão granulados utilizando polímeros como ligante para possibilitar o enchimento da matriz e a compactação dos pós. Estes pós granulados serão produzidos utilizando diferentes polímeros e diferentes percentuais em massa. Isto será de grande importância para a fabricação em série de peças a partir destes pós. Desta forma serão feitos os seguintes estudos:

1. Análise da influência dos diferentes pós, relação tamanho de partícula entre pó da matriz e fase precursora de lubrificante sólido (SiC);
2. Estudo das propriedades tecnológicas dos pós, densidade aparente, escoabilidade e compressibilidade, com e sem granulação. Estes parâmetros são fundamentais para seu processamento.
3. Avaliação das propriedades microestruturais, fases formadas e nódulos de lubrificantes, propriedades mecânicas, dureza e resistência à tração e tribológicas (atrimento e desgaste).

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Nos próximos itens serão descritos os materiais e métodos utilizados para o desenvolvimento do presente trabalho. O fluxo de trabalho segue conforme a Figura 12.

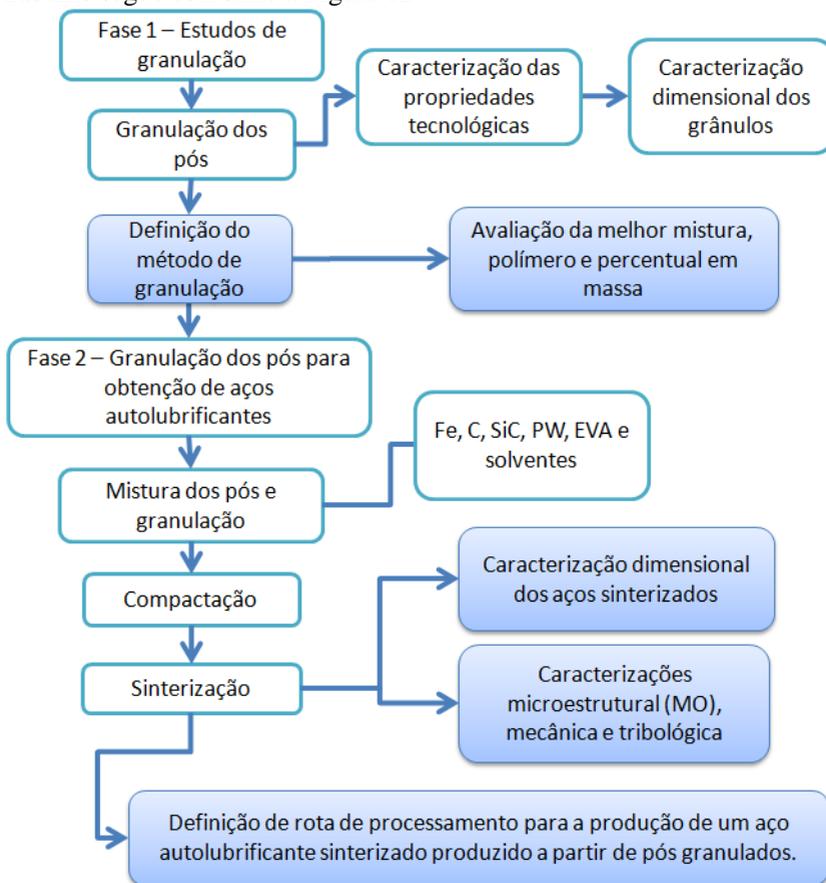


Figura 13: Fluxograma da rota de processamento que será utilizada neste trabalho.

4.1. MATERIAIS

Para alcançar os objetivos conforme descrito no capítulo 2 os pós precisam possuir tamanho de partículas similares. Tendo este ponto em vista foram utilizadas diferentes matérias primas conforme detalhadas na tabela 4.

Tabela 4: Características do pó. Informações cedidas pelo fabricante

Tipo	Código do pó	Fabricante	Granulometria (μm)	Tipo de pó
Ferro de compactação	ASC 100.29	Höganäs Brasil LTDA	20 a 200	Atomizado
Ferro de compactação	ASC 100.29 <45 μm	Höganäs Brasil LTDA	<45 μm	Atomizado
Ferro de Injeção	OM-CL	BASF	~5 μm	Carbonila
-	SiC 800	Cobral LTDA	~10 μm	Moagem
-	SiC 400	Cobral LTDA	~25 μm	Moagem
-	Carbono (C)	Nacional Grafite Ltda	8,50 μm	Moagem

4.2. MISTURAS

Os pós foram misturados em misturador “Y” durante 45 minutos, rotacionando a 35 rpm para garantir a homogeneidade do pó e a consequente homogeneidade da peça depois de compactada e sinterizada. As misturas e seus componentes estão na tabela 5.

Tabela 5: Tabela com as misturas que serão utilizadas neste trabalho.

<i>Pó de ferro (em balanço)</i>	<i>Código</i>	<i>C (%)</i>	<i>SiC (%) 10 μm</i>	<i>SiC (%) 25 μm</i>
<i>Fe OM</i>	LSCA-1	-	3	-
<i>ASC100.29 (>45 μm)</i>	LSCA-2	0,6	3	-
<i>AHC100.29</i>	LSCA-3	0,6	3	-
<i>Fe OM</i>	LSCA-4	-	-	3
<i>ASC100.29 (>45 μm)</i>	LSCA-5	0,6	-	3
<i>AHC100.29</i>	LSCA-6	0,6	-	3

Além dos elementos para a produção das ligas que são objetivo deste trabalho, também foi adicionado 0,8% em massa de estereato de zinco que possui a finalidade de diminuir o atrito entre as partículas e entre as mesmas e as paredes da matriz. As morfologias dos pós utilizados podem ser observadas na Figura 14, onde nota-se a forma das partículas de SiC, a irregularidade dos pós de ferro ASC100.29 e ASC100.29<45 μm e a esfericidade das partículas do pó de ferro OM.

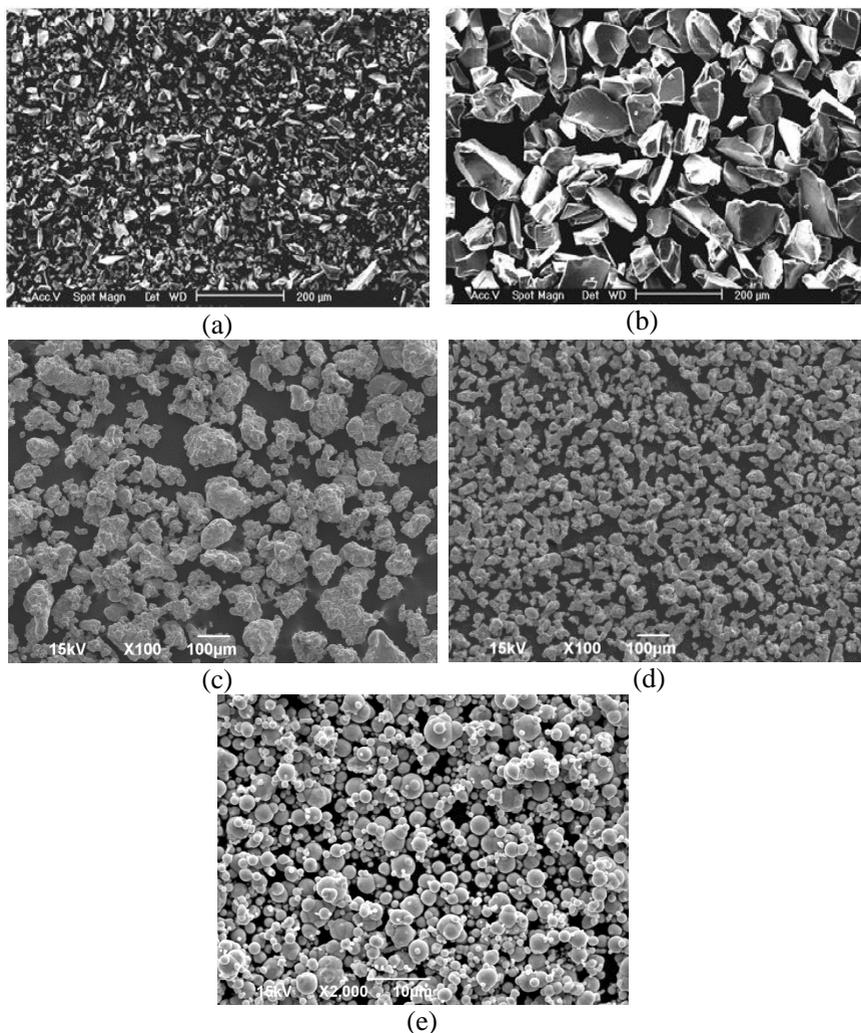


Figura 14: Fotos dos pós de SiC e Fe que serão utilizados neste trabalho. (a) SiC com tamanho médio de 10 μm , (b) SiC com tamanho médio de 25 μm , (c) ASC100.29 com tamanho médio de 120 μm , (d) ASC100.29 peneirado, <math><45\mu\text{m}</math>, (e) OM-CL pó de injeção com tamanho médio de 5 μm .

As misturas para a obtenção do aço autolubrificante estão descritas na tabela 5. Nesta tabela pode-se notar que há a adição de carbono (grafite) apenas nas ligas onde não foi utilizado o pó de ferro

OM. Pois este ferro já contém aproximadamente 0,6% de C em sua composição.

Este carbono é decorrente do processo de fabricação do pó, o processo carbonila, este processo produz um pó com regiões ricas em carbono. Desta forma para ser possível ter ligas equivalentes entre todas as misturas é necessária a adição de 0,6% de grafite (C) em massa. Este grafite, além de compor a estrutura do aço, também será utilizado para a formação dos nódulos de grafite durante a sinterização do material.

O percentual de SiC utilizado neste trabalho foi selecionado a partir de trabalhos já realizados pelo LabMat – UFSC. Estas pesquisas mostram que ao se adicionar 1% de SiC as propriedades mecânicas aumentam em relação ao aço sem o Si como elemento de liga. Porém, estes valores diminuem até atingir o percentual de 3% em massa de SiC, quando voltam a aumentar (figura 15) [13].

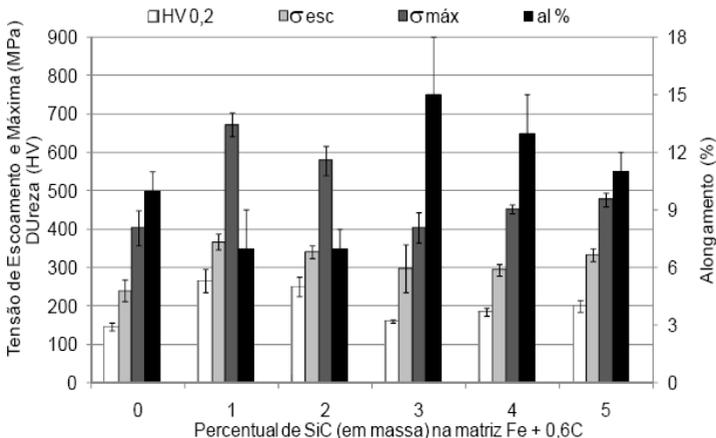


Figura 15: Análises da influência do percentual de SiC nas propriedades mecânicas das ligas produzidas por metalurgia do pó por injeção (MPI) [13].

A utilização de SiC foi responsável pela modificação nas propriedades mecânicas da liga. Durante a sinterização o SiC é dissociado e os elementos Si e C difundem na matriz metálica. Primeiramente pode ser descrito o endurecimento da matriz metálica pela dissociação do SiC e dissolução do silício (Si) na matriz ferrosa.

Há também o efeito da dissolução do carbono (C) na matriz, porém isto ocorre principalmente no início do processo de sinterização e dissociação do SiC. Após, a difusão do C é limitada devido à estabilização da ferrita (fase α) pelo Si e deste ponto em diante se obtém uma matriz ferrosa com nódulos de carbono formado por lamina de

carbono nanométricas [13]. Ao se adicionar Si na matriz ferrosa ocorre a estabilização da ferrita, que possui uma solubilidade muito baixa de C. Ao alcançar o teor de 3% de SiC a matriz ferrosa é quase totalmente ferrita (Figura 16) [13].

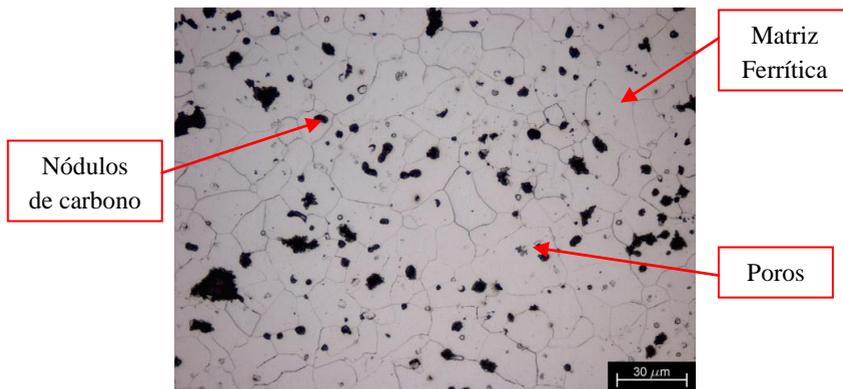


Figura 16: Microestrutura da liga produzida por PIM. Liga composta por FeOM + 0,6C + 3SiC [13].

A quantidade dos nódulos de grafite é proporcional a diminuição do coeficiente de atrito, característica que é uma das metas deste trabalho. Ao não possuir perlita, o material possui todo seu percentual de C formando nódulos de grafite, diminuindo assim o coeficiente de atrito do material.

Devido aos melhores resultados apresentados por trabalhos anteriores das ligas que contenham 3% em massa de SiC [13], este percentual de precursor de grafite foi escolhido para realizar este trabalho.

4.3. GRANULAÇÃO DOS PÓS

Anteriormente foi explicado que pós com granulometria menor que 45μm necessitam melhorar suas propriedades tecnológicas. Assim estes pós passaram por um processo de granulação, em que foi feita uma solução com polímero e um solvente.

Este polímero tem a finalidade de envolver todas as partículas de pó e de agrupar estas partículas formando grânulos que melhoram as propriedades tecnológicas dos pós sem afetar a sinterabilidade do material.

Estas propriedades são três características do pó. A escoabilidade, que é o tempo necessário para que 50g de pó escoe por um funil calibrado. Isto indica o tempo necessário para o preenchimento da

matriz de compactação, sendo diretamente ligado à produtividade da empresa.

A segunda característica é a densidade aparente. Esta característica indica o volume de pó para se atingir a densidade final da peça. Sendo essencial para o projeto das ferramentas de compactação.

A última propriedade tecnológica é a compactabilidade. Ou seja, a capacidade do pó em ganhar forma e adquirir densidade desejada do componente. Também, a peça compactada precisa possuir resistência mecânica suficiente para não se romper até que tenha sofrido a sinterização.

As peças produzidas com pós granulados devem ser sinterizadas com rampas de aquecimento menores que o utilizado normalmente na indústria. Isto se faz necessário para que o ligante formador dos grânulos possa sair por completo do componente, sem que haja deformação ou trincas.

Para haver uma boa resistência dos grânulos foi utilizado como ligante o Etileno-Acetato de Vinila (EVA) ou a parafina (PW) e como solvente para este polímero o tolueno para EVA e o hexano para PW. Esta solução forma uma pasta com a mistura de pós e o solvente evaporará naturalmente. Durante a secagem a massa é colocada dentro de um tambor ou cilindro e irá girar, e devido aos choques e giros os grânulos são formados.

Estes polímeros foram adicionados em diferentes percentuais com relação à massa de pó utilizado (tabela 6), e dissolvido em 100 mL de solvente para 100 g de pó.

Tabela 6: Solução de polímeros e solventes para a granulação dos pós da mistura.

<i>Solução de granulação</i>	<i>EVA (% em massa)</i>	<i>Tolueno (mL)</i>	<i>PW(% em massa)</i>	<i>Hexano (mL)</i>
<i>1</i>	<i>0,5</i>	<i>100</i>	<i>-</i>	<i>-</i>
<i>2</i>	<i>1</i>	<i>100</i>	<i>-</i>	<i>-</i>
<i>3</i>	<i>1,5</i>	<i>100</i>	<i>-</i>	<i>-</i>
<i>4</i>	<i>2</i>	<i>100</i>	<i>-</i>	<i>-</i>
<i>5</i>	<i>-</i>	<i>-</i>	<i>0,5</i>	<i>100</i>
<i>6</i>	<i>-</i>	<i>-</i>	<i>1</i>	<i>100</i>
<i>7</i>	<i>-</i>	<i>-</i>	<i>1,5</i>	<i>100</i>
<i>8</i>	<i>-</i>	<i>-</i>	<i>2</i>	<i>100</i>

Após a granulação as novas partículas foram peneiradas e as menores que 250µm foram utilizadas para a produção das peças e

avaliado as propriedades tecnológicas dos grânulos e das peças após a sinterização de acordo com as normas MPIF Standard 03 e MPIF (Metal Powder Industries Federation) [30] (figura 17).

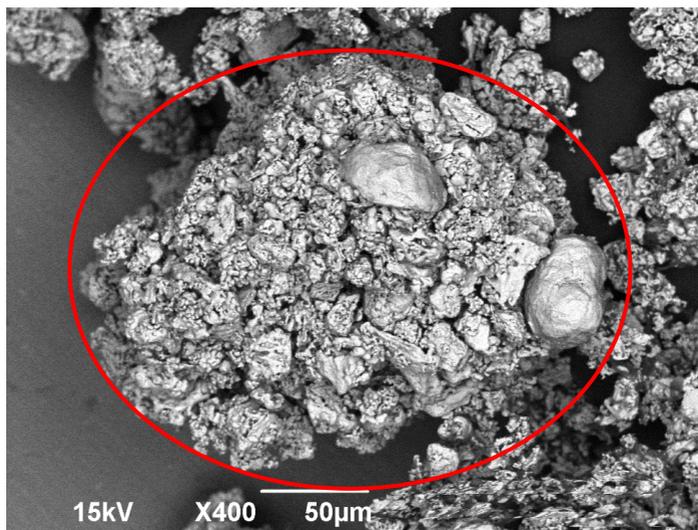


Figura 17: Pó granulado com 2% de EVA.

4.4. COMPACTAÇÃO

As misturas prontas e granuladas foram compactadas em uma prensa hidráulica em uma matriz com duplo efeito para diminuir os gradientes de densidade na peça devido as perdas de carga por atrito entre as partículas e entre as partículas e as paredes da matriz.

Foram produzidos corpos cilíndricos com 20 mm de diâmetro e 5 mm de altura, com uma pressão de 500 MPa onde foi avaliada a densidade a verde das peças.

Também foram produzidas peças para realização de ensaios de tração produzidas de acordo com a norma MPIF Standard 10 [30].

4.5. SINTERIZAÇÃO

Um dos objetivos deste trabalho é a produção de peças utilizando pós granulados que se aproximem das características mecânicas das peças produzidas MPI. Também, para garantir a extração completa dos polímeros utilizados para a produção dos pós, optou-se pela sinterização em forno a plasma.

As peças foram colocadas em placas e posicionadas em potencial flutuante sobre o ânodo do reator com plasma a baixa potência. A

atmosfera utilizada foi com 95% de argônio (Ar) e 5% de hidrogênio (H₂) a uma pressão de 1 torr e com fluxo de 500 sccm (centímetros cúbicos por minuto).

A temperatura foi alcançada ajustando a potência do forno. Para o ciclo térmico foi utilizada uma taxa de aquecimento de 5°C/min, com patamar a 350 °C de 30 minutos para extração dos ligantes orgânicos, e um patamar de sinterização a 1150 °C durante uma hora (figura 19).

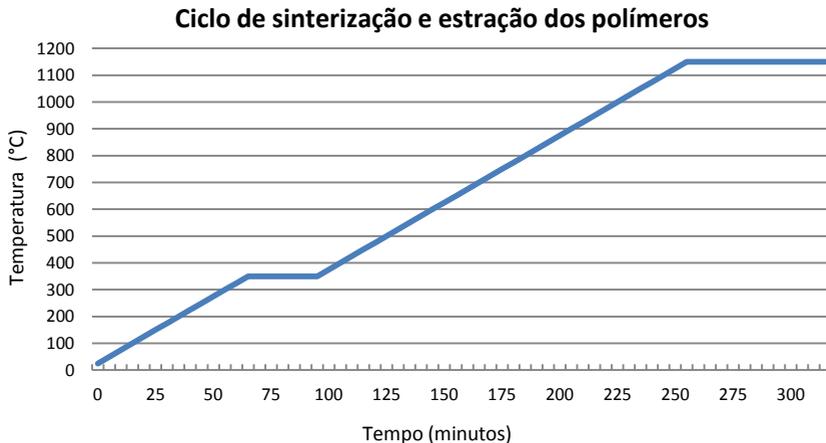


Figura 18: Ciclo térmico para sinterização e extração de polímero realizado neste trabalho.

4.6. CARACTERIZAÇÃO

4.6.1. PROPRIEDADES TECNOLÓGICAS DOS GRÂNULOS

Após a produção de pós granulados foram analisadas as suas propriedades tecnológicas. Estas avaliações compreendem as medições de densidade aparente, escoabilidade, compactabilidade dos pós.

Escoabilidade é um ensaio normalizado em que uma massa de 50g de pó escoam em um funil com rugosidade e dimensões controladas. Deste teste deve ser medido o tempo necessário para que todo o pó escoe do funil. Este teste é importante tecnologicamente, pois com ele pode-se conhecer o tempo de enchimento da matriz de compactação, ou seja, o tempo necessário para a fabricação de peças, quanto menor o tempo de escoamento melhor o enchimento da matriz, menor a possibilidade de falhas no componente produzido e maior a sua produtividade.

Densidade aparente é a quantidade de massa de pó em repouso que ocupa uma unidade de volume. A importância desta medida é para

saber qual o volume é necessário de pó para que a densidade final possa ser alcançada.

Compactabilidade é a capacidade do pó de aumentar a sua densidade durante a compactação. Com estes dados dos pós, a indústria que produz peças a partir de pós dimensiona e projeta suas ferramentas e matrizes.

4.6.2. DENSIDADE

A densidade dos componentes foi medida pelo método de Arquimedes (imersão em água), utilizando uma balança METTLER TOLEDO XS 203 Dual Range, de acordo com a norma MPIF Standart 42 [30]. Este método utiliza a medição de massa do corpo de provas ao ar e imerso, e com a diferença de valores medidos é calculada a densidade do material.

Uma das técnicas de medição da densidade de materiais porosos é o selamento externo das peças. Este processo consiste no recobrimento das peças a serem medidas utilizando uma fina camada de óleo ou polímero que impede a entrada de líquido através dos poros presentes nas superfícies dos componentes.

Para haver uma maior confiabilidade nos valores encontrados utiliza-se mais de um corpo de prova. Assim para cada aço produzido foram medidos cinco corpos de prova de cada composição.

4.6.3. MICRODUREZA

Os ensaios de microdureza Vikers foram realizados em um microdurômetro modelo LECO LM100AT, seguindo a norma ASTM E-384 [31].

Para haver um valor de dureza mais preciso foi realizado dez endentações com carga de 100g para cada variação de aço produzido. Estas medições foram feitas em regiões onde não havia poros e nódulos de grafite aparentes. O objetivo desta análise é a verificação da dureza alcançada pela matriz do material produzido.

4.6.4. MICROESTRUTURA

Todas as ligas foram submetidas à caracterização da microestrutura resultante do seu processo de fabricação. Para isso, as peças foram cortadas, embutidas, lixadas e polidas até a granulometria de 0,3 μm . Após, foram atacadas com 2% ácido nítrico diluído em álcool PA (nital 2%) para revelação da microestrutura.

A avaliação da microestrutura foi realizada em um microscópio óptico (MO) Olympus modelo BX60M com ampliação de 500 vezes e

200 vezes, onde foi avaliado a distribuição dos poros e dos estoques de lubrificantes. A quantidade de poros e grânulos de grafite na microestrutura foi medido através de um programa de análise de imagens.

4.6.5. ENSAIOS DE TRAÇÃO

Foram realizados ensaios de tração em uma máquina MTS seguindo a norma MPIF standard 10 [30] de ensaios tração em materiais sinterizados compactados, visando a obtenção do alongamento, tensão de escoamento e tensão máxima.

O ensaio de tração consiste na aplicação de uma carga uniaxial em um corpo de provas padronizado. Deste ensaio foram retirados os valores de tensão de escoamento, tensão máxima e alongamento máximo suportado pelo material.

4.6.6. TRIBOLOGIA

Para a avaliação tribológica dos compósitos desenvolvidos é necessário primeiro se definir qual o ensaio mais adequado. Além do tipo de ensaio, as condições nas quais serão realizados estes ensaios também são fundamentais. Várias configurações tribológicas são de uso comum para a avaliação de atrito e desgaste. Como exemplos de ensaios rotativos têm-se as configurações pino sobre disco, bloco sobre anel e quatro esferas. Esses testes podem ser utilizados em condições de movimento unidirecional ou rotativo e, em geral, as principais desvantagens destes testes rotativos são que os componentes reais não podem ser testados, pode ocorrer um contato não conforme e as características superficiais dos componentes podem ser afetadas.

Com isto a configuração que proporciona um movimento alternativo se mostra mais promissora para estas análises. A principal vantagem destes ensaios são que componentes reais podem ser avaliados e principalmente as características superficiais podem ser preservadas [32]. Como configuração destes ensaios a geometria esfera sobre plano ou cilindro são as mais utilizadas, pois essas configurações facilitam a montagem e a avaliação do desgaste do corpo e contra corpo [33]. Por estas considerações optou-se por um ensaio com movimento alternativo na configuração esfera sobre plano, sendo o compósito sinterizado o plano.

Foram realizados ensaios de durabilidade conforme modelo proposto e certificado por De Mello [34]. A durabilidade da superfície foi definida como o trabalho ($Nm = \text{força aplicada} \times \text{distância de}$

deslizamento) em que o valor do coeficiente de atrito não ultrapasse os valores limites para a lubrificidade a seco (coef. de atrito $< 0,2$).

O método de avaliação da durabilidade desenvolvido por De Mello [34], consiste em um método de carregamento incremental. A durabilidade da superfície foi determinada aumentando a carga normal em um valor e definido em cada intervalo de tempo constante. Com esta metodologia de ensaio pode-se determinar a carga máxima que os materiais suportam para este sistema tribológico, além de se ter um ensaio de tempo reduzido [34].

Estes ensaios foram realizados no LabMat-UFSC, em um tribômetro universal CETR MI Universal, utilizando como contracorpo uma esfera aço 52100 de 3 mm de diâmetro. Os parâmetros medidos e monitorados ao longo do teste foram a frequência, a força tangencial (em consequência, o coeficiente de atrito) e o potencial de contato.

5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo são apresentados os resultados obtidos no estudo de compactação de pós granulados, visando obter materiais com características mecânicas próximos aos materiais produzidos por MPI, com os custos de fabricação do processamento por compactação. Inicialmente o item 5.1 apresentará o estudo de granulação, onde o objetivo foi selecionar um polímero e um percentual ideal para a produção de grânulos de pó de ferro. Já o item 5.2 apresentará os resultados obtidos com a utilização da mistura granulada.

5.1. GRANULAÇÃO PRELIMINAR

Para os ensaios preliminares para avaliar o percentual ideal de ligante a ser adicionado para a formação ideal dos grânulos foram utilizados inicialmente dois tipos de polímeros, o EVA e a parafina. Esta última, porém, não apresentou resistência mecânica suficiente para unir as partículas da mistura, fazendo com que os grânulos desintegram logo após o término do processo de granulação, não resistindo ao manuseio. Este fato impossibilitou o uso deste polímero para a produção dos grânulos a serem estudados. Desta forma, para a mistura utilizada, o PW não foi o polímero ideal para a formação de grânulos.

Diferentemente, o EVA apresentou boa resistência mecânica, sendo este o utilizado em todas as misturas para a formação de grânulos. Porém, este polímero necessita de aquecimento para que seja totalmente dissolvido, sendo necessário aquecer a uma temperatura de aproximadamente 70 °C em tolueno (figura 19).

Após a etapa de dissolução do EVA e posterior mistura com os pós de ferro, utilizou-se do método de granulação em tambor. Este método foi escolhido por ser de fácil manuseio e ser em escala laboratorial. Este processo produziu grânulos arredondados que foram fracionados de acordo com o tamanho médio de partícula desejado. Assim este pó está pronto para as etapas posteriores de compactação e ensaios de caracterização.

Devido às diferenças de tamanhos dos pós utilizados, da sua geometria e forma das partículas de pó, poderia haver uma diferença no percentual de ligante a ser adicionado para a formação de grânulos. Desta forma, foram utilizados os percentuais de ligantes conforme a tabela 7. A utilização de menor quantidade de polímeros mostrou-se inadequada. Pois, não foi suficiente para a formação de grânulos.



Figura 19: Ilustração do pó granulado através do método de granulação em tambor utilizando EVA como ligante.

Os percentuais que apresentaram melhor formação de grânulos para cada um dos pós utilizados foi o mesmo para ambos os tipos de pó de ferro utilizados, sendo de 2% de EVA para o pó de injeção OM e para o ASC 100.29 <45 μm .

Tabela 7: Tabela com os percentuais de polímero utilizado para a formação dos grânulos.

Pó de ferro utilizado	Percentual de EVA utilizado
OM	<i>1,5% e 2%</i>
ASC 100.29 <45 μm	<i>1,5% e 2%</i>

5.1.1. PROPRIEDADES TECNOLÓGICAS DOS GRANULADOS

Os pós que foram avaliados as propriedades tecnológicas foram apenas os pós granulados, pois o pó ASC 100.29 já é normalmente utilizado na indústria.

Os grânulos formados com EVA como aglomerante apresentaram grânulos esféricos, que facilitam a escoabilidade. Devido à forma de produção destes grânulos, estes foram fracionados com tamanho menor de 250 μm . Porém devido a este tamanho não foi possível a utilização do funil de Hall com o tamanho de orifício de 0,10" (2,54mm) devido a trancamentos causados pelos grânulos. Desta forma foi utilizado o funil com diâmetro do orifício de 0,20" (5,08mm), MPIF Industries, Standard 03 [30].

Como referência para os valores encontrados, foi utilizado o pó de ferro elementar atomizado produzido pela Höganäs, com designação comercial ASC 100.29. Segundo o fabricante, a densidade aparente de $2,92 \text{ g/cm}^3$ e a escoabilidade para o funil com orifício de $0,20''$ de aproximadamente $7,50 \text{ s/50g}$ (escoabilidade para o funil com orifício de $0,10''$ é de aproximadamente 26 s/50g).

A tabela 8 mostra os valores de escoabilidade e densidade encontrados nos diferentes granulados produzidos.

Tabela 8: Tabela com os valores de escoabilidade e densidade aparente dos pós granulados

Pó/Granulado	Escoabilidade(s/50g)	Densidade Aparente (g/cm³)
OM 1,5%EVA	$7,67 \pm 0,14$	$2,657 \pm 0,033$
OM 2%EVA	$7,72 \pm 0,08$	$2,572 \pm 0,034$
ASC100.29<45µm 1,5%EVA	$8,03 \pm 0,04$	$2,176 \pm 0,0402$
ASC100.29<45µm 2%EVA	$9,07 \pm 0,23$	$2,272 \pm 0,0143$

Os resultados dos pós granulados foram próximos aos resultados do pó de referência. Sendo que ao utilizar os pós granulados, proposto neste trabalho, a escoabilidade e a densidade aparente alcançaram valores satisfatórios quando comparados com o pó de referência. Desta forma, não haverá diferenças significativas nos tempos de enchimento das matrizes para a produção de peças.

5.1.2. COMPACTABILIDADE E SINTERIZAÇÃO PRELIMINAR

Após os testes de escoabilidade e densidade aparente, os grânulos foram compactados e analisadas as densidades a verde das peças. Estas peças foram sinterizadas e verificadas suas densidades e a sua microestrutura, avaliando assim variações de densidade e vazios em seu interior.

As peças sinterizadas e a verde apresentaram uma densidade normal para peças sinterizadas, tomando os valores de ferro puro como referência $7,87 \text{ g/cm}^3$. A figura 20 apresenta as densidades relativas dos pós granulados com relação à referência.

Durante a sinterização houve uma variação de densidade, sendo que os pós que possuem um tamanho médio de partículas menor apresentaram um aumento nos valores de densidade.

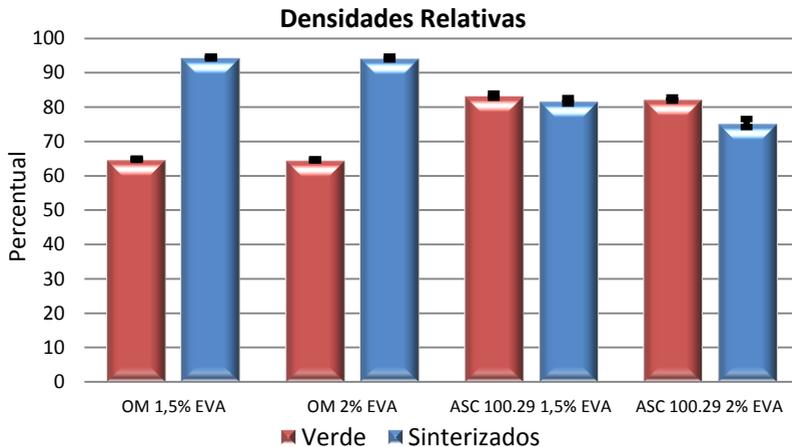


Figura 20: Densidades relativas dos aços produzidos. Tomando com referência a densidade do ferro puro sem porosidade.

Destes valores também pode ser considerado a retração dimensional (figura 21), que é diretamente proporcional à variação de densidade. Desta forma, pode ser visto que as peças produzidas com o pó ASC 100.29 com 1,5% de EVA apresentaram retração próximos a zero.

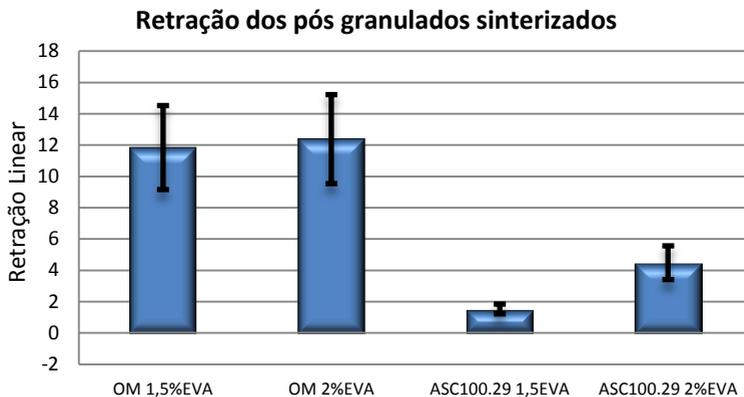


Figura 21: Gráfico com os valores de retração linear das peças sinterizadas.

Também foi avaliado a porosidade residual com auxílio do software de análise de imagens (tabela 9). Isto está diretamente relacionado com a resistência mecânica da peça, pois, mostra a

descontinuidade do material, sendo possíveis concentradores de tensão. Observa-se que há uma maior percentual de poros quando há uma maior quantidade de ligante orgânico, como era esperado. Também há uma menor porosidade nas peças produzidas com o pó de menor tamanho médio de partícula.

Tabela 9: Percentual de poros encontrados.

Pó/Granulado	Porosidade (%)
FeOM 1,5% EVA	<i>5,27</i>
FeOM 2% EVA	<i>5,53</i>
ASC 100.29 1,5% EVA	<i>13,99</i>
ASC 100.29 2% EVA	<i>18,95</i>

Após a sinterização pode ser observado que a perda de massa em todas as misturas foi conforme o percentual de massa de ligante adicionado (figura 22), sendo a variação para cima destes valores provavelmente devido ao estereato de zinco adicionado na mistura de pós, à redução dos óxidos e outros resíduos orgânicos presentes nos pós.

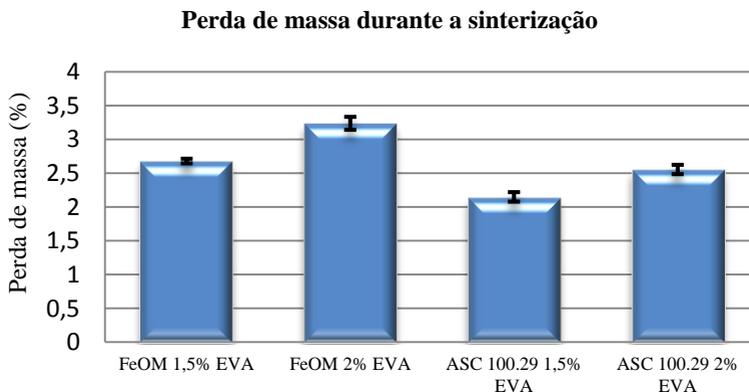


Figura 22: Gráfico com os valores percentuais de perdas de massa dos granulados após a sinterização.

5.1.3. MICROGRAFIA DOS SINTERIZADOS PRELIMINARES

As peças sinterizadas apresentaram boa qualidade após a sinterização, ou seja, inexistência de fissuras e gradientes de porosidade em todos os tipos de pó de ferro utilizado e em todos os percentuais de EVA utilizado. Pode ser visto que o tamanho dos poros resultantes são maiores quando se utiliza pós com maiores tamanhos médio de partículas, como pode ser observado nas figuras 23 a 26.

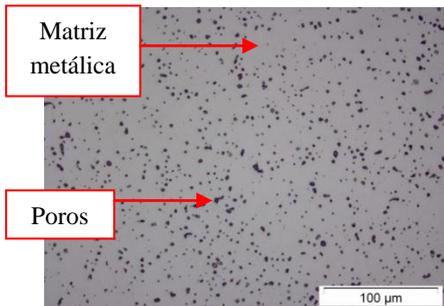


Figura 23: FeOM granulado com 1,5% EVA sinterizado.

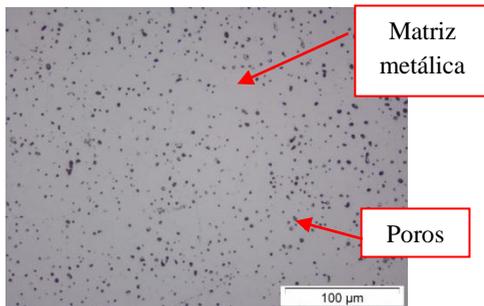


Figura 24: FeOM granulado com 2,0% EVA sinterizado.

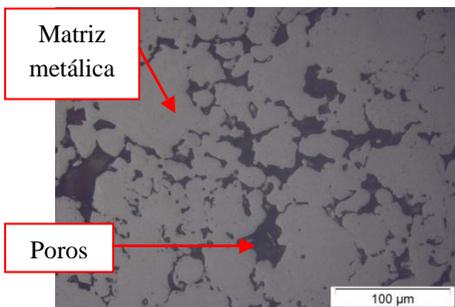


Figura 25: ASC100.29<45µm granulado com 1,5% EVA sinterizado.

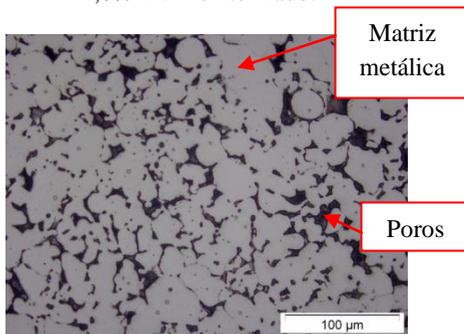


Figura 26: ASC100.29<45µm granulado com 2,0% EVA sinterizado.

De acordo com as micrografias, pode ser visto que os diferentes valores de porosidade para os diferentes pós de ferro estudados. Porém, há diferença entre os percentuais de polímeros utilizados foi pequena. Contudo, os poros do pó FeOM apresentou uma melhor formação de grânulos quando utilizado o percentual de 2% de EVA.

O pó de ferro ASC 100.29<45 µm apresentou também uma melhor formação de grânulos quando utilizado 2% de EVA. Além de

possuir uma melhor distribuição dos poros quando comparado com os granulados de 1,5% de polímeros.

5.2. COMPACTAÇÃO E SINTERIZAÇÃO DAS LIGAS CONTENDO SIC

Com os resultados encontrados no item 5.1 seguiu-se para a mistura de pós e granulação das misturas utilizando os valores percentuais de massa encontrados nos testes preliminares (tabela 11), considerando somente os que apresentaram os melhores resultados para cada tipo de pó de ferro utilizado na mistura.

Tabela 10: Valores de polímero utilizado para a produção dos grânulos da mistura de Fe+SiC+C.

Pó de ferro utilizado na mistura	Massa de EVA utilizado (%)
FeOM	2
ASC100.29<45µm	2
ASC100.29	0

Como citado anteriormente o objetivo deste trabalho é a produção de aços com baixo coeficiente de atrito com pós granulados. Assim, foram produzidos os aços segundo a tabela 11. Sendo que para efeito de comparação, foram feitas misturas com pós granulados e pós não granulados (os percentuais de elementos de liga estão conforme item 4.2. Misturas).

Tabela 11: Tabela com as ligas estudadas, misturas granuladas e não granuladas para efeitos de comparação para os aços produzidos. Percentuais de elementos de liga em massa.

<i>Pó de ferro (em balanço)</i>	<i>Código</i>	<i>C (%)</i>	<i>SiC (%) 10 µm</i>	<i>SiC (%) 25 µm</i>
<i>Fe OM</i>	LSCA-1	-	3	-
<i>ASC100.29 (<45 µm)</i>	LSCA-2	0,6	3	-
<i>ASC100.29**</i>	LSCA-3	0,6	3	-
<i>Fe OM</i>	LSCA-4	-	-	3
<i>ASC100.29 (<45 µm)</i>	LSCA-5	0,6	-	3
<i>ASC100.29**</i>	LSCA-6	0,6	-	3
<i>Fe OM*</i>	LSCA-7	-	3	-
<i>ASC100.29 (<45 µm)*</i>	LSCA-8	0,6	3	-
<i>Fe OM*</i>	LSCA-9	-	-	3
<i>ASC100.29 (<45 µm)*</i>	LSCA-10	0,6	-	3

*Pós granulados com EVA de acordo com a tabela 10.

**Não há a necessidade de granular este pó.

Os aços produzidos receberam a nomenclatura “LSCA” (Lubrificante sólido compactado aglomerado). De acordo com a tabela, variando os tamanhos de pó de ferro, tamanho de SiC e pó granulado ou não granulado.

Estes pós granulados foram compactados na forma de cilindros com aproximadamente 5 mm de altura e 20 mm de diâmetro. Durante a compactação foi possível observar que com a adição de polímeros para granular facilitou a compactação de pós com pequeno tamanho médio de partículas. Como os pós de injeção, que além de possuir um pequeno tamanho de partícula também possui carbono em sua estrutura, aumentando assim a dureza do pó.

Para a sinterização foi utilizada uma taxa de aquecimento de 1,5 °C/min de 200 °C a 500 °C, 5 °C/min de 500 °C a 1150 °C e patamar de uma hora a esta temperatura. Estas taxas de aquecimento utilizadas durante o aquecimento foram necessárias para possibilitar que todo o EVA utilizado para a granulação seja extraído da peça sem gerar deformação, danos (fissuras) ou que se tenham resíduos de polímero nas peças após a sinterização.

5.3. CARACTERIZAÇÃO

A microestrutura das peças sinterizadas foi analisada via microscopia ótica. Os pontos de maior atenção foram a porosidade residual, devido ao polímero adicionado e aos poros inerentes do processo de metalurgia do pó, e se ocorreu a formação de nódulos de grafite devido a dissociação do SiC adicionado.

5.3.1. MATERIALOGRAFIA

As figuras 27 a 32 mostram a microestrutura das ligas contendo SiC com diâmetro médio de 10 µm e 25 µm não granuladas.

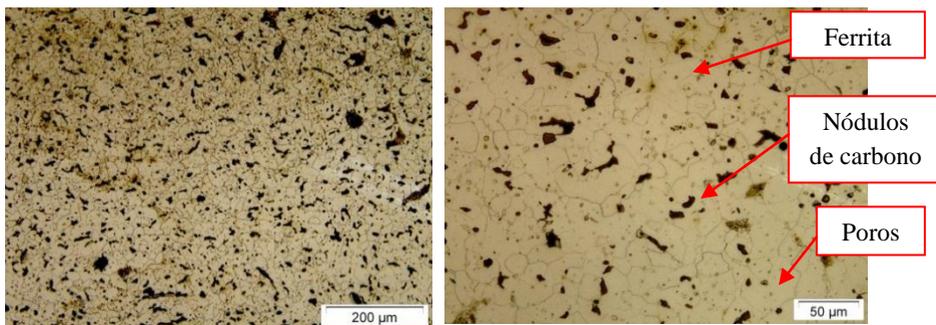


Figura 27: LSCA-1 FeOM + 3 SiC(<10µm), revelação de microestrutura com Nital 2%.

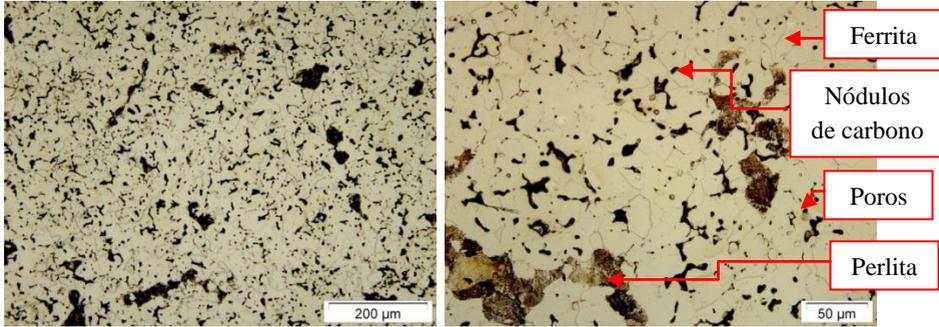


Figura 28: LSCA-2 Fe ASC100.29 (<math><45\mu\text{m}</math>) + 3 SiC (<math><10\mu\text{m}</math>) + 0,6 C

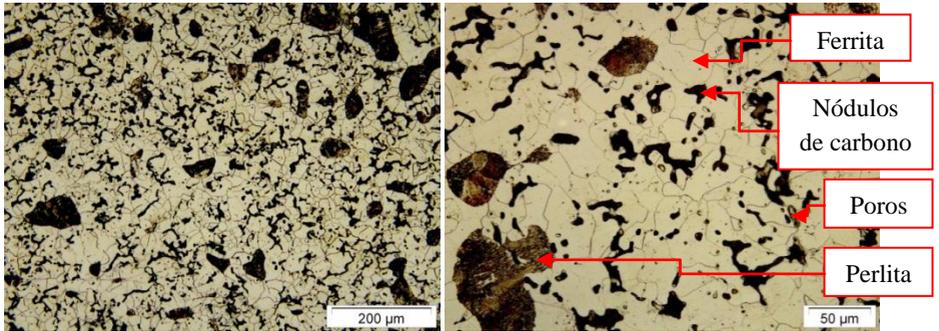


Figura 29: LSCA-3 Fe ASC100.29 + 3 SiC (<math><10\mu\text{m}</math>) + 0,6 C

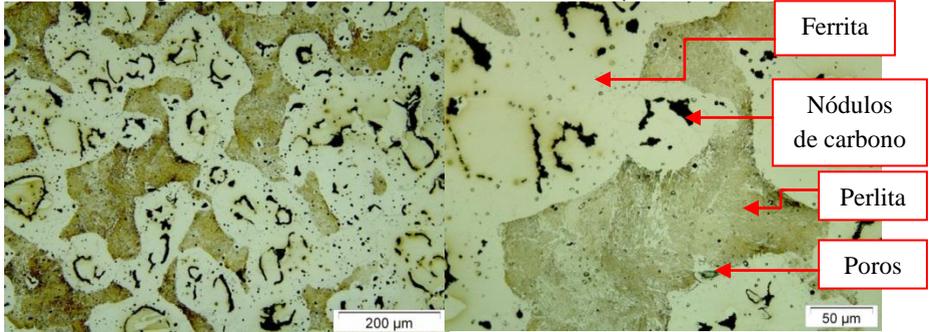


Figura 30: LSCA-4 FeOM + 3 SiC (<math><25\mu\text{m}</math>)

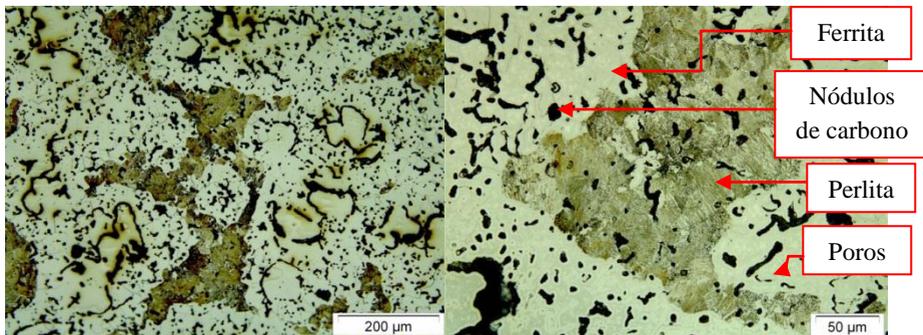


Figura 31: LSCA-5 Fe ASC100.29(<45μm)+ 3 SiC(<25μm) + 0,6 C

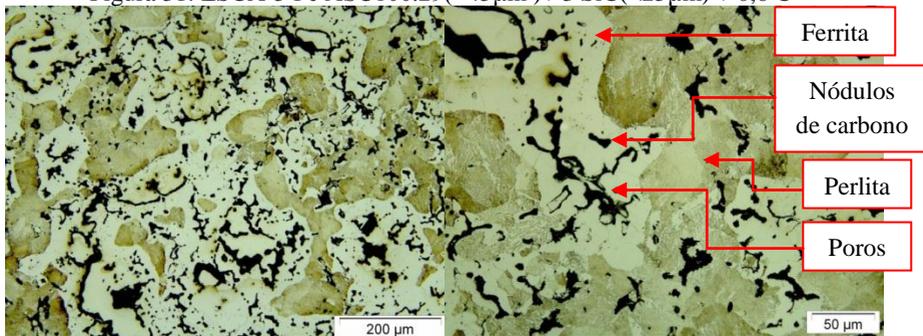


Figura 32: LSCA-6 Fe ASC100.29 + 3 SiC(<25μm) + 0,6 C

A liga LSCA1 que foi produzida utilizando pó de ferro fino e SiC de diâmetro médio de 10 μm apresentou uma microestrutura muito similar à liga de referência produzida por MPI (Figura 16). Ou seja, pouca quantidade de poros sendo estes arredondados e partículas de grafite (estruturas maiores e mais irregulares) originadas da dissociação do SiC.

A matriz desta liga LSCA1 é praticamente toda ferrítica, pois a utilização de 3% de SiC em massa (que apresenta aproximadamente 2% de Si em massa) é suficiente para estabilizar a fase alfa do ferro. Este fato indica que a liga apresenta composição química homogênea.

A liga LSCA 2 que utiliza partículas de SiC de 10μm, porém pó de ferro de diâmetro menor de 45μm apresenta regiões na matriz contendo ilhas de perlita. Este fato está correlacionado à utilização de pós de maior diâmetro o que dificulta a homogeneização química das ligas. Este efeito se intensifica a medida que passamos a utilizar combinações de pós com maior diâmetro do ferro e do SiC.

Para o pó utilizado para compactação com diâmetro médio de 150 μm (LSCA 6) que utiliza SiC com tamanho médio de 25 μm a liga apresenta uma quantidade maior de perlita em relação às outras ligas, indicando uma heterogeneidade química maior neste material. Este material, por apresentar a maior diferença de tamanho entre pó da matriz e SiC, apresenta porosidade mais partículas de grafite segregados, formando estrutura alongadas e contínuas. Esta microestrutura foge do modelo microestrutural projeto no capítulo 3 (figuras 11 e 12), indicando a necessidade de se utilizar pós de tamanho o mais próximo possível. Este material apresenta pouca continuidade da matriz, fato este que deve prejudicar as propriedades mecânicas.

As figuras 33 a 36 apresentam as micrografias das peças com pós granulados que contenham SiC com granulometria de 10 μm e 25 μm .

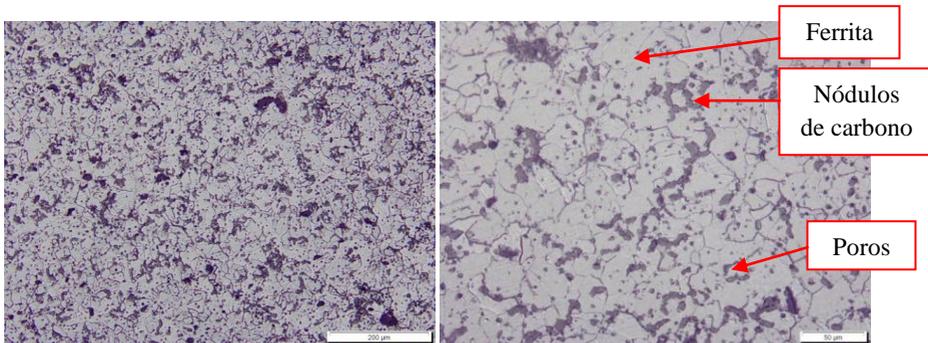


Figura 33: LCSA-7 Fe OM + 3 SiC(<10 μm), pó granulado com 2% EVA.

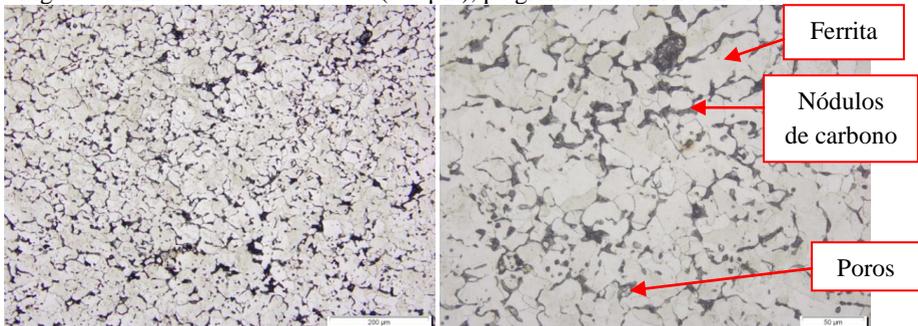


Figura 34: LCSA-8 Fe ASC100.29<45 μm + 3 SiC(<10 μm), pó granulado com 2% EVA.

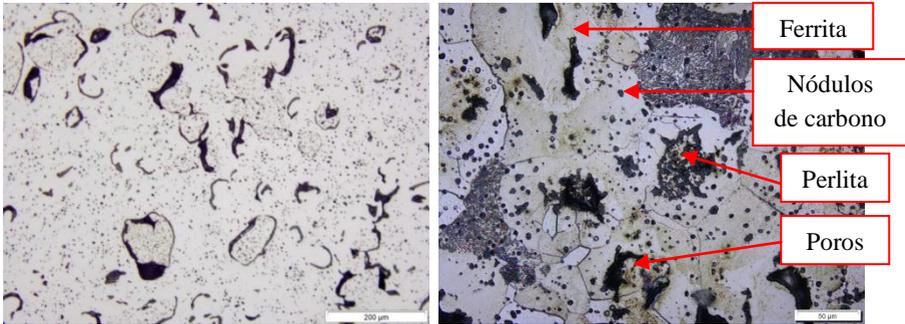


Figura 35: LCSA-9 Fe OM + 3 SiC(<25µm), pó granulado com 2% EVA.

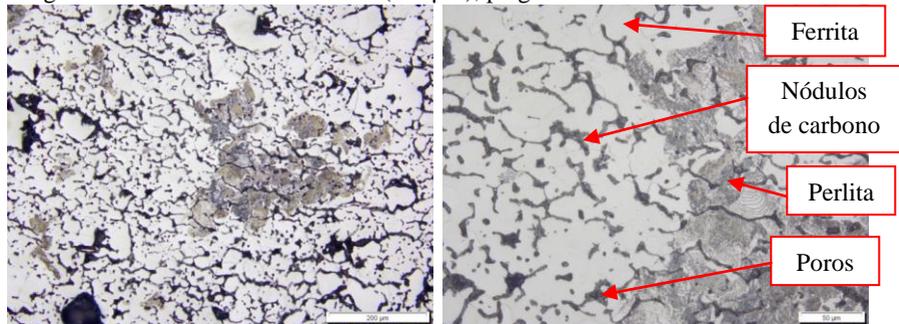


Figura 36: LCSA-10 Fe ASC100.29<45 µm + 3 SiC(<25µm), pó granulado com 2% EVA.

As peças produzidas com pós granulados apresentaram um leve aumento na porosidade (figura 36). Porém, observa-se que este aumento foi de poros pequenos e esféricos, que são menos prejudiciais às propriedades mecânicas quando comparados com poros irregulares. Este aumento da porosidade é devido ao vazio causado pela retirada do polímero utilizado na granulação do pó, que é extraído durante a sinterização.

Também nota-se que não há poros grandes e sua distribuição está homogênea. Novamente, as ligas que utilizam o SiC de 25µm em sua composição, apresentaram poros alongados, da mesma forma das ligas não granuladas. Isto pode ser um fator negativo para as propriedades mecânicas do material.

5.3.2. DENSIDADE

Uma técnica para a avaliação do percentual de vazios dentro do material é a medição de densidade. Com o maior percentual de vazios há um menor valor de densidade, assim, quando comparado com o material sem vazios pode ser levantado o percentual poros.

Uma das informações mais importantes neste trabalho é conhecer o percentual de vazios no interior da matriz. Isto, juntamente com a forma dos poros, afeta diretamente as características mecânicas do material.

Como este trabalho visa alcançar as características mecânicas próximas ao aço produzido via MPI. Desta forma, para avaliar o percentual de poros e nódulos de grafite no interior do material, foi utilizado a densidade do aço estudado, Fe + 0,6C + 3SiC produzida por MPI, de acordo com trabalhos anteriores realizados no LabMat-UFSC [9].

As medições da porosidade foi realizada via analisador de imagens. Porém, com este método devido à grafite possuir uma cor cinza escura e os poros também serem escuros, há dificuldade para fazer a identificação. Assim, foi medido o valor de poros mais nódulos de grafite, que em ambos os casos causam a descontinuidade da matriz metálica.

Assim, a liga de referência possui um percentual de nódulos de grafite somado à quantidade de poros de aproximadamente 8,5%. As porosidades das ligas que utilizaram pós de ferro finos apresentaram menores valores e ficaram mais próximas da densidade da liga injetada. Também, quando utilizado o pó de carboneto de silício mais fino (10 μm) apresentara uma densidade próxima da liga produzida via MPI, uma menor quantidade de poros (figura 37).

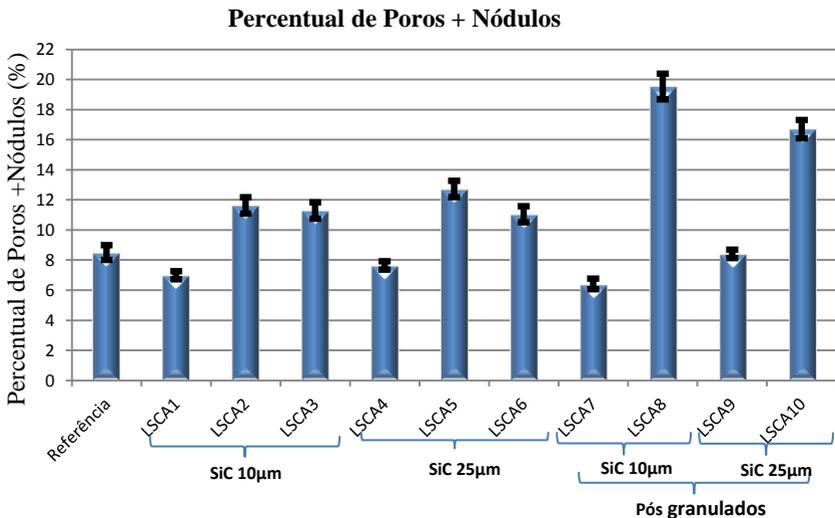


Figura 37: Percentual de poros + nódulos de grafite presente no interior do material.

Este maior percentual de poros é devido ao maior empacotamento dos pós finos durante a compactação. Quando utilizado o processo de granulação há um aumento no percentual de poros, pois após a retirada do material responsável pela granulação restam os vazios onde estava o polímero.

5.3.3. PROPRIEDADES MECÂNICAS

Como já mencionado anteriormente, este trabalho visa a produção de aços por metalurgia do pó via processo de compactação que possuam propriedades similares a de aços produzidos por metalurgia do pó por injeção (MPI).

Desta forma, para as análises das propriedades mecânicas foi utilizado como referência a liga produzida por MPI. Esta liga foi utilizada por possuir os mesmos percentuais de elementos de liga que os utilizados neste trabalho (Fe OM + 3 SiC + 0,6 C) [13].

5.3.3.1. DUREZA

As durezas Vickers das ligas produzidas foram determinadas com carga de 100g e com 10 medidas em cada liga. De acordo com a figura 38, pode ser observado que há um relativo aumento na dureza da liga com a adição de SiC, efeito que era esperado. Isto acontece devido a dissociação do SiC e a dissolução do Si na matriz ferrosa, aumentando assim a sua dureza e propriedades em função do efeito no endurecimento da ferrita pelo Si. A Figura 39 apresenta a influência de alguns elementos de liga e seu teor em solução sólida sobre a dureza da ferrita, pode se observar que o Si é um dos elementos que promovem maior endurecimento da matriz ferrítica por solução sólida substitucional.

Como era esperado, ao adicionar o SiC há um aumento na dureza do material. Também, pode ser observado que utilizando o SiC com tamanho médio de partícula de 10 μm apresenta resultados melhores que os alcançados quando utilizado o SiC de 25 μm . Isto acontece devido ao maior tempo necessário para que a partícula do carboneto se dissolva por completo na matriz, o que não acontece quando utilizado partículas de carboneto mais finas no caso das ligas que contenham partículas de 10 μm . O mesmo efeito é verificado para o tamanho de partícula do pó de ferro, ou seja, quando o tamanho de partícula do pó de ferro é menor, melhores são as propriedades de dureza do material.

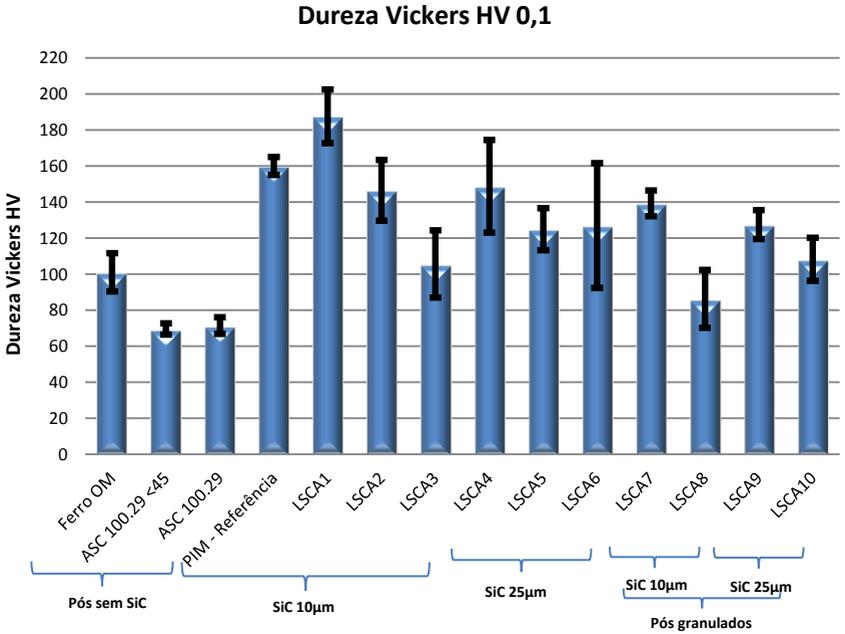


Figura 38: Dureza das peças produzidas, ferro puro, ferro com SiC 10µm, SiC 25 µm e com os pós granulados.

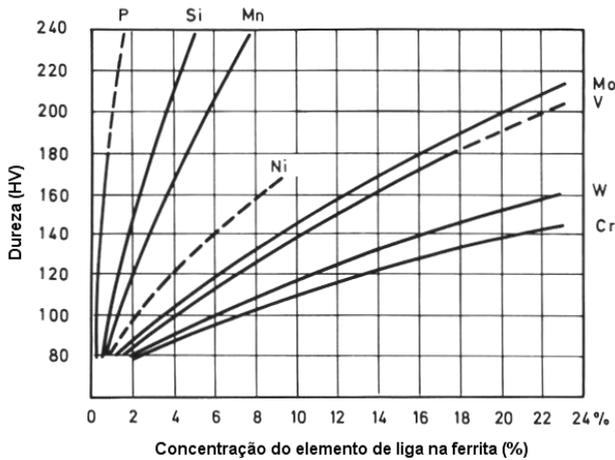


Figura 39: Efeito endurecedor de elementos de liga na ferrita [34].

Os aços produzidos com pó de ferro OM granulado (LSCA7 e 9) não apresentaram grande variação média da dureza em comparação com os pós não granulados (LSCA 1 e 4). Já os pós granulados com ferro ASC $100.29 < 45 \mu\text{m}$ (LSCA8 e 10), apresentaram um maior impacto na diminuição da dureza quando comparado a mesma liga não granulada (LSCA 2 e 5).

Este efeito pode estar relacionado a maior porosidade deste material quando granulado (conforme medido na figura 38), este adicional de poros prejudica ainda mais a homogeneização química da ligas, pois os poros são vazios que atuam como descontinuidade na matriz. Adicionalmente a presença de um percentual maior de poros reduz a dureza do compósito em relação a um compósito que possua uma porosidade menor. Embora se tenha utilizado a técnica de microdureza Vicker, ao utilizar uma carga de 100g gera uma marca de endentação que acaba sendo aplicada em parte nos poros.

Outro ponto que deve ser observado é que ao se utilizar pós de ferro com maior tamanho médio de partícula é alcançada uma menor dureza quando comparado a mesma liga, porém com pós mais finos. Esta limitação no aumento da dureza deve-se a heterogeneidade na liga.

Quando é utilizado pós de maior diâmetro estes, para uma mesma temperatura, necessitam de um tempo maior para que a liga tenha composição química mais homogênea em relação a ligas que foram produzidas com pós mais finos. Outro indicativo que a liga que foi produzida com pós de maior diâmetro ainda não possui composição química homogênea é o valor de desvio padrão da dureza destas ligas que sempre é superior ao das ligas produzidas com pós mais finos. Esta dispersão maior nos valores de dureza indica heterogeneidade química nas ligas.

As ligas compactadas ficaram próximas aos valores da liga de referência. Principalmente os componentes produzidos com ferro OM e com SiC com menor tamanho médio de partícula. Os pós de ferro com granulometria mais grossa quando comparado com ferro OM, ficaram próximos da referência.

Quando utilizado o método de granulação, as ligas LSCA7 e LSCA9 também ficaram próximas à liga injetada. Já as ligas LSCA8 e LSCA10 ficaram mais distantes, com a dureza aproximadamente a metade dos valores da liga de referência injetada.

Assim, a meta de alcançar dureza próxima a dureza da liga injetada foi alcançada.

5.3.3.2. RESISTÊNCIA A TRAÇÃO

Para as análises de ensaio de tração foram utilizados valores da liga de referência produzida por MPI, utilizando Ferro OM como matriz.

Devido ao pó de ferro OM ser um pó fino, tamanho médio de partícula de aproximadamente 5 μm , estas características inviabilizam a produção de peças por compactação. Este pó, devido aos pós menores possuírem maior área livre, aumentando o atrito e causando maior a perda de carga durante a compactação. Peças produzidas por este método e sem a utilização de agentes aglomerantes apresentam trincas e falhas que inviabilizam a sua utilização para ensaios de tração. Assim, as ligas LSCA1 e LSCA4 não foram analisadas por ensaios de tração.

Como pode ser observado na figura 40, os materiais produzidos com pós de ferro mais grossos suportaram uma menor tensão quando comparado com os pós mais finos. Isto pode ser creditado ao maior percentual de vazios no seu interior e a presença de poros alongados, que geram concentradores de tensão. Outro fator que contribui para a menor resistência dos materiais estudados é o elemento de liga com maior tamanho de partícula. Quando utilizado o SiC de 25 μm sua dissolução não é completa. Isto são as possíveis causas para a ruptura e escoamento do material com uma menor tensão aplicada.

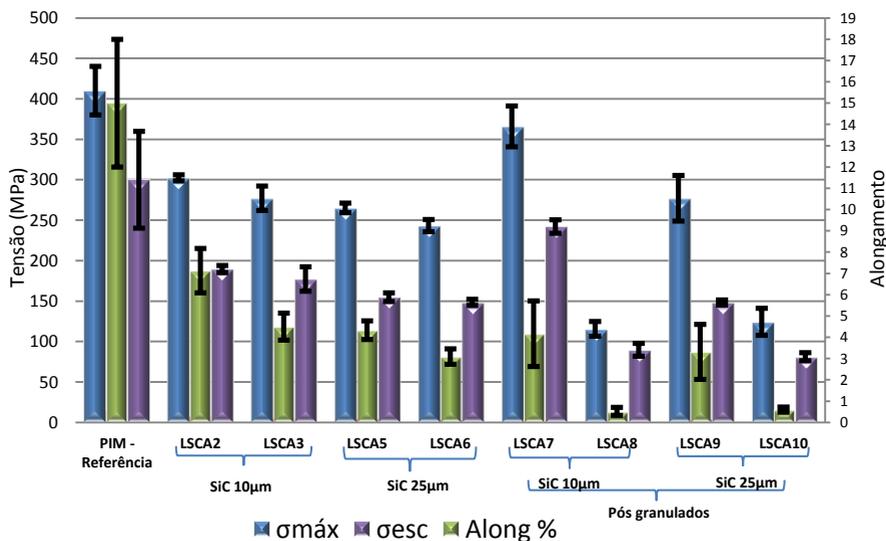


Figura 40: Gráfico com as tensões máximas e de escoamento e o alongamento máximo das ligas que foram possíveis a fabricação de corpos de prova. Como referência foi utilizada a liga produzida por MPI [13] com a mesma quantidade de elementos de liga utilizada neste trabalho.

A primeira causa pode ser o menor percentual de Si dissolvido na matriz ferrosa, diminuindo assim sua resistência. A outra causa pode ser a falta de homogeneidade ao longo do material, havendo desta forma, regiões com menor resistência mecânica.

Como eram esperados, os resultados de tensão máxima (máx) e tensão de escoamento (esc), apresentaram valores um pouco abaixo dos valores da liga de referência. Esta diminuição pode ser creditada a forma dos poros das ligas LSCA, devido ao processo utilizado para a fabricação destas peças resultarem em uma quantidade maior de poros remanescentes e poros mais alongados em comparação com peças produzidas por PIM. Estes vazios agem como concentradores de tensão, diminuindo assim os valores de $\sigma_{\text{máx}}$ e σ_{esc} .

A liga que se destacou foi a LSCA7, que alcançou valores de $\sigma_{\text{máx}}$ e σ_{esc} praticamente similares ao da liga de referência. Esta liga é a que mais se aproxima da liga MPI, pois utiliza os mesmos pós que compõem a liga.

Já o alongamento máximo alcançaram valores próximos da terça parte do alcançado pelo alongamento da liga de referência. Novamente, os poros foram os responsáveis por esta diminuição do alongamento. Inclusive na liga LSCA7, que apresentou valores de tensão elevados, a porosidade remanescente da compactação e os vazios devido à retirada do polímero utilizado pela granulação.

Os aços produzidos apresentaram resultados de alongamento abaixo quando comparado com a liga injetada. Já as tensões máximas e de escoamento alcançaram valores próximos aos encontrados na liga de referência.

5.3.4. TRIBOLOGIA

Para estes ensaios se avaliou a durabilidade da superfície. Foram realizados os incrementos de carga de 7 N a cada 10 minutos. Ao longo do ensaio foram monitoradas as forças normais e tangenciais e, com isto, determinado o coeficiente de atrito. Foi monitorado também o potencial elétrico de contato, indicador da presença de compostos tribo químicos isolantes no contato. Na Figura 41 é apresentada uma curva típica de durabilidade e coeficiente de atrito dos aços estudados neste trabalho. A liga representada é a LSCA 9.

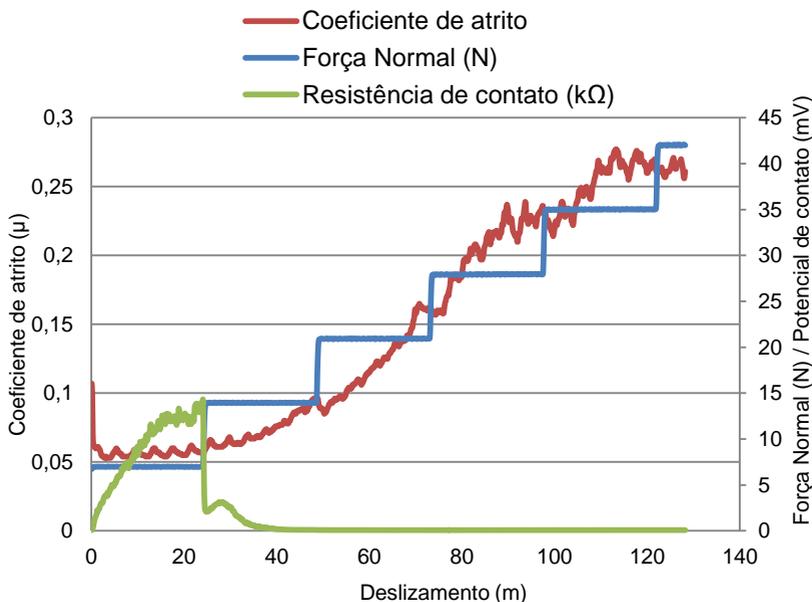


Figura 41: Curva típica de durabilidade e coeficiente de atrito. Liga LSCA9.

Nota-se que no início do ensaio o coeficiente de atrito se manteve baixo, aproximadamente 0,06, até o incremento da primeira carga. Neste momento há um gradual aumento do coeficiente de atrito até ultrapassar o valor de atrito de 0,2, quando a carga alcança o valor de 28 N. A durabilidade do ensaio já é similar ao da referência. Este material possui valores de coeficiente de atrito que indicam que este material sinterizado apresenta característica de ser um lubrificante sólido, no que se diz respeito ao coeficiente de atrito, pois seu valor está abaixo de 0,2.

Analisando a curva de potencial de contato, percebe-se que os valores iniciam bastante baixo, o que identifica que há o contato metal-metal. Na sequência há a formação de uma camada que aumenta a resistência do contato, e ao aumentar a carga esta camada é rompida, voltando a existir o contato metal-metal.

Este comportamento mostra que ao ocorrer o aumento da carga normal não ocorre mais a formação da tribo camada responsável por manter o coeficiente de atrito baixo e este por sua vez inicia uma elevação até ultrapassar o valor de 0,2 em torno de 80 metros e 28 N de carga normal (durabilidade de 2240 Nm). A figura 42 apresenta os

valores de coeficiente de atrito e durabilidade dos materiais desenvolvidos.

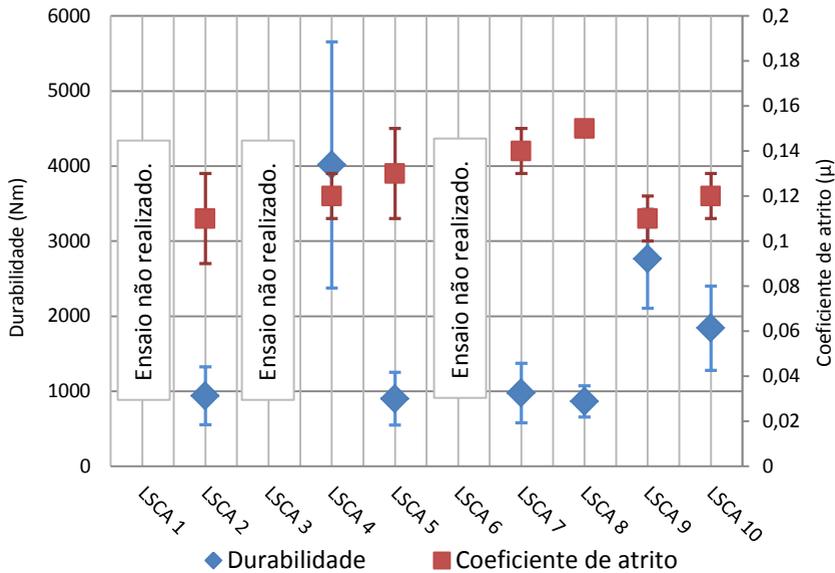


Figura 42: Durabilidade e coeficiente de atrito para as diferentes ligas estudadas.

De acordo com a figura 42, as ligas produzidas apresentaram características autolubrificantes, tendo um coeficiente de atrito abaixo de 0,2. Porém, as ligas apresentaram uma variação na durabilidade, sendo necessário mais estudos para entender os fenômenos associados e otimizações para aumentar estes valores.

Também, nota-se que as ligas que utilizam o pó de SiC com o tamanho de partícula maior apresentaram uma maior durabilidade quando comparado com os aços que foram produzidos a partir do SiC com tamanho médio de partícula de $10\mu\text{m}$, e com o pó de ferro de menor granulometria, Fe OM. Neste segundo caso deve-se ao fato da matriz possuir menor quantidade de poros onde a grafite pode ser perdida, diminuindo assim sua durabilidade.

A Tabela 12 compara o coeficiente de atrito e durabilidade das ligas sinterizadas com o de outros materiais. Todas as medidas foram realizadas utilizando os mesmos parâmetros de análise, verifica-se que os materiais desenvolvidos apresentam coeficiente de atrito e durabilidade próximos a materiais comerciais como DLC e MoS_2 ,

mostrando o potencial destes materiais para uso como lubrificantes sólidos.

Tabela 12 – Coeficiente de atrito de diferentes materiais.

Material	Tipo	Coeficiente de Atrito	Durabilidade (Nm)
LSCA 7	Volumétrico	0,14	1100
LSCA 9	Volumétrico	0,11	2800
Liga referência (Fe+0,6C+3SiC) produzida por MPI	Volumétrico	0,12	2200
Ferro fundido nodular	Volumétrico	0,50	0
DLC	Revestimento	0,15	3500
Filme de MoS2	Revestimento	0,05	650

6. CONCLUSÕES

O presente trabalho foi dividido em duas fases. A primeira foi o estudo para avaliar a melhor forma de granulação para os pós avaliados. A segunda fase foi a avaliação microestrutural, mecânica e tribológica dos aços autolubrificantes produzidos a partir de pós granulados.

Fase 1: Granulação Preliminar:

- A parafina (PW) não apresentou resistência suficiente para manter a integridade grânulos. Estes se desfizeram durante o manuseio;
- O EVA como agente para formar os grânulos apresentou melhores resultados para a produção de pós granulados quando comparado com o PW;
- As propriedades tecnológicas dos pós granulados foram boas, ficando próximo das propriedades dos pós para compactação;
- Os pós apresentaram boa compactabilidade e boa sinterização, não havendo falhas e vazios no interior das peças analisadas. Também houve a total retirada do polímero durante a sinterização.

Fase 2: Produção de amostras com pós granulados :

- Os materiais que foram produzidos a partir de pós de Fe OM apresentaram uma menor quantidade de vazios quando comparados com as ligas produzidas com os outros tipos de pó de ferro, ficando próximos a liga de referência injetada;
- Os componentes produzidos pela nova rota de processamento apresentaram propriedades mecânicas próximas da liga de referência produzida via MPI, principalmente quando utilizado o pó de injeção Fe OM e o SiC de tamanho de partícula menor.

- As ligas produzidas apresentaram um baixo coeficiente de atrito, comprovando desta forma as características autolubrificantes das ligas produzidas.

Desta forma, o objetivo de produzir um aço autolubrificante por compactação de pós granulados, com o objetivo de aliar as características mecânicas dos aços produzidos por injeção e o tempo de processamento da metalurgia do pó por compactação foi alcançado. Como pode ser observado na tabela 13 os resultados alcançados pela liga LSCA7 comparado com a liga de referência produzida por MPI.

Tabela 13: Tabela com as propriedades da liga LSCA7 comparadas com a liga de referência produzida por MPI.

Propriedades	Liga Granulada	Liga Injetada
Dureza Vickers (HV 0,1)	139,3 ± 7,1	163 ± 5
Tensão de escoamento (MPa)	242,08 ± 8,39	300 ± 60
Tensão Máxima (MPa)	365,90 ± 25,26	410 ± 30
Alongamento (%)	4,17 ± 1,54	15 ± 3
Coeficiente de atrito	0,14	0,12
Durabilidade (Nm)	1100/2800	2200

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Para a continuidade deste trabalho se sugere os seguintes itens para pesquisa:

- Estudo mais detalhado sobre a formação dos nódulos de grafite dos materiais produzidos com pós granulados;
- Estudo detalhando a formação de granulos dos pós granulados e a melhor forma de tamanho dos grânulos;
- Estudo para a comparação da sinterização de materiais produzidos com pós granulados em fornos a plasma e em fornos convencionais;
- Aprimorar as técnicas da compactação de pós granulados afim de aproximar as características mecânicas às características dos aços produzidos via MPI, utilizando, por exemplo, o processo de dupla compactação e dupla sinterização;
- Estudos do comportamento tribológico dos materiais produzidos por esta nova rota de processamento de materiais de baixo coeficiente de atrito, possibilitando a melhoria das propriedades tribológicas.
- Aprimorar as propriedades dos materiais autolubrificantes produzidos pela utilização de elementos de ligas na matriz ferrosa como, por exemplo, Mo, Mn, V, Cr.

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. MIYOSHI K. (2001). Solid lubricants: Fundamentals and Applications. Marcel Dekker, Cleveland, Ohio.
2. ZUM GAHAR K.H. (1987). Microstructure and wear of materials. Elsevier, New York.
3. BOZZI, A. C., DE MELLO, J.D.B. (2006). Avaliação tribológica de materiais ferrosos sinterizados oxidados a vapor. Ciência e Tecnologia dos Materiais, Vol.18, n° 1/2.
4. SLINEY, H. (1991) Solid lubricants. NASA Technical Memorandum. 102803.
5. THÜMMLER, F. OBERACKER, R. (1993). An Introduction to Powder Metallurgy. The Institute of Materials, London.
6. CHAWLA, N. et al. (2001). Fatigue Behavior of Binder-Treated P/M Steels, The International Journal of Powder Metallurgy, vol. 37, n. n. 3, p.49.
7. LENEL, F.V., (1961). Powder Metallurgy– Principles and Applications, Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation, 1980 ZAPF, G. The Pressing and Sintering Properties of Iron Powder, Powder Metallurgy, N°7, p. 218-248.
8. AMIN, K.E., (1987). Friction in Metal Powders, The International Journal of Powder Metallurgy, vol. 23, n. 2, p.83
9. AL-QURESHIA, H.A., SOARESB, M.R.F., HOTZAA, D., ALVESA, M.C., KLEIN, A.N. Analyses of the fundamental parameters of cold die compaction of powder metallurgy. journal of materials processing technology 199 (2008) 417–424.
10. KLEIN, A. N., (2005). Material didático da disciplina de metalurgia do pó e materiais sinterizados. Notas de aula.
11. GERMAN, R M, BOSE A, (1997). Injection Molding of Metals and Ceramics. Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ.

12. ALMEIDA, L. H. S. A., BINDER, C., KLEIN, A. N., MUZART, J. L. R. (2002). Processamento via PIM do aço AISI4365 utilizando plasma em ciclo único de remoção térmica de ligante e sinterização.
13. BINDER, C., (2009) Desenvolvimento de novos tipos de aços sinterizados autolubrificantes a seco com elevada resistência mecânica aliada a baixo coeficiente de atrito via moldagens de pós por injeção. Tese de doutorado, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis – SCBrasil, 170p.
14. NANDIYANTO, A. B. D., OKUYAMA, K. Progress in developing spray-drying methods for the production of controlled morphology particles: From the nanometer to submicrometer size ranges. *Advanced Powder Technology*, 2010.
15. KIMA, D-J, JUNG, J-Y. Jung bGranule performance of zirconia/alumina composite powders spray-dried using polyvinyl pyrrolidone binder. *Journal of the European Ceramic Society* 27 (2007) 3177–3182.
16. SHI, X., YANG, H., WANG, S., SHAO, G., DUAN, X., XIONG, Z., WANG, T. Characterization of W–20Cu ultrafine composite powder prepared by spray drying and calcining-continuous reduction technology. *Materials Chemistry and Physics* 104 (2007) 235–239.
17. NISHII, K., HORIO, M. Granulation of a hardmetal powder for spark plasma sintering. *Powder Technology* 130 (2003) 199– 202
18. CAMPBELL, M. E. (1972) Solid lubricants. National Aeronautics and Space Administration.
19. CLAUSS, Francis J. (1972) Solid lubricants and self-lubricating solids. Academic Press, London.
20. DONNET, C e ERDEMIR, A., (2004). Historical developments and new trends in tribological and solid lubricant coatings, *Surface and Coatings Technolgy*, v. 180 –181, p. 76–84.
- 21 BINDER, C.; HAMMES, G.; SCHROEDER, R.; KLEIN, A. N.; DE MELLO, J. D. B.; RISTOW JR., W.; BINDER, R.; Fine tuned steels

point the way to a focused future. Metal Powder Report, vol. 65, Issue 4, pp 29-37, 2010.

22. KLEIN, A., BINDER, C., HAMMES, G., de MELO, J. D. B., RISTOW, W., BINDER, R. (2009). Self Lubrificating Sintered Steels with High Mechanical Resistance Obtained via in Situ Formation of Solid Lubrificant Particles During Sintering. EURO PM2009 p. 191-196.

23. GALIOTTO, A., (2005) Estudo da sinterabilidade de materiais ferrosos contendo elevados teores de sulfetos como aditivos. Dissertação de mestrado, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis – SCBrasil, 63p.

24. PARUCKER, M. A., (2008) Desenvolvimento de materiais compósitos de baixo coeficiente de atrito com partículas de lubrificante sólido dispersas em matriz a base de níquel. Tese de doutorado, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis – SCBrasil, 146p.

25. SCHROEDER, R.M., (2011) Desenvolvimento de componentes multimateriais via moldagem de pós por injeção: aços baixa liga combinados com aços autolubrificantes. Dissertação de mestrado, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis – SCBrasil, 85p.

26. DE MELLO, J. D. B.; KLEIN, A. N.; BINDER, C.; BINDER, R.; Effect of sintering temperature on the tribological behavior of plasma assisted debinded and sintered mim self lubricating steels. Proceedings of the ASME 2010 10th Biennial Conference on Engineering Systems Design and Analysis – ESDA 2010-24245, Istanbul, 2010.

27. DE MELLO, J.D.B., BINDER, C., BINDER, R., KLEIN, A.N., In situ formation of solid lubricant particles: a new way to obtain self lubricating sintered steels. Proceedings of the 2010 STLE Annual Meeting & Exhibition. Nevada, USA, 2010.

28. DE MELLO, J.D.B., BINDER, C., BINDER, R., KLEIN, A.N.. Effect of precursor content and sintering temperature on the scuffing resistance of sintered self lubricating steel. Wear (2010) p. 1862 – 1868.

29. CALLISTER, W.D. (2006). Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução. Editora LTC, Rio de Janeiro, RJ, 2a. edição.

30. MPIF - Standard Test Methods for Metal Powders and Powder Metallurgy Products, 2010 Edition Metal Powder Industries Federation / 01-Jan-2010 / 130 pages.
31. ASTM E384-11e1- Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials. ASTM International / 01-Aug-2011 / 43 pages.
32. FRIDRICI, V., FOUVRY, S., KAPSA, P., PERRUCHAU, P. Impact of contact size and geometry on the lifetime of a solid lubricant. *Wear* (2003) ;255:875–82.
33. TUNG, S.C., BROGAN, K., WANG, Y. Tribological evaluation of oil pump relief valve coatings compatible with an aluminium oil pump body. *Wear* 2001;250:690–705.
34. DE MELLO, J. D. B., BINDER, R. A methodology to determine surface durability in multifunctional coatings applied to soft substrates. *Tribology International* 39 (2006) 769–773.