



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CENTRO TECNOLÓGICO
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

Antonio Itamar Ramos Filho

**Escalamento de Produção de Biela de Compósito Autolubrificante
Produzido por Metalurgia do Pó em Planta Piloto**

Florianópolis

2022

Antonio Itamar Ramos Filho

**Escalamento de Produção de Biela de Compósito Autolubrificante
Produzido por Metalurgia do Pó em Planta Piloto**

Tese submetida ao Programa de Pós-Graduação em
Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal
de Santa Catarina para a obtenção do título de Doutor em
Ciência e Engenharia de Materiais.
Orientador: Prof. Dr. Aloisio Nelmo Klein
Coorientadora: Dra. Gisele Hammes

Florianópolis

2022

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

Ramos Filho, Antonio Itamar

Escalamento de produção de biela de compósito
autolubrificante produzido por metalurgia do pó em planta
piloto / Antonio Itamar Ramos Filho ; orientador, Aloisio
Nelmo Klein, coorientadora, Gisele Hammes, 2022.

97 p.

Tese (doutorado) - Universidade Federal de Santa
Catarina, Centro Tecnológico, Programa de Pós-Graduação em
Ciência e Engenharia de Materiais, Florianópolis, 2022.

Inclui referências.

1. Ciência e Engenharia de Materiais. 2. Metalurgia do
pó. 3. Compósito autolubrificante. 4. Planta piloto. 5.
Controle de processo. I. Klein, Aloisio Nelmo. II. Hammes,
Gisele. III. Universidade Federal de Santa Catarina.
Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de
Materiais. IV. Título.

Antonio Itamar Ramos Filho

**Escalonamento de Produção de Biela de Compósito Autolubrificante
Produzido por Metalurgia do Pó em Planta Piloto**

O presente trabalho em nível de doutorado foi avaliado e aprovado por banca examinadora composta pelos seguintes membros:

Prof. Dr. Lírio Schaeffer
UFRGS

Prof. Dr. Bruno Alexandre Pacheco de Castro Henriques
UFSC

Prof. Dr. Guilherme de Oliveira Neves
UBB - Chile

Certificamos que esta é a **versão original e final** do trabalho de conclusão que foi julgado adequado para obtenção do título de doutor em Ciência e Engenharia de Materiais.

Prof. João Batista Rodrigues Neto, Dr.
Coordenador do Programa

Prof. Aloisio Nelmo Klein, Dr.
Orientador

Dra. Gisele Hammes
Coorientador

Florianópolis, 2022.

A minha família por todo amor e confiança.

AGRADECIMENTOS

Ao Professor Aloisio Nelmo Klein, orientador e coordenar do LabMat, pela confiança e orientação durante toda minha formação e pelo exemplo de profissional, sempre indicando o melhor caminho.

A Dra. Gisele Hammes, pelo apoio e coorientação durante o desenvolvimento do trabalho.

Ao Professor João Batista Rodrigues Neto e ao Rogério Campos, representantes do PGMAT, pelo auxílio nos assuntos envolvendo a pós-graduação.

Ao professor Cristiano Binder, pelos conselhos pessoais e profissionais desde o início da minha formação.

Em especial, aos meus alunos e ex-alunos, Gustavo Lau, Mateus Cornelsen, Matheus Hromatha, Henrique Bolognof, Sara Santos, Augusto Vidal, Millene Pauli e Artur Basso por toda a ajuda durante as atividades e pela oportunidade de aprendizado, vocês tornaram possível a execução deste trabalho.

A todos os demais amigos do LabMat, em especial, Fred, Leandro, Diego, Mônimo, Bernardo, Guilherme, Tainan, Mauricio, Sewin pela amizade e apoio no trabalho desenvolvido.

A empresa Embraco, a CNPq e o BNDES, pelo financiamento da infraestrutura utilizada em todo o trabalho.

Aos meus pais, Itamar e Maria Inês, a minha irmã, Adriana e a minha namorada, Fernanda, por todo carinho, dedicação, paciência e amor. Por sempre acreditarem em mim, mesmo quando eu duvidava.

“Se você vai ter que conviver com você mesmo até o fim, se você vai ter que se aguentar até o fim, se você vai ser espectador de você mesmo até o fim, é melhor que se encante com o que faz.”

Clóvis de Barros Filho

RESUMO

O aumento de eficiência dos sistemas mecânicos é de fundamental importância para diminuir o consumo energético e as emissões de gases que contribuam para o aquecimento global. Desta maneira, a otimização de sistemas tribológicos é uma das principais formas de otimizar os sistemas mecânicos. A utilização de lubrificação fluida, mais comum estratégia para diminuir o atrito e o desgaste em superfícies em contato e movimento relativo, pode não ser eficaz em algumas situações. Nestes casos, a lubrificação sólida é uma alternativa, sendo os compósitos com o lubrificante sólido disperso no volume, umas das soluções utilizadas na indústria. A metalurgia do pó é a principal técnica de fabricação que permite ajustar as características microestruturais para se obter um material que alie boas propriedades mecânicas com desempenho tribológico. O Laboratório de Materiais do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Santa Catarina desenvolveu nos últimos 20 anos compósitos autolubrificantes com propriedades mecânicas e tribológicas bastante competitivas em aplicações industriais. No entanto, produzir componentes com o material desenvolvido é um desafio que exige a disponibilidade de uma planta de metalurgia do pó. Neste contexto, o objetivo deste trabalho é a produção de um componente que utiliza material compósito autolubrificante em equipamentos industriais de fabricação via metalurgia do pó instalados no laboratório. Foram utilizadas ferramentas de controle estatístico de processo, como capacidade, gráfico de controle, correlação e análise de variância para identificar os parâmetros de processamento, principalmente compactação, capazes de atingir a menor variabilidade possível. O primeiro lote produzido no ferramental de compactação apresentou uma elevada variabilidade nas alturas das peças e uma diferença do valor de projeto do diâmetro interno dos olhais. Com o desenvolvimento do trabalho foram identificados parâmetros que são capazes de produzir componentes com um índice de capacidade acima dos padrões industriais. Os resultados apresentados neste trabalho comprovam a viabilidade de produzir um componente em equipamentos industriais com o compósito autolubrificante desenvolvido no LabMat. Por fim o componente produzido em escala piloto foi testado em produto, apresentando um desempenho dentro do especificado, mostrando-se um material promissor para substituição de tratamentos termoquímicos normalmente utilizados para esse componente.

Palavras-chave: Metalurgia do pó, compósito autolubrificante, planta piloto, controle de processo.

ABSTRACT

Increasing the efficiency of mechanical systems is of fundamental importance to reduce energy consumption and gas emissions that contribute to global warming. In this way, the optimization of tribological systems is one of the main ways to optimize mechanical systems. The use of fluid lubrication, the most common strategy to decrease friction and wear on surfaces in contact and relative motion, may not be effective in some situations. In these cases, solid lubrication is an alternative and composites with the solid lubricant dispersed in the volume are one of the solutions used in the industry. Powder metallurgy is the main manufacturing technique that allows adjusting the microstructural characteristics to obtain a material that combines good mechanical properties with tribological performance. Materials Laboratory of the Mechanical Engineering Department of the Federal University of Santa Catarina has developed in the last 20 years self-lubricating composites with very competitive mechanical and tribological properties in industrial applications. However, producing components with the developed material is a challenge that requires the availability of a powder metallurgy plant. In this context, the objective of this work is the production of a component that uses self-lubricating composite material in industrial equipment via powder metallurgy installed in the laboratory. Statistical process control tools, such as capability, control chart, correlation and analysis of variance were used to identify processing parameters, mainly compaction, capable of achieving the lowest possible variability. The first batch produced in the compaction tooling showed a high variability in the heights of the parts and a difference in the design value of the inner diameter of the eyebolts. The development of the work shown that some parameters used were identified that are capable of producing components with a capability index above industrial standard. The results presented in this work prove the feasibility of producing a component in industrial equipment with the self-lubricating composite developed in LabMat. Finally, the component produced on a pilot scale was tested in product, presenting a performance within the specified, showing a promising material to replace the thermochemical treatments normally used for this component.

Keywords: Powder Metallurgy, self-lubricating composite, pilot plant, process control.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Aparato para medição de densidade aparente e escoabilidade.	24
Figura 2 - Sistema de compactação com matriz flutuante e <i>withdrawal</i> nas etapas de compactação.	27
Figura 3 - Fluxograma de escalonamento de uma biela de compósito autolubrificante via metalurgia do pó.	35
Figura 4 - Biela de compressor hermético da qual foi feito o lote piloto em compósito autolubrificante.	37
Figura 5 - Prensa mecânica da marca Cincinnati utilizada nesse trabalho e o <i>die set</i> de compactação.	38
Figura 6 - Ciclo térmico de sinterização realizado no forno industrial para sinterização da bielas.	40
Figura 7 – Forno industrial utilizada no trabalho e a numeração das posições dos suportes de molibdênio na câmara de aquecimento do forno industrial.	42
Figura 8 - Dispositivo utilizado para os ensaios tribológicos.	46
Figura 9 - Curva de compactabilidade compósito autolubrificante.	47
Figura 10 - Esquema da montagem do ferramental de compactação no <i>die set</i> da prensa Cincinnati.	51
Figura 11 - Altura do olhal maior das peças compactadas no primeiro teste da matriz.	53
Figura 12 - Massa das bielas compactadas no Lote 1.	54
Figura 13 - Posição do tubo de entrada de pós da sapata de alimentação. A - Tubo posicionado para distribuição homogênea na sapata. B - Tubo posicionado para concentrar uma maior quantidade de pó no olhal menor.	55
Figura 14 - Diâmetro interno dos olhais e distância entre centros do primeiro lote compactado e sinterizado em forno laboratorial. Linha azul – diâmetro médio do macho.	56
Figura 15 - Microestrutura do compósito autolubrificante utilizado no trabalho, analisadas em microscopia ótica e eletrônica de varredura e a composição química.	58
Figura 16 - Imagens A e C - microestrutura e superfície das bielas produzidas neste trabalho. Imagens B e D - microestrutura e superfície no MEV de amostras processadas com o mesmo compósito autolubrificante, em escala laboratorial.	59
Figura 17 - Alturas das peças do Lote 2 nas diferentes condições de compactação.	62
Figura 18 - Teste Anova de diferença entre os desvios padrão das configurações da prensa. .	63
Figura 19 - Densidade a verde das partes das bielas produzidas no Lote 2.	64
Figura 20 - Temperatura do forno e fluxo de gás durante o ciclo de sinterização.	64
Figura 21 - Diâmetro interno dos olhais e a distância entre centros das bielas sinterizadas no Lote 2.	66
Figura 22 - Microestrutura das biela produzidas no Lote 2.	67
Figura 23 - Análise em MEV das bielas produzidas no Lote 2, condição V 15. A - Superfície interna do olhal maior após sinterização. B - Superfície interna do olhal maior após calibração. C - Microestrutura e composição química das partículas de Fe ₄₅ Si oxidadas.	68
Figura 24 - Diâmetro interno dos olhais e a distância entre centros das bielas calibradas no Lote 2.	70

Figura 25 - Alturas das peças do Lote 3 nas diferentes condições de compactação.	73
Figura 26 - Intervalo de confiança de 95% dos desvios padrão das massas nas diferentes condições produzidas no Lote 3.	74
Figura 27 – Densidade a verde das partes que compõem a biela para o Lote 3.	75
Figura 28 - Temperatura e fluxo de gás durante a sinterização das bielas produzidas no Lote 3.	76
Figura 29 - Dimensional das bielas do Lote 3 após a sinterização em forno industrial.	77
Figura 30 - Microestrutura das bielas do Lote 3 sinterizadas em forno industrial.	78
Figura 31 - Análise em microscópio eletrônico de varredura da superfície interna dos olhais: A e C - olhal maior sinterizada, B e D – Olhal menor calibrada.	79
Figura 32 - Dimensional das bielas do Lote 3 após a calibração.	81
Figura 33 - Dimensional das bielas produzida para teste em compressor.	83
Figura 34 - Retilneidade da superfície interna dos olhais das bielas produzida para montagem em compressor.	84
Figura 35 - Coeficiente de atrito em função da distância de deslizamento e a carga normal aplicada no ensaio de durabilidade.	85
Figura 36 - Circularidade dos olhais após teste de vida no compressor.	86
Figura 37 - Imagens em microscopia eletrônica de varredura e análises de EDS das superfícies do eixo e do olhal maior.	87
Figura 38 - Imagens em microscopia eletrônica de varredura das superfícies do pino e do olhal menor.	88
Figura 39 - Análise de custo da biela nitretada e com o composto autolubrificante.	90

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Liga utilizada no trabalho.	36
Tabela 2 - Cálculo do fator de correção da liga autolubrificante.	48
Tabela 3 - Principais cotas da biela e a diferença usada no ferramental.	49
Tabela 4 - Fator de correção do ferramental calculado a partir do comportamento dimensional da biela.....	56
Tabela 5 - Parâmetros utilizados na prensa para produção do Lote 2.	61
Tabela 6 - Tabela de parâmetros de compactação do Lote 3.....	72
Tabela 7 - Comparação das propriedades tribológica medidas nas bielas produzidas neste lote e as referências.....	85

LISTA DE ABREVIATURAS E SIMBOLOS

BNDES	Banco Nacional de Desenvolvimento
EDS	<i>Energy Dispersive Spectroscopy</i>
EMBRACO	Empresa Brasileira de Compressores
HB	<i>Hardness Brinell</i>
HRC	<i>Hardness Rockwell</i>
IEA	<i>International Energy Agency</i>
LABMAT	Laboratório de Materiais
LP ³	Laboratório de Prototipagem e Produção de Lotes Pilotos
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
MMC	Máquina Medidora de Coordenadas
MPIF	<i>Metal Powder Industries Federation</i>
SAE	<i>Society of Automotive Engineers</i>
UFSC	Universidade Federal de Santa Catarina

LISTA DE SÍMBOLOS

°C	[-]	Graus Celsius
C	[-]	Carbono
C _p	[-]	Capacidade de processo
C _{pi}	[-]	Índice de capacidade de processo inferior
C _{pk}	[-]	Índice de capacidade de processo
C _{ps}	[-]	Índice de capacidade de processo superior
CO ₂	[-]	Gás carbônico
Fe	[-]	Ferro
Fe45Si	[-]	Ferro ligado com 45% de Silício
Fz	[N]	Força normal
g	[-]	Gramas
h-BN	[-]	Nitreto de boro hexagonal
Hz	[-]	Hertz
kg	[-]	Kilograma
min	[-]	Minutos
mm	[-]	Milímetro
μm	[-]	Micrometro
Mo	[-]	Molibdênio
MPa	[-]	Megapascal
N	[-]	Newton
Ni	[-]	Níquel
Ra	[μm]	Desvio aritmético médio da rugosidade no comprimento de avaliação
rpm	[-]	Rotações por minuto
Si	[-]	Silício
SiC	[-]	Carboneto de silício

SUMÁRIO

1. Introdução	17
2. Objetivo	21
2.1. Objetivos específicos	21
3. Revisão Bibliográfica	22
3.1. Metalurgia do Pó.....	22
3.1.1. Seleção e Mistura de pós	22
3.1.2. Compactação axial em matriz rígida	25
3.1.3. Sinterização	27
3.1.4. Operações posteriores e controle dimensional	29
3.2. Compósitos Autolubrificantes	30
3.3. Análise estatística e capacidade de processo	32
4. Desenvolvimento experimental.....	35
4.1. Seleção e mistura dos pós	36
4.2. Compactação.....	37
4.3. Sinterização.....	40
4.4. Calibração	42
4.5. Técnicas de caracterização.....	43
4.5.1. Propriedades tecnológicas do pó	43
4.5.2. Massa e densidade	43
4.5.3. Medidas geométricas	43
4.5.4. Análise metalográfica.....	44
4.5.5. Microscopia eletrônica de varredura	44
4.5.6. Dureza Brinell.....	44
4.5.7. Análise tribológica.....	45

4.5.8.	Análise de topografia.....	46
5.	Resultados.....	47
5.1.	Propriedades tecnológicas.....	47
5.2.	Estudo da variação dimensional do compósito autolubrificante.....	48
5.3.	Projeto e montagem do ferramental de compactação na prensa.....	49
5.4.	Processamento do Lote 1 de bielas.....	53
5.4.1.	Compactação e sinterização.....	53
5.4.2.	Caracterizações Lote 1.....	57
5.4.3.	Conclusões parciais do Lote 1.....	59
5.5.	Processamento do Lote 2 de bielas.....	60
5.5.1.	Compactação Lote 2.....	61
5.5.2.	Sinterização do Lote 2.....	64
5.5.3.	Calibração do Lote 2.....	69
5.5.4.	Conclusões parciais do Lote 2.....	71
5.6.	Processamento do Lote 3 de bielas.....	71
5.6.1.	Compactação do Lote 3.....	72
5.6.2.	Sinterização do Lote 3.....	75
5.6.3.	Calibração do Lote 3.....	80
5.6.4.	Conclusões parciais do Lote 3.....	82
5.7.	Produção de lote para teste em compressor.....	82
5.8.	Análise de custo.....	89
6.	Conclusão.....	91
7.	Sugestões para trabalhos futuros.....	93
8.	Referências.....	94

1. INTRODUÇÃO

O desenvolvimento de novos materiais visando o aumento de eficiência dos produtos e processos de fabricação é de fundamental importância, dada a preocupação mundial com o consumo de energia e as emissões de gás carbônico. Segundo a *International Energy Agency* (IEA), uma das principais tecnologias para reduzir a emissão de CO₂ e limitar o aquecimento global em 2°C é o aumento de eficiência no processamento de componentes e na sua utilização final, podendo ser responsável por uma diminuição de 38% das emissões (INTERNATIONAL ENERGY AGENCY, 2014).

Neste contexto, o atrito e o desgaste são os maiores consumidores de energia, sendo, aproximadamente, 23% do consumo mundial gasto em contatos tribológicos e 3% da produção industrial é utilizada para repor peças desgastadas. Para diminuir esses problemas, os recentes desenvolvimentos científicos e tecnológicos abriram novas possibilidades de redução do atrito e do desgaste mesmo em condições extremas de funcionamento (HOLMBERG; ERDEMIR, 2017).

A solução mais comum encontrada para manter atrito e desgaste em níveis aceitáveis é separando as superfícies com um filme de óleo, evitando o contato direto entre as superfícies em contato e movimento relativo. Porém a utilização de lubrificação hidrodinâmica possui limitações de trabalho como a impossibilidade de aplicação em temperaturas muito extremas, baixas pressões ou sob velocidades e carregamentos elevados (CHRISTOPHE; ERDEMIR, 2004; SLINEY, 1982; TODD, 1982). Além disto, em sistemas mecânicos, como motores automotivos, a lubrificação hidrodinâmica é falha e, na verdade, prevalecem a lubrificação elasto-hidrodinâmica, mista e limite (TUNG; MCMILLAN, 2004), onde existe o contato parcial entre as superfícies. Os óleos geram também um grave problema ambiental para descarte e reciclagem, e portanto são considerados como um elemento desfavorável ao cumprimento de algumas novas leis de desenvolvimento sustentável (NOWAK; KUCHARSKA; KAMIŃSKI, 2019).

Para substituição total da lubrificação hidrodinâmica aposta-se fortemente na lubrificação a seco, também chamada de lubrificação sólida. Além disto, há estudos comprovando o efeito sinérgico benéfico quanto ao uso combinado de lubrificante líquido com sólido (DONNET; ERDEMIR, 2004). O princípio fundamental de funcionamento da lubrificação sólida é o mesmo aplicado na hidrodinâmica, ou seja, formar uma camada entre as

superfícies em movimento relativo através dos lubrificantes adicionados, porém neste caso no estado sólido.

Lubrificantes sólidos têm sido utilizados há décadas e diversos estudos são facilmente encontrados na literatura (ALI; CHRISTOPHE, 2006; CASSTEVENS; RYLANDER; ELIEZER, 1978; LI; XIONG, 2009; ZHANG et al., 1997). No entanto, são raras as tentativas que permitem conciliar elevada resistência mecânica e baixo coeficiente de atrito.

O desenvolvimento de componentes que aliem elevada resistência mecânica e baixo coeficiente de atrito passa pelo desenvolvimento de novas soluções de superfície, de lubrificação e de materiais. Nesse contexto, o estudo do processamento de materiais compósitos autolubrificantes funcionais específicos para uma determinada aplicação de engenharia vêm ganhando crescente importância.

A metalurgia do pó (MP) é certamente uma das técnicas de processamento mais conhecidas quando o objetivo é projetar uma microestrutura para atingir determinada propriedade. O Laboratório de Materiais (LabMat) do Departamento de Engenharia Mecânica da UFSC realiza pesquisas na área de MP desde a década de 80 (KLEIN, 2016). No caso de materiais autolubrificantes, a partir do final da década de 90, iniciou-se o desenvolvimento de compósitos de matriz ferrosa e não ferrosa contendo lubrificantes sólidos com elevada resistência mecânica e ao desgaste e baixo coeficiente de atrito.

Dentro da linha de pesquisa de materiais compósitos autolubrificantes com lubrificante sólido incorporado à matriz metálica, duas rotas de conformação foram usadas: a moldagem de pós por injeção de pós metálicos (MPI), com a mistura de pós e a formação *in situ* de estoques de lubrificantes a partir da dissociação do carboneto de silício; e a compactação e sinterização de pós com lubrificante sólido adicionado à matriz no processo de mistura, onde foram publicados diversos trabalhos estudando o desenvolvimento desse material (BINDER et al., 2016; HAMMES et al., 2014a). Neste trabalho o foco foi nos compósitos produzidos via compactação de pós.

O histórico de desenvolvimento das ligas autolubrificantes no LabMat contribuiu para elevar a maturidade tecnológica desse compósito, onde foi possível obter um grande portfólio de soluções autolubrificantes com diferentes propriedades que melhor se encaixam em cada aplicação específica, além de se conseguir uma elevada repetibilidade dos resultados em corpos de prova testados em condições semelhantes às condições de aplicações reais em sistemas mecânicos. Com isso, atingiu-se o TRL 4 – Technology Readiness Level ou nível de maturidade tecnológica (INTERNATIONAL STANDARD, 2013), conceito que foi desenvolvido pela

NASA usando uma sistemática métrica para avaliar o estágio atual da tecnologia e comparar com outras.

Elevar o TRL no desenvolvimento de materiais, na área de metalurgia do pó é um desafio complexo, pois envolve a disponibilidade de equipamentos industriais, tempo para testes, profundo conhecimento do processo e recursos para adquirir matéria-prima e ferramental para compactação. Por essa razão, realizar esse processo no mesmo ambiente onde foi desenvolvido o material pode trazer vários benefícios como agilidade para realização de testes e interações das condições de processamento, conhecimento do comportamento do material e seus requisitos e a entrega de uma tecnologia mais robusta para o processamento em larga escala.

Neste contexto, o LabMat, em parceria com o BNDES e a empresa de compressores herméticos, Embraco, iniciou um projeto de pesquisa em 2014 com o título Desenvolvimento de Novos Materiais Metálicos para Viabilizar o Aumento de Eficiência e Sustentabilidade nos Compressores. Um dos principais objetivos desse projeto de pesquisa foi o planejamento e implementação do Laboratório de Prototipagem e Produção de Lotes Pilotos (LP³), justamente para desenvolver o escalonamento de novos materiais produzidos via metalurgia do pó. Os principais equipamentos adquiridos com o objetivo de elevar a TRL das tecnologias desenvolvidas no laboratório, com base na MP, foram: misturador tipo Y com capacidade de misturar até 45 kg, prensa mecânica industrial capaz de produzir até 30 peças por minuto e forno de sinterização com capacidade de 500 kg.

Dentre as etapas do processo de metalurgia do pó convencional, a compactação é onde o componente adquire forma e é a principal etapa de densificação. Em uma indústria de metalurgia do pó o principal desafio é o controle dimensional das peças, todas as especificações do cliente devem estar dentro das tolerâncias admitidas, portanto um controle e conhecimento do processo de compactação é fundamental para manter os níveis de refugo mínimos. Quando a matéria prima de compactação é uma liga nova, os desafios para ajustar o processo e mantê-lo estável são ainda maiores.

Neste trabalho, o foco do estudo está na produção de uma biela em compósito autolubrificante dentro das características especificadas em desenho. Foi utilizada a infraestrutura da planta piloto no LabMat para identificar as principais condições de processamento, principalmente compactação, que influenciam no controle dimensional, formação da microestrutura planejada, densidade e propriedades tribológicas dos componentes. De maneira complementar, os componentes produzidos no laboratório foram testados em

compressores e uma análise de custo foi realizada para identificar o potencial de mercado desta tecnologia.

2. OBJETIVO

O objetivo global desse trabalho é produzir uma biela com compósito autolubrificante que atenda todos os requisitos de projeto para teste da solução em produto, utilizando os equipamentos industriais de metalurgia do pó disponíveis em planta piloto no Laboratório de Materiais, e identificar os parâmetros de processamento, principalmente compactação, que permitem obter componentes dentro do especificado e com menor variabilidade possível.

2.1. Objetivos específicos

- Projetar e configurar um ferramental de compactação em prensa industrial capaz de obter bielas compactadas dentro das dimensões especificadas no desenho e sem defeitos macroscópicos;
- Identificar a influência das condições de compactação nas características, dimensionais, de microestrutura e na capacidade de processo do material autolubrificante;
- Identificar a condição que gera menor variabilidade dimensional nas peças após calibração;
- Avaliar as características dimensionais, de microestrutura, dureza e propriedades tribológicas dos componentes processados na planta piloto;
- Realizar teste de vida em compressores com o componente processado na planta piloto com os parâmetros que geram menor variabilidade;
- Realizar uma comparação de custo em relação a bielas de ferro com 0,5 % de carbono nitretadas, solução comercial utilizada atualmente.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. Metalurgia do Pó

A tecnologia de dar forma a peças partindo de matérias primas à base de pós metálicos iniciou nas antigas civilizações como egípcios e incas. A metalurgia do pó moderna iniciou nos anos 1920 com a produção de metal duro, carboneto de tungstênio e a produção em massa de buchas de bronze. Durante a segunda guerra mundial houve um grande crescimento com a entrada de ligas ferrosas, não ferrosas e diversos compósitos (UPADHYAYA, 2002).

O mercado de metalurgia do pó foi de U\$ 6 bilhões de dólares em 2017 e é esperado alcançar mais de U\$ 11 bilhões em 2026. Mundialmente, o setor automotivo forma a maior parte das aplicações de peças fabricadas por MP, sendo responsável pelo rápido crescimento na demanda por essa tecnologia. Uma das principais características do processo é o baixo consumo de energia e alta eficiência na utilização das matérias primas, por exemplo, componentes produzidos via MP utilizam até 95% da matéria prima, em comparação com o processo de usinagem que utiliza apenas 50% em média (TRANSPARENCY MARKET RESEARCH, 2015).

Além dessa vantagem, pode-se ainda mencionar o processamento *near-net-shape*, apontando que o número de etapas para se obter uma peça com as dimensões e propriedades finais via MP é pequeno se comparado a outros processos de fabricação. Este tipo de processamento possibilita ainda a produção dos chamados *taylor made materials*, que por meio da customização da microestrutura do material – através do controle sobre a composição, tamanho e quantidade de cada fase – torna possível a obtenção de materiais com propriedades bem específicas como metal duro, pseudo ligas de WCu e WAg, materiais porosos, entre outros (GERMAN, 1984).

As principais etapas do processo de fabricação via metalurgia do pó são: seleção e mistura de pós, conformação na geometria próxima a final, sinterização e operações secundárias. A etapa de dar forma à peça pode ser realizada utilizando diversos métodos, sendo o mais comum e foco principal desse trabalho o processo de compactação axial a frio, o qual é discutido em detalhes na continuidade dessa revisão da literatura.

3.1.1. Seleção e Mistura de pós

A seleção dos pós é baseada na composição, distribuição de tamanho e forma das partículas, bem como, das propriedades finais desejadas para o componente. O processo de fabricação do pó é fundamental para a obtenção das propriedades dos componentes acabados

ou pré-formas sinterizadas. Os processos de fabricação de pós podem ser divididos em três grupos de métodos distintos: físico, químico e mecânico. A técnica mais utilizado na metalurgia do pó ferrosa é a atomização, onde um fluxo de metal no estado líquido é quebrado por um spray de vapor de água ou gás, em gotas que solidificam na forma de pó (GERMAN, 1989). A atomização é uma técnica versátil que permite não só obter pós elementares, mas também pós de ligas metálicas, onde cada partícula possui a composição final da liga. Em função da elevada taxa de esfriamento das gotas do metal, é possível a obtenção de partículas policristalinas com tamanho de grão muito fino. Permite também obter pós de ligas com precipitados sub-micrométricos e nanométricos, que leva a possibilidade componentes de elevado desempenho mecânico em função da sua microestrutura refinada.

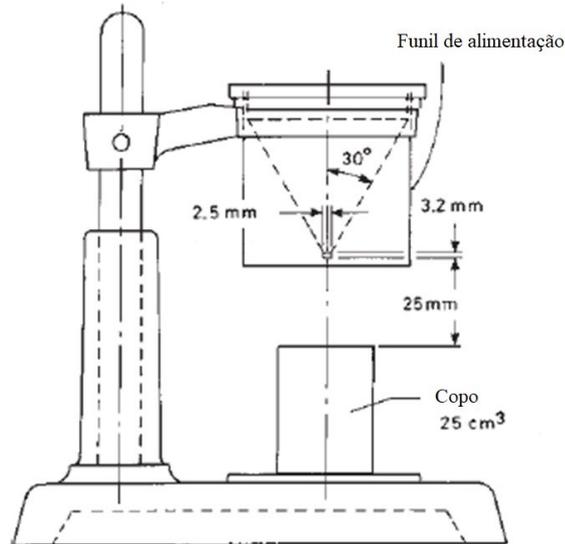
Na etapa de mistura de pós adiciona-se os elementos de liga que farão parte da composição final da material, lubrificantes que possuem a função de reduzir o atrito entre as partículas de pó, bem como, destas com o ferramental de compactação e, eventualmente também ligantes orgânicos para melhorar a resistência a verde dos componentes após sua compactação ou moldagem. Na metalurgia do pó a etapa de mistura sempre faz parte da rota de processamento, mesmo em pós de composição única onde é necessário misturar um lubrificante ou ligante para viabilizar a etapa posterior de conformação. Os pós utilizados para compactação em matriz rígida precisam ser misturados com um lubrificante para diminuir o atrito entre o pó e a matriz, os punções e os machos, permitindo uma diminuição da força de extração. Sem isso, a pressão necessária para retirar a peça da cavidade da matriz aumenta bastante, podendo ocorrer o travamento da peça e um severo desgaste no ferramental de compactação. Os lubrificantes mais comuns são ácido esteárico, estearatos de zinco ou lítio e graxas sintéticas (THÜMMLER; OBERACKER, 1993).

As misturas são realizadas utilizando diversos tipos de misturadores, sendo que os mais utilizados são os rotativos nos formatos de duplo cone, V ou Y. Uma das principais características desses misturadores é promover um fluxo de material de maneira a ocorrer uma mistura homogênea, evitando ocorrer queda livre dos pós dentro do cilindro, pois isso contribui para a segregação do pó.

Após a mistura do lubrificante de compactação, elementos de liga e aditivos, as características tecnológicas da mistura são divergem daquelas determinadas como o pó base inicial e por isso devem ser determinadas novamente. As propriedades desta mistura, em especial as propriedades tecnológicas do pó (densidade aparente, escoabilidade e compressibilidade), são essenciais para a próxima etapa do processo que é a compactação (UPADHYAYA, 2002).

A densidade aparente é a razão entre a massa do pó solto pelo volume que ele ocupa. A medida deve ser feita utilizando um dispositivo de acordo com a norma MPIF 4, que consiste em um funil de alimentação, um copo com volume conhecido de 25 cm³, e um suporte para manter uma distância padrão entre eles. Para o ensaio, o pó é colocado no funil e deixado escoar até o copo, quando esse é preenchido retira-se o excesso com uma espátula e faz-se a medida da massa de pó no copo. A Figura 1 mostra um esquema do aparato de medição (MPIF, 2012a).

Figura 1 - Aparato para medição de densidade aparente e escoabilidade.



Fonte: Adaptado de (UPADHYAYA, 2002).

Algumas características da mistura influenciam na densidade aparente como a densidade, tamanho, formato, área superficial, topografia e distribuição das partículas dos elementos que a constituem. Essa é umas das propriedades mais críticas do pó, pois determina o tamanho do ferramental de compactação e a magnitude do movimento da prensa necessário para realizar a densificação do pó. Tem influência também no comportamento do pó durante a sinterização. Há uma relação simples entre a densidade aparente (ρ_a) e a final do compactado (ρ_f) com a altura inicial da coluna de pó (h_i) e a altura final da peça (h_f) mostrada na Equação 1, essa relação, chamada de fator de enchimento é utilizada para o cálculo das alturas de enchimento em cada região da peça.

$$\frac{\rho_a}{\rho_f} = \frac{h_f}{h_i} \quad (1)$$

Outra propriedade tecnológica que é medida utilizando o mesmo aparato da Figura 1 é a escoabilidade. Para determiná-la, é adicionado 50g de pó no funil de alimentação do aparato

e medido o tempo necessário para essa quantidade de pó escoar pelo orifício, de acordo com a norma MPIF 3. O tempo de escoamento depende de vários fatores complexos como o atrito entre as partículas de pó, entre o pó e a parede do funil, a relação entre o tamanho do orifício e da partícula, a densidade aparente e a geometria do funil. As rápidas taxas de produção utilizadas na indústria exigem um rápido escoamento do pó, da sapata de alimentação para a cavidade da matriz. Esse teste, porém, fornece informações comparativas, pois na maioria das condições de operação o pó não precisa fluir por um orifício pequeno. No entanto, uma boa escoabilidade é necessária para obter um enchimento uniforme da cavidade da matriz, isto é, para que haja gradientes de massa ao longo do volume da cavidade da matriz após o enchimento, pois estes, embora sejam amenizados durante a etapa de compactação, não conseguem ser revertidos ao todo e levam a uma compactado verde com gradiente de densidades ao longo do seu volume. Os pós comerciais, normalmente utilizados em metalurgia do pó possuem valores de escoabilidade entre 20 e 40 segundos (MPIF, 2012b).

A terceira propriedade tecnológica é a compressibilidade, normalmente mostrada como um gráfico onde a densidade da amostra compactada é função da pressão de compactação. Essa curva é realizada compactando cilindros de 10 a 25 mm de diâmetro em pressões que variam de 200 a 800 MPa. Para garantir uma elevada compressibilidade, o pó deve possuir uma escoabilidade satisfatória e elevada densidade aparente, atingindo assim uma alta densificação com baixas pressões de compactação. Outras características dos pós influenciam nesta propriedade como formato, tamanho, densidade, dureza e composição químicas das partículas, uma vez que os dois principais mecanismos de densificação na compactação do pó são sua capacidade de rearranjo das partículas e sua capacidade de da deformação plástica. (ŠALAK, 1995).

3.1.2. Compactação axial em matriz rígida

A compactação é a etapa do processo responsável por dar forma à peça, a qual deve possibilitar o manuseio e a sinterização sem alteração da geometria. A compactação em matriz rígida (prensagem mecânica) é o método mais utilizado e considerado a técnica convencional de dar forma as peças na metalurgia do pó. A densificação de peças compactadas pode chegar a 90% da densidade teórica (definida como sendo a densidade do material sem porosidade), porém as partículas de pó não se comportam como um líquido quando submetidas a pressão.

Os processos que ocorrem quando uma coluna de pó solto é compactada em uma matriz rígida podem ser divididos em quatro estágios. O primeiro estágio é o rearranjo das partículas na coluna de pó. Com o aumento da pressão, a proporção de deformação plástica aumenta nos

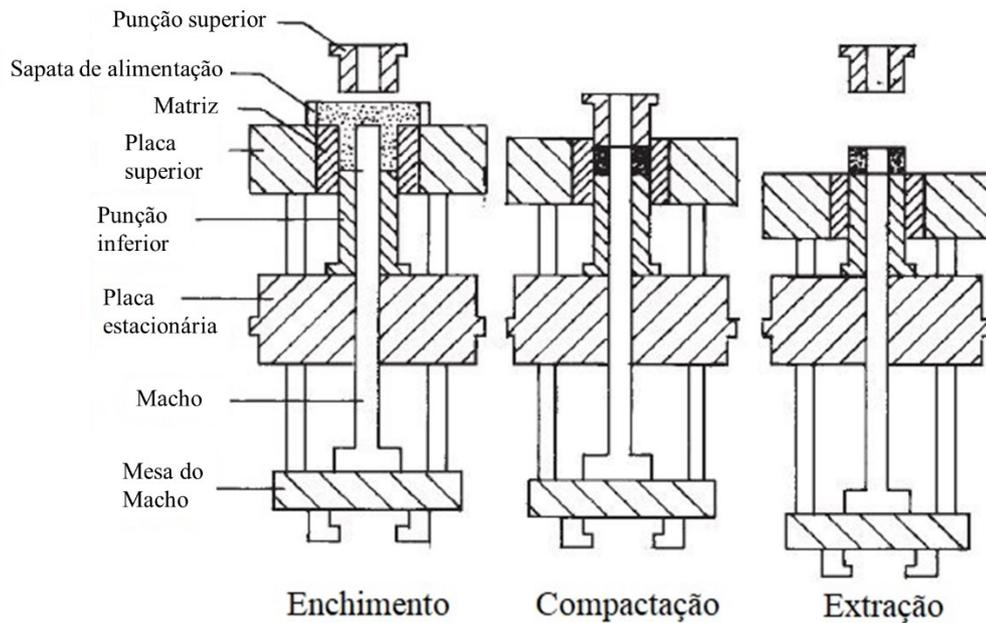
contatos entre as partículas, causando rotação e deslocamento, sendo esse o segundo estágio. O contínuo aumento da pressão leva à densificação da coluna de pó devido à deformação plástica no volume das partículas, no terceiro estágio. O grau de deformação depende da ductilidade das partículas e da lubrificação entre as mesmas e entre a parede do ferramental. No quarto estágio, elevadas pressões aumentam ainda mais o grau de deformação, porém não contribuem para densificação, devido ao elevado grau de encruamento do sistema; normalmente, componentes compactados com ligas ferrosas não atingem esse estágio. Não há uma distinção clara entre os processos, eles se sobrepõem durante o processo de compactação (FRITZ V. LENEL, 1980).

O comportamento do pó durante a compactação é bastante influenciado pelo atrito entre as partículas, bem como, das partículas com as paredes da matriz. Um atrito elevado reduz significativamente a pressão de compactação sentida pela coluna de pó. Consequentemente, a distribuição de pressão ao longo do volume da peça não é homogênea, resultando numa variação não uniforme de densidade no volume do compactado. Várias fórmulas foram propostas para descrever o processo de densificação, no entanto, a maioria delas é obtida a partir da curva experimental de compactabilidade ou são realizadas suposições incorretas, não podendo ser aplicadas de maneira universal e não são aceitas como uma teoria. Na prática, essas fórmulas são dispensáveis, sendo mais simples e confiável analisar a curva de compressibilidade da liga (THÜMMLER; OBERACKER, 1993).

As etapas da compactação são: o enchimento da cavidade da matriz com a quantidade desejada de pó; a compactação, em que o punção superior entra na cavidade da matriz e são atingidas a densidade a verde e as alturas de cada região da peça; e a extração do componente compactado. Dependendo da geometria do componente, a última etapa pode se tornar mais complexa por necessitar elevadas forças para vencer o atrito entre a peça e o ferramental, sendo que o compactado verde deve suportar essas cargas.

Existem vários dispositivos e maneiras para realizar a compactação, o utilizado neste trabalho e mais comum para componentes estruturais é o duplo efeito com matriz flutuante. Neste método, a matriz é apoiada em molas e quando o punção inicia a compactação, o atrito entre a parede da ferramenta e o pó empurra a matriz para baixo; como o punção inferior é fixo, esse movimento relativo causa o duplo efeito. A extração, também pode ser realizada de diversas maneiras, a utilizada neste trabalho é o sistema de retirada, mais conhecido pelo termo em inglês “*withdrawal*”, sendo que a matriz é empurrada para baixo para extrair a peça compactada. A Figura 2 mostra os principais componentes e as etapas de compactação de uma bucha (UPADHYAYA, 2002).

Figura 2 - Sistema de compactação com matriz flutuante e *withdrawal* nas etapas de compactação.



Fonte: Adaptado de (UPADHYAYA, 2002).

Os movimentos realizados pelos diferentes dispositivos de compactação são comandados pelas prensas. Prensas hidráulicas – nas quais um sistema de bombas, válvulas, acumuladores e intensificadores são responsáveis por movimentar o pistão – têm como principal característica o ajuste infinito de velocidade, deslocamento e pressão, limitados pela capacidade da prensa. As prensas elétricas são movidas por um servo motor, apresentando alta precisão e elevada velocidade de compactação, além disso, elas normalmente possuem automação facilitando a operação, no entanto, o preço e a capacidade de carga reduzida são algumas desvantagens desse tipo de prensa. O terceiro tipo, que foi usado nesse trabalho, são as prensas mecânicas, no qual o movimento de um eixo é transferido para o pilão por um excêntrico, sendo a velocidade de compactação e controle da altura da peça características deste sistema.

3.1.3. Sinterização

Em termos práticos, a sinterização é um tratamento térmico aplicado à peça compactada com o objetivo de atingir as propriedades determinadas em projeto. Durante esse processo ocorre a formação de ligações primárias entre as partículas, densificação da massa de pós, crescimento de grão e homogeneização em sistemas multicomponentes.

Do ponto de vista teórico, a sinterização é entendida como um processo termicamente ativado no qual ocorre transporte de matéria no compactado, causando a diminuição da

superfície específica livre pelo crescimento de contato entre partículas, redução do volume e mudança na geometria dos poros. A força motriz da sinterização é a redução da Energia Livre de Gibbs do sistema, a qual é composta por três parcelas principais. São elas: a diminuição da superfície livre específica, a eliminação de defeitos de rede fora do equilíbrio termodinâmico e a eliminação de heterogeneidades em sistemas multicomponentes (FRITZ V. LENEL, 1980).

Em um sistema mono componente, a sinterização ocorre integralmente no estado sólido e o transporte de massa é realizado via difusão. Em sistemas multicomponentes, uma fase líquida pode fazer parte do processo, podendo esta ser transiente, ou seja, fase líquida que permanece no estado líquido por apenas alguns minutos enquanto muda sua composição química por dissolução de átomos da matriz, alterando, em consequência, sua temperatura de solidificação, ou ainda uma fase líquida permanente que uma vez formada permanece ao longo de todo o processo de sinterização isotérmica e apenas se solidifica na etapa de resfriamento do material em sinterizado.

Para melhor entendimento dos fenômenos que ocorrem, o processo de sinterização pode ser subdividido em três estágios (THÜMMLER; OBERACKER, 1993):

- Primeiro estágio (formação de *necks*): A matéria torna-se contínua através da formação de contatos de sinterização no local de contato entre partículas. Não há grande movimentação (nem retração) de partículas neste estágio.
- Segundo estágio: As partículas começam a perder sua identidade devido ao crescimento dos *necks*. Isto ocorre quando a razão entre o raio do *neck* e o raio da partícula (r_n/r_p) excede um certo valor limite. Neste estágio ocorre a maior parte da retração. Uma nova microestrutura é desenvolvida em função da formação de uma rede interconectada de poros e do crescimento dos grãos.
- Terceiro estágio: Ocorre o isolamento e o arredondamento dos poros. No caso em que os poros contêm gases insolúveis no metal base, a densificação completa será impossível. Quando os poros possuem gases que são de fácil difusão na matriz ou estão vazios (no caso de sinterização no vácuo) uma maior densificação é alcançada. Geralmente são alcançadas densidades entre 90 e 95% da teórica.

Os principais parâmetros de controle envolvidos durante o processo de sinterização são temperatura, tempo, taxa de aquecimento e resfriamento e atmosfera do forno. Em se tratando de metalurgia do pó ferrosa (MPF) são, normalmente, utilizadas temperaturas entre 1100 e 1300 °C, tempos de patamar isotérmico entre 30 minutos e 1 hora. O controle da atmosfera de sinterização é um parâmetro crucial para o sucesso da sinterização. Sob o ponto de vista prático,

controlar a atmosfera de sinterização significa evitar que haja gradientes de potencial químico entre as fases do material e as fases gasosas presentes na atmosfera do forno de sinterização, visando evitar que ocorram reações indesejáveis entre as peças em sinterização e a atmosfera no forno. As atmosferas comercialmente mais utilizadas são atmosferas exotérmicas ou endotérmicas resultantes da queima de hidrocarbonetos, de amônia dissociada e a mistura de hidrogênio e nitrogênio (GERMAN, 1996).

Os fornos, normalmente, utilizados na sinterização na metalurgia do pó convencional são fornos de batelada e fornos contínuos. No primeiro, uma quantidade definida de peças é colocada no forno, realiza-se o ciclo de sinterização e o forno é descarregado para um novo carregamento e próximo ciclo. As principais vantagens do forno de batelada são o controle mais preciso da atmosfera de sinterização e a possibilidade de realizar sinterização em vácuo. Nos fornos contínuos, uma esteira leva as peças por várias regiões com temperatura e atmosfera controladas para realizar todas as etapas de sinterização, obtendo uma produtividade muito mais elevada, se comparado a fornos de batelada, porém com menor qualidade no controle de atmosfera. Os gradientes de temperatura devem ser controlados em ambos os tipos de modo a não ocorrer uma retração heterogênea devido à posição dos compactados a verde no forno.

3.1.4. Operações posteriores e controle dimensional

Uma das grandes vantagens de processar componentes via metalurgia do pó é que é possível obter peças na geometria final, para isso o controle dimensional é de fundamental importância para competitividade do processo e entender os fatores que envolvem essa característica tem sido abordado pela indústria globalmente (SAMAL; PANNELL, 2011). As variações dimensionais que ocorrem durante o processo dependem das propriedades do pó, como composição, distribuição de tamanho de partícula, morfologia e os aditivos adicionados, e das variáveis no processo de compactação como pressão de compactação, modos de enchimento, movimentação dos punções e densidade a verde, e de sinterização, neste caso, a temperatura, atmosfera e taxas de aquecimento e resfriamento (WANG; WANG; WANG, 2020) (PARIS; ST-LAURENT1; ILIA, 2011) (LINDSLEY; MURPHY, 2007).

As aplicações onde os componentes compactados são utilizados, normalmente, requerem tolerâncias apertadas que não são possíveis de obter apenas com a compactação e sinterização. As propriedades finais obtidas após a sinterização, como resistência mecânica, dureza, resistência ao desgaste, estanqueidade, controle dimensional, entre outras podem ser melhoradas com etapas posteriores de processamento, também chamadas de operações secundárias (THÜMMLER; OBERACKER, 1993).

As principais operações de acabamento utilizadas na indústria são calibração, usinagem, tratamentos térmicos e termoquímicos, impregnação, tratamentos de superfície, rebarbação, cunhagem e outros. Entre esses, o pós processamento utilizado neste trabalho e o mais comum na indústria é a calibração. É uma operação de recompactação onde a peça sinterizada é colocada com óleo lubrificante em um ferramental, diferente da etapa de consolidação do pó, e são aplicadas pressões máxima de 550 MPa (ŠALAK, 1995). Esse processo envolve uma deformação plástica reduzida e densificação nas regiões próximas à superfície. As principais melhorias atingidas com esse processo são o ajuste das características dimensionais no componente, aumento na densidade, redução da rugosidade e aumento da dureza na superfície. A variação dimensional e dureza máximas recomendadas no processo de calibração de componente sinterizados de aço é de 4% e 220 HV, caso contrário, o desgaste severo na matriz de calibração torna o processo inviável economicamente (HÖGANÄS AB, 2013).

3.2. Compósitos Autolubrificantes

Os compósitos autolubrificantes são compostos de uma matriz, metálica, polimérica ou cerâmica contendo um lubrificante sólido ou líquido disperso no volume. Por ser o foco deste trabalho, esta seção tratará apenas de compósitos de matriz metálica com lubrificantes sólidos. Esses compósitos podem ser definidos como um material capaz de deslizar contra um contraponto metálico com cargas e velocidades usuais e sem a presença de lubrificante fluido, sem sofrer danos severos como solda fria, adesão e abrasão (CLAUSS, 1972). De maneira mais prática, é um material que sob solicitações tribológicas, mantém um coeficiente de atrito menor que 0,2 e taxa de desgaste de preferência entre 10^{-5} e 10^{-6} mm³/N.m. Esses compósitos podem ser utilizados em elevadas e baixas temperaturas, no vácuo, sob radiação, em extremas pressões de contato e locais onde a lubrificação fluida é inviável ou ineficiente. Esse tipo de material geralmente é utilizado em aplicações aeroespaciais, eletrodomésticos, turbinas, compressores e mancais de sistemas mecânicos em geral (EDERMIR, 2001).

As matrizes metálicas comumente utilizadas são de bronze, cobre, ferro ou metais refratários, como tungstênio, tântalo e molibdênio. Os lubrificantes sólidos podem ser utilizados por diferentes propriedades, seja pela baixa dureza, como o caso da prata, chumbo e ouro, pela característica orgânica, como graxas e estearatos ou pelas características lamelares como nitreto de boro hexagonal (hBN), bissulfeto de molibdênio (MoS₂), bissulfeto de tungstênio (WS₂) e grafite. Compósitos autolubrificantes, normalmente, possuem matriz metálica com baixa dureza e resistência mecânica, além de uma distribuição não otimizada de tamanho e dispersão dos lubrificantes sólidos, sendo necessário a adição de 15% a 40% em volume de lubrificante,

o que leva a redução da resistência mecânica e aumento do desgaste do compósito (CHRISTOPHE; ERDEMIR, 2004) (CHEN et al., 2008).

O Laboratório de Materiais do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Santa Catarina desenvolve pesquisas relacionadas a aços autolubrificantes desde os anos 1990. O objetivo principal dos diversos projetos realizados em parceria com órgãos de fomento e empresas é o desenvolvimento de compósitos autolubrificantes de matriz metálica, com elevada resistência mecânica (tensão máxima acima de 250 MPa), baixo coeficiente de atrito (menor que 0,2) e elevada resistência ao desgaste (menor que 10^{-6} mm³/N.m) (HAMMES, 2011). Para atingir esses objetivos, diversas estratégias de processamento foram estudadas resultando em expressiva contribuição científica em artigos, dissertações, teses e patentes (BINDER, 2009; BINDER et al., 2010b, 2010a; DEMETRIO et al., 2017; FURLAN, 2016; HAMMES et al., 2014a, 2014b, 2017; JUNG, 2012; PARUCKER, 2008; SCHROEDER, 2015).

Há duas formas de se obter um compósito contendo lubrificante sólido disperso na matriz: via mistura mecânica ou formação *in situ* durante a sinterização da liga. O trabalho de Binder (2009) desenvolveu um compósito a partir da formação *in situ* de grafita nano estruturada pela dissociação de carboneto de silício em matriz ferrosa, utilizando processamento via moldagem de pós por injeção. Como principais resultados, diversas ligas apresentaram coeficiente de atrito menor que 0,1 e resistência mecânica entre 400 e 1000 MPa. Outros trabalhos na área de MPI são de Jung (2010) e Parucker (2008) onde foram desenvolvidos compósitos de matriz ferrosa e de ligas de níquel, respectivamente, misturados com dois lubrificantes sólidos, carbono e nitreto de boro hexagonal (hBN), mostrando a sinergia que ocorre quando são misturados os dois tipos de lubrificantes na matriz com teor máximo de 10% em volume.

Na rota de processamento via compactação, Furlan (2014) estudou a influência da matéria prima, composição e parâmetros de processamento no desenvolvimento de compósito autolubrificante de matriz ferrosa contendo MoS₂ como principal lubrificante sólido, conseguindo com o ajuste desses parâmetros a estabilização do sulfeto de molibdênio após a sinterização e ótimo desempenho tribológico quando utilizado junto a grafita.

O trabalho que serviu de base para esse e diversos outros foi o de Hammes (2011) onde buscou-se o desenvolvimento de uma rota de processamento para compósitos autolubrificantes de matriz ferrosa com hBN e carbono como lubrificante sólido. Como uma forma de otimizar a microestrutura do compósito foram utilizadas algumas estratégias de processamento como:

- a) Identificar o teor de fase lubrificante para se obter uma mínima descontinuidade da matriz, visando manter elevada resistência mecânica;
- b) Manter o lubrificante sólido disperso de forma discreta na matriz ferrosa, com o uso de sinterização assistida por fase líquida a base de cobre, de forma a evitar camadas em forma de lamelas deste entre as partículas da matriz ferrosa interferindo na sinterização e consolidação do material;
- c) Reduzir a porosidade utilizando a dupla compactação e a sinterização com fase líquida;
- d) Utilizar elementos de liga para endurecer a matriz, aumentando a resistência mecânica do compósito.

Os resultados obtidos neste estudo mostraram um aumento de resistência mecânica de 15 a 70 % nas ligas que passaram pelo processo de dupla compactação. A fase líquida agiu no rearranjo do lubrificante sólido espalhado por cisalhamento durante as etapas de mistura e compactação, esse fenômeno contribuiu para o aumento da resistência a tração, dureza e alongamento. Foi identificado que 7,5% em volume de lubrificante sólido é a proporção que melhor combina resistência mecânica com propriedades tribológicas. A adição dos elementos carbono, molibdênio e níquel resulta em um compósito com matriz típica de aços temperados martensita e bainita. Com o uso das três técnicas foi possível obter um compósito autolubrificante com resistência mecânica de 460 MPa e coeficiente de atrito menor que 0,2.

Com os resultados obtido na tese de Hammes, diversos outros trabalhos foram realizados buscando otimizar, as ligas mais promissoras que foram estudadas. Devido ao melhor controle de processo, ao menor custo de matéria prima e de processamento, o foco principal foi na otimização dos elementos de liga, para o compósito atingir os requisitos técnicos de propriedades mecânicas e tribológicas. Além disso, as propriedades tecnológicas da mistura de pós que é a base no processamento do compósito, também foi estudada de modo a melhorar a escoabilidade e compactabilidade.

3.3. Análise estatística e capacidade de processo

A análise estatística é um conjunto de técnicas e processos bastante útil para caracterização e tomada de decisão sobre um processo, com informações de uma amostra retirada de uma população. Um produto para conquistar o mercado deve ser produzido por um processo estável e reproduzível, ou seja, esse processo deve operar com a mínima variabilidade em torno das principais características e dimensões especificadas para esse produto (MONTGOMERY, 2013).

O controle estatístico de processo é um método de controle de qualidade que se aplicam diversas ferramentas estatísticas para monitorar e controlar processos de fabricação, identificar problemas e encontrar as soluções. Há diversas estratégias utilizadas na indústria e cada processo busca entre essas alternativas a que melhor se encaixa no seu caso específico. Neste trabalho foram utilizadas as ferramentas de gráfico de controle, coeficiente de correlação, análise de variância (Anova), especificamente o teste de diferenças entre desvios padrão e os índices de capacidade de processo (MONTGOMERY, 2013).

Os gráficos de controle de processo são bastante utilizados e mostram uma característica de controle que foi medida ou coletada de uma amostra ou população em função do número das peças ou o tempo. Neste trabalho, estão colocadas no gráfico três linhas auxiliares, uma linha verde tracejada que indica o valor nominal da característica e duas linhas vermelhas contínuas indicando o limite de controle superior e inferior (“Control Chart - Statistical Process Control Charts | ASQ”, 2022). Os limites superiores e inferiores das cotas do componente foram definidos pela especificação do desenho técnico do componente disponibilizado pela empresa parceira. Com essa ferramenta é possível identificar de maneira visual se todas as medidas estão dentro do especificado, caso contrário alguma ação deve ser feita no processo para corrigir o problema, comportamento sistemáticos ou não aleatórios e erros específicos de processo.

O coeficiente de correlação mede a correlação linear entre dois grupos de dados, pode atingir valores entre -1 até 1, sendo que próximo dos extremos indica forte correlação e próximo de 0, menor que 0,3, correlação desprezível (“Pearson Product-Moment Correlation”, 2018). O cálculo do coeficiente é feito de acordo com a equação 2, onde r é o coeficiente de correlação, x_i os valores da variável x , \bar{x} é a média dos valores desta variável, y_i corresponde aos valores da variável y e \bar{y} a média desses dados (AKOGLU, 2018).

$$r = \frac{\sum(x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sqrt{\sum(x_i - \bar{x})^2 \sum(y_i - \bar{y})^2}} \quad (2)$$

De forma complementar ao gráfico de controle e coeficiente de correlação, a análise de variância é um teste estatístico de hipótese capaz de identificar diferença entre dois ou mais níveis de uma variável. Este teste é largamente utilizado na academia e na indústria para análise de dados e tomadas de decisão. Neste trabalho, foi utilizado o teste de hipótese de diferenças entre médias e um teste similar de comparação múltipla entre os desvios padrão dos dados medidos em cada condição de processamento, com um intervalo de confiança de 95%. Nestes testes é estipulado como hipótese nula como não há diferença entre as médias e a hipótese alternativa que há. São calculadas as médias, os desvios padrão e o intervalo de confiança de

cada um, dessa forma se os intervalos de confiança se interpõem, conclui-se que não há diferença significativa entre os parâmetros (MONTGOMERY, 2008).

A análise de capacidade é um método utilizado para qualificar a variabilidade dos processos, analisando essas variações em relação às especificações do produto, disponibilizando informações sobre a uniformidade dos processos. Para utilizar esse método, os dados devem seguir uma a distribuição normal, caso contrário outros métodos devem ser aplicados. Os parâmetros mais comuns são as relações de capacidade do processo, representado pela sigla C_p e C_{pk} . O primeiro mede a relação entre a diferença das especificações, limite inferior e superior, em relação a seis desvios padrão dos dados, conforme indicado na equação 3, na qual LI é o limite inferior, LS limite superior e σ o desvio padrão (MONTGOMERY, 2008).

$$C_p = \frac{LS - LI}{6\sigma} \quad (3)$$

O C_p não leva em consideração um importante parâmetro, se esse conjunto de dados está centralizado em relação aos limites inferior e superior. Para identificar essa característica é usado o C_{pk} , que é o valor mínimo entre C_{pl} e C_{ps} , apresentados na equação 4 e 5. Os valores recompensados de C_p é 1,67 e 1,33 para C_{pk} .

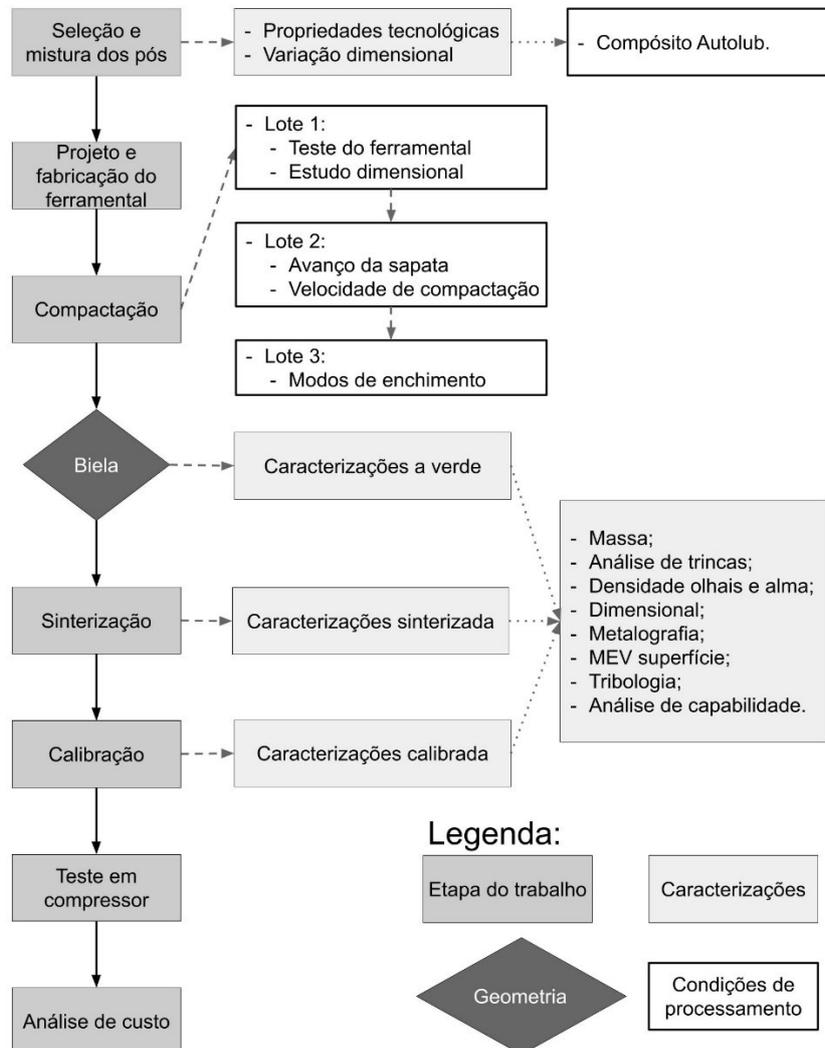
$$C_{pl} = \frac{\bar{x} - LI}{3\sigma} \quad (4)$$

$$C_{ps} = \frac{LS - \bar{x}}{3\sigma} \quad (5)$$

4. DESENVOLVIMENTO EXPERIMENTAL

O escalonamento de componentes via metalurgia do pó requer várias etapas de processamento, caracterização e análise dos dados obtidos, mapeando as variabilidades de cada etapa do processo e identificação das condições necessárias para se obter um componente final com as dimensões, densidade e propriedades dentro do especificado para a aplicação. Conforme apresentado na introdução e nos objetivos, o foco desse trabalho é o escalonamento de uma biela, aplicada em compressor hermético, de material compósito autolubrificante desenvolvido no LabMat. O fluxograma da Figura 3 mostra as etapas de processamento e caracterizações realizadas neste trabalho.

Figura 3 - Fluxograma de escalonamento de uma biela de compósito autolubrificante via metalurgia do pó.



Fonte: autoria própria.

4.1. Seleção e mistura dos pós

A seleção da matéria prima foi baseada em vários trabalhos do grupo de pesquisa, alguns publicados em dissertações, teses, artigos, conforme apresentado na revisão, e outros relatórios internos de projetos de pesquisa que não foram publicados. O compósito autolubrificante escolhido utilizado nesse estudo está descrito na Tabela 1.

Tabela 1 – Liga utilizada no trabalho.

Matriz metálica (% _m)		Lubrificante sólido (% _{vol})			
Fe	Si	Ni	hBN	Grafita	
Autolub	Bal.	0,5	4	1	6,5

Fonte: autoria própria.

A matéria-prima utilizada para a matriz metálica do compósito autolubrificante foi o pó de ferro puro AHC 100.29 atomizado em água pela Höganäs do Brasil contendo um tamanho médio de partícula de 100 µm. Os elementos de liga foram adicionados para conferir aumento de dureza, resistência mecânica e ao desgaste na matriz do compósito. O silício é adicionado na forma de um pó pré ligado de Fe45Si fornecido pela Sandvik com d90 menor que 20 µm; o níquel é utilizado na forma de pó puro com tamanho médio de 22 µm fornecido pela Sandvik. Os lubrificantes sólidos escolhidos são a grafita Micrograf 99545 HP da empresa Nacional Grafite com tamanho médio de 45 µm e o hBN (AC-6028) fabricado pela Momentive com diâmetro médio entre 100-150 µm. O lubrificante de compactação utilizado foi o Kenolube, fornecido pela empresa Höganäs do Brasil e utilizado 0,6 % em massa na liga autolubrificante.

A mistura foi realizada em misturador Y da empresa Solab que possui um volume total de 30 litros e capacidade de mistura de 4,5 a 15 litros, e foram realizadas bateladas de 15 kg com o objetivo de facilitar o manuseio do pó. O procedimento adotado para homogeneizar os pós metálicos da matriz e os lubrificantes sólidos, foi de misturar primeiramente o pó de ferro com os pós de níquel e Fe45Si com 10% em massa de esferas de aço durante 30 min, e então adicionar a grafita e o hBN sem as esferas, pois trabalhos anteriores identificaram excessivo cisalhamento dos lubrificante sólidos quando misturados com esferas. Uma pré-mistura manual foi realizada para evitar segregação no momento de adicionar os pós no Y, sendo então misturado durante 30 min. A velocidade de rotação utilizada em todas as misturas foi de 12,5 rpm e à temperatura ambiente. Foram medidas as propriedades tecnológicas de densidade aparente, escoabilidade e compactabilidade, parâmetros importantes para o setup da prensa e definição das especificações da peça.

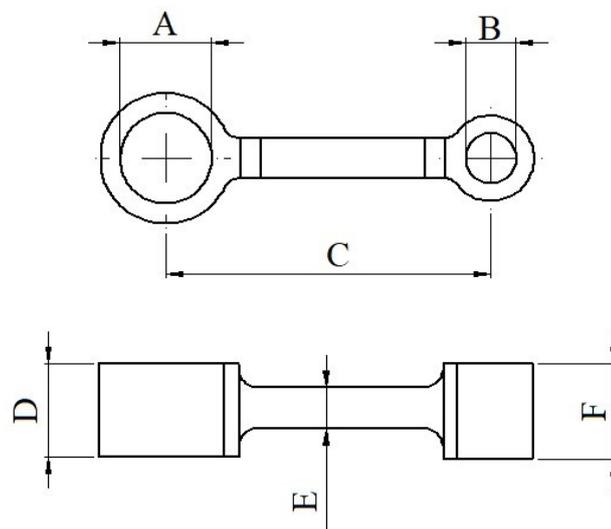
4.2. Compactação

A etapa de compactação das bielas é a principal etapa de estudo deste trabalho. Foi utilizada uma prensa de compactação mecânica produzida pela empresa Cincinnati Incorporated, modelo 220 DC. A prensa possui um *die set* que possibilita a compactação de peças com até 4 diferentes alturas na parte inferior e um atuador na parte superior possibilitando 2 níveis. O *die set* possui acionamento pneumático, onde a pressão de ar comprimido regulada nas bolsas de apoio controla a resistência ao movimento durante a compactação, fazendo o efeito de matriz flutuante e durante a extração fazendo atuar o sistema de retirada (*withdrawall*).

O projeto da matriz de compactação foi realizado juntamente com um consultor com 30 anos de experiência na área de projeto de ferramentas, onde o componente foi separado em três punções inferiores, machos e um punção superior. As cotas e tolerâncias dimensionais e geométricas do componente são confidenciais, não podendo ser expressas seus valores absolutos. O desenho técnico do componente que foi produzido está apresentado na Figura 4 com as principais cotas dimensionais indicadas pelas letras e o valor aproximado da cota:

- A – Diâmetro interno olhal maior (9 mm);
- B – Diâmetro interno olhal menor (5 mm);
- C – Distância entre os centros dos olhais (32 mm);
- D – Altura olhal maior (9 mm);
- E – Altura alma (4 mm);
- F - Altura olhal menor (9 mm).

Figura 4 - Biela de compressor hermético da qual foi feito o lote piloto em compósito autolubrificante.



Fonte: autoria própria.

Esse modelo de prensa mecânica da Cincinnati funciona em função do ângulo de posição do eixo principal, sendo assim, com o eixo a 0° o pistão, onde é fixado o punção superior, está mais em cima e as placas do *die set* estão na posição de enchimento formando a cavidade da matriz onde a sapata de alimentação avança para adicionar o pó. Com o aumento do ângulo o punção superior se aproxima da matriz, a sapata de alimentação recua e válvulas regulam a pressão das placas do *die set* conforme o configurado para promover a compactação de duplo efeito.

Atingindo 180° é a posição de compactação, na qual o punção superior atinge a posição mais baixa realizando a compactação da coluna de pó. Continuando o movimento do eixo, as bolsas de ar que sustentam as placas do *die set*, agora aumentam a pressão para realizar o movimento de retirada, em 270° atinge-se a posição final de extração, ou seja, as hastes responsáveis por abaixar as placas onde estão a matriz e os punções atinge seu estágio final e a matriz, os punções e o macho estão no mesmo plano, realizando assim a extração da peça. A movimentação da sapata de alimentação, a pressão nas bolsas de ar comprimido, o posicionamento do macho e as características de enchimento são programadas em função do ângulo do eixo. A Figura 5 mostra a prensa utilizada nesse trabalho e o *die set* onde é colocado o ferramental de compactação.

Figura 5 - Prensa mecânica da marca Cincinnati utilizada nesse trabalho e o *die set* de compactação.



Fonte: autoria própria

A prensa utilizada nesse trabalho possui diversas funcionalidades que permitem modificar a forma com que o pó entra na cavidade da matriz e a posição da mesma durante o avanço da sapata. Devido às propriedades tecnológicas da mistura autolubrificante, cada uma dessas funcionalidades influencia diretamente no preenchimento da matriz e densidade aparente das colunas de pós na posição de enchimento. As principais funções da prensa utilizadas neste trabalho foram:

- Trava do punção superior (*top punch hold down*) – O pistão, onde está fixado o punção superior, se movimenta de acordo com o eixo da prensa. O componente compactado neste trabalho, necessita de um apoio durante a extração, neste caso há um mecanismo de ar comprimido que mantém o punção dentro da matriz durante a extração da peça enquanto o pistão da prensa sobe;
- Sub enchimento (*underfill*) – Mecanismo adicionado no batente da posição de enchimento que permite a matriz elevar o nível em relação à coluna de pó adicionada pela sapata de alimentação, dessa forma evita que o punção superior expulse o pó da cavidade durante a entrada na cavidade da matriz;
- Sobre enchimento (*overfill*) – O mecanismo é o mesmo utilizado no *underfill*, no entanto, neste caso, ele é ligado e desligado enquanto a sapata de alimentação está sobre a cavidade da matriz, aumentando a densidade aparente do pó nas colunas dos punções;
- Posição do macho no enchimento – O macho possui duas posições durante o ciclo de compactação, em cima durante o enchimento e compactação e embaixo na extração da peça da cavidade da matriz. É possível definir em qual momento do avanço da sapata de alimentação o macho está na posição de enchimento. Antes do avanço o macho é uma barreira para o escoamento do pó e pode interferir de maneira significativa na distribuição de pó na cavidade da matriz. Outra possibilidade é enquanto a sapata está em cima da cavidade, desta forma a distribuição de pós é mais homogênea, porém as folgas no macho e punções e a pressão de acionamento devem permitir esse movimento sem travamento do macho.

Nos três lotes produzidos neste trabalho foram utilizados os principais recursos disponíveis nessa prensa, com o intuito de obter menor variabilidade de massa, altura e cotas de controle do componente. Com a evolução do trabalho, os aprendizados obtidos em cada lote serviram de base para a escolha dos parâmetros do próximo lote. Para cada condição de

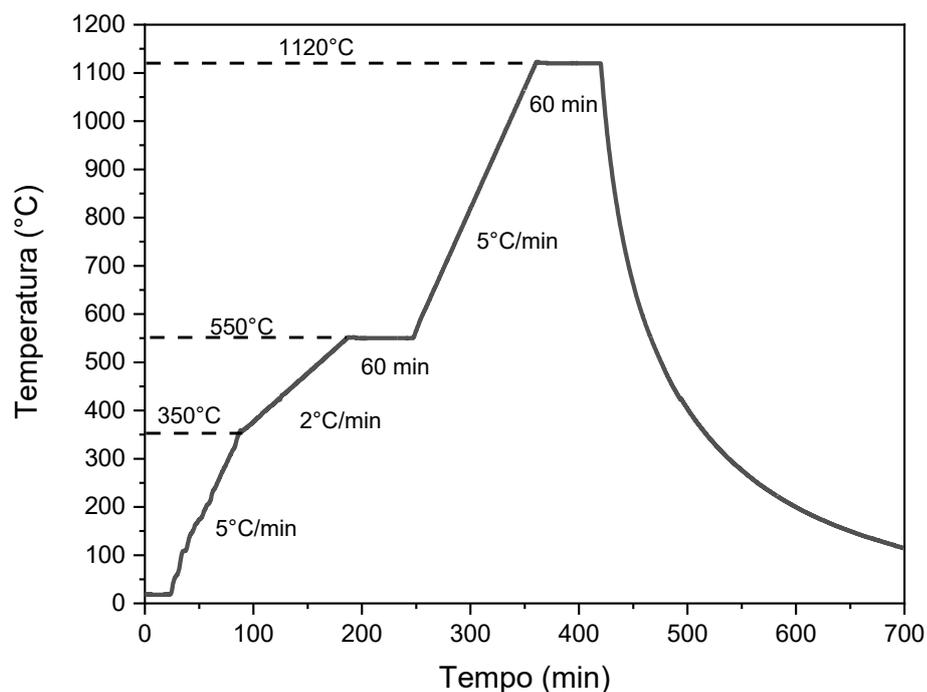
compactação nos diferentes lotes produzidos foram compactadas 160 bielas com o compósito autolubrificante. Por fim foi produzido um lote de 25 bielas para montagem e teste de 500 horas no compressor.

Como os parâmetros modificados em cada condição nos lotes influencia diversos parâmetros do componente, o ajuste da altura de enchimento, foi adaptado a cada configuração para atingir as especificações de altura e densidade da peça. Os demais parâmetros mantiveram-se constantes.

4.3. Sinterização

A etapa de sinterização foi realizada em um forno industrial com atmosfera controlada, da marca Elnik modelo MIM 3012, com retorta, elemento resistivo e suportes de molibdênio, temperatura máxima de 1600°C, volume útil de 292 litros e capacidade de 500 kg. Foi realizado um ciclo térmico para todas as peças produzidas em cada lote, apresentado no gráfico da Figura 6. De modo a simular uma maior carga no forno de sinterização, 100 cilindros de 400g, aproximadamente, foram sinterizados juntamente com as bielas, produzidas no Lote 2. Dessa maneira, a relação entre massa de peça e volume do forno ficou próxima à usada no forno laboratorial.

Figura 6 - Ciclo térmico de sinterização realizado no forno industrial para sinterização da bielas.



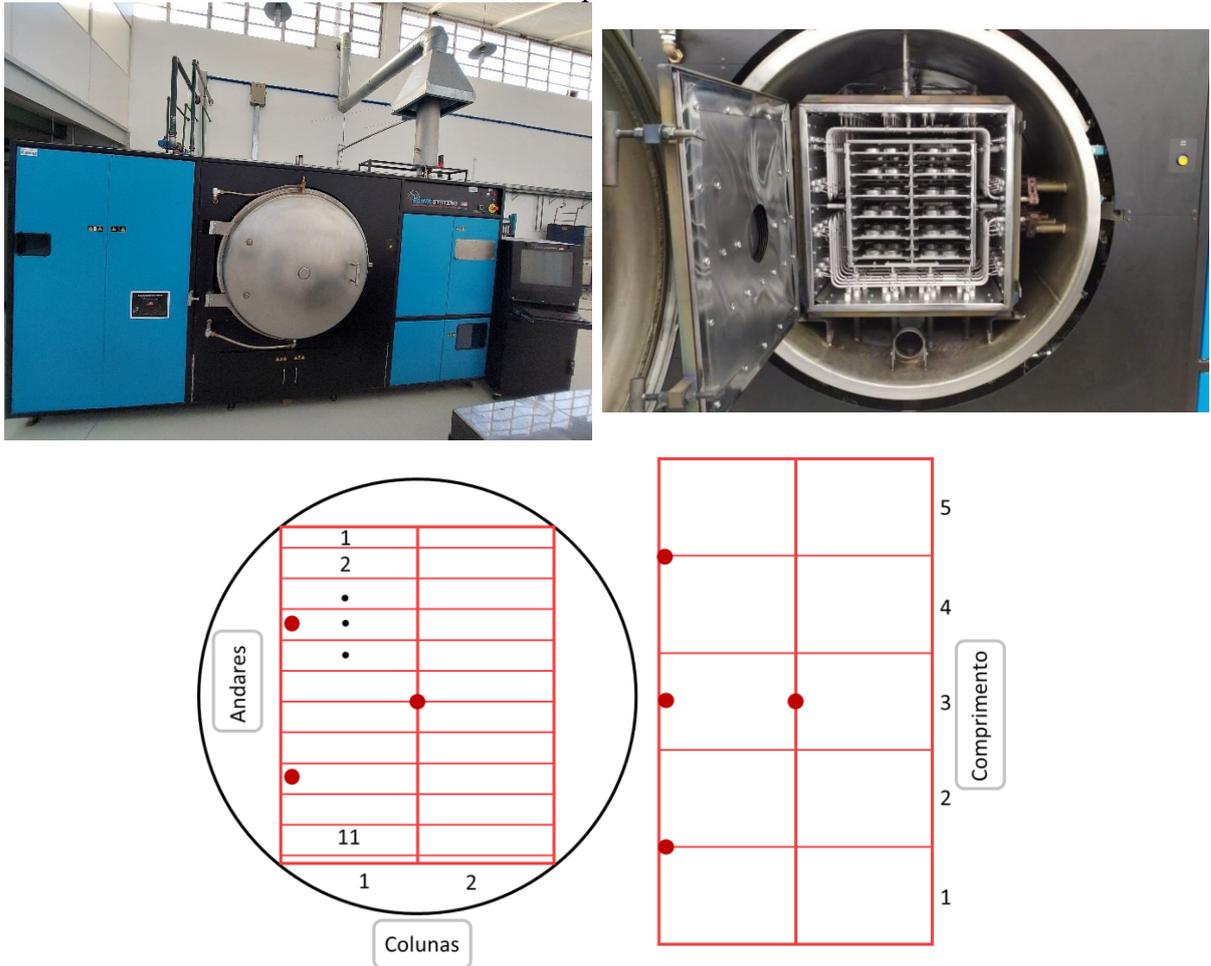
Fonte: autoria própria.

A taxa de aquecimento a partir de 350°C (2°C/min) foi necessária para homogeneizar as temperaturas em todas as regiões do forno, devido a inércia térmica das chapas de molibdênio, anteparos e mobília do forno. Após a extração do lubrificante (com patamar em 550 °C), o aquecimento segue a uma taxa de 5 °C/min até a temperatura de sinterização de 1120 °C, que é mantida por 60 min. Durante o resfriamento, o forno aumenta e mantém a pressão de 600 mbar adicionando gás de purga, nitrogênio (N₂), até o último termopar atingir a temperatura de 700 °C, na qual é acionado um sistema de circulação e resfriamento da atmosfera do forno para acelerar o resfriamento e diminuir o tempo total de ciclo; este sistema é chamado de soprador.

A atmosfera de sinterização foi de nitrogênio e hidrogênio a uma pressão de 400 mbar, a proporção e o fluxo dos gases variaram de acordo com a quantidade de peças no forno e as etapas do ciclo de sinterização, sendo os valores apresentados na sinterização de cada lote.

O forno industrial é composto por duas colunas com 11 andares para encaixe das chapas de molibdênio, em cada andar é possível colocar 5 chapas no comprimento, de modo que cabem ao todo 110 chapas. O controle de temperatura é feito através de 3 termopares posicionados no comprimento, em duas alturas diferentes na lateral esquerda e um no centro do forno, totalizando 7 regiões medidas. A Figura 7 mostra uma foto do forno industrial, retorta onde foram colocadas as peças e de forma esquemática a configuração interna dos suportes de molibdênio e a posição dos termopares no forno.

Figura 7 – Forno industrial utilizada no trabalho e a numeração das posições dos suportes de molibdênio na câmara de aquecimento do forno industrial.



Fonte: autoria própria.

Nesses suportes podem ser colocadas 4 placas de alumina onde são posicionadas as bielas e cilindros. Nestas placas de alumina cabem duas fileiras de 10, totalizando 20 bielas por placa, dessa forma a capacidade máxima do forno é de 8800 bielas. As posições no forno foram separadas em três regiões, primeiramente as colunas, numeradas como 1 e 2, os andares, numerados do 1 ao 11 e o comprimento, numerados de 1 a 5, de acordo com a Figura 7, possibilitando realizar um posicionamento aleatório das chapas de molibdênio, com o objetivo de diminuir a influência dos gradientes térmicos no comportamento dos lotes produzidos. As placas de alumina contendo as bielas foram colocadas uma em cada suporte de Mo de modo a não concentrar peças em regiões específicas.

4.4. Calibração

A calibração é considerada uma etapa secundária na metalurgia do pó, sendo que a maioria das peças passam por esse processo para atingir os requisitos dimensionais

especificados. A peça, após a sinterização, é colocada em uma matriz e conformada a frio, sofrendo uma leve deformação plástica, de modo a diminuir as variações dimensionais geradas na sinterização. Esse processo foi feito em uma prensa hidráulica da marca Gabbrielli. Utilizando um óleo lubrificante da marca Yushiron Former S-2850 para evitar adesão e desgaste prematuro da ferramenta, mesmo óleo utilizado industrialmente para fabricação de bielas utilizadas em linha de produção pela empresa. A força de calibração escolhida foi de 10 toneladas, com o objetivo de atingir as tolerâncias dimensionais especificadas.

4.5. Técnicas de caracterização

4.5.1. Propriedades tecnológicas do pó

Como comentado na revisão da literatura, as propriedades tecnológicas do pó, como escoabilidade, densidade aparente e compactabilidade são de fundamental importância para o escalonamento e posterior implementação em planta industrial; portanto, as medidas da escoabilidade e densidade aparente foram feitas baseadas na norma MPIF (Metal Powder Industries Federation) Standard 03 e 04, respectivamente. A curva de compactabilidade foi construída a partir da densidade aparente e variando a carga de compactação a partir de 200 MPa até 800MPa, compactando 5 amostras cilíndricas de 10 mm de diâmetro por 8 mm de altura, e a densidade foi medida pelo método geométrico.

4.5.2. Massa e densidade

A densidade das bielas foi medida pelo método de Arquimedes utilizando álcool como fluido. Essa técnica consiste em medir a massa da peça fora e dentro de um fluido de densidade conhecida, e pelo conceito do empuxo é possível calcular o volume e então a densidade da peça. A biela foi dividida em 3 partes para medida de densidade, os olhais (maior e menor) e alma. Como cada uma dessas partes é formada em uma coluna de pó diferente, as densidades em cada parte devem ser controladas. Foram escolhidas de maneira aleatória 5 bielas de cada condição de compactação nos 3 lotes produzidos para a medição de densidade. Foi analisada também a massa das 160 peças e sua variabilidade durante o enchimento da cavidade da matriz no processo de compactação de cada lote.

O equipamento utilizado foi uma balança Mettler Toledo, modelo XS205 com precisão de 0,1 mg.

4.5.3. Medidas geométricas

As medidas das principais dimensões e tolerâncias geométricas, sendo elas distância entre centros, diâmetro interno dos olhais, e retinidade, foram realizadas com a máquina

tridimensional para medição de coordenadas, da marca Zeiss, modelo Micura 5/5/5, com 500 mm de liberdade por eixo (x, y e z) e precisão de $0,7 \mu\text{m} + L / 400$, em que L é o comprimento da medição. A análise das variabilidades dessas cotas na fabricação de um lote de peças e em função das condições de compactação são de fundamental importância para o escalonamento, pois o controle dimensional é o principal requisito desse tipo de componente.

4.5.4. Análise metalográfica

A análise da microestrutura foi realizada nas peças após sinterização e calibração, de modo a identificar variabilidades em relação ao processamento do material, que foi feito em equipamentos laboratoriais e esse escalonamento que foi realizado em equipamentos indústrias. Há, também, gradientes de temperatura das zonas do forno de sinterização que podem ser identificados com essa caracterização.

As amostras foram cortadas, embutidas e seguiram a sequência de lixamento e polimento, após isso foi necessário um processo de abertura das porosidades e estoques de lubrificantes, o que é feito com uma sequência de ataque químico com Nital 2% e polimento em alumina 1 μm , até remover as deformações plásticas que fecham a porosidade e os estoques de lubrificante durante o lixamento.

A microscopia ótica foi feita utilizando microscópio Leica – DM 4000 M com câmera digital acoplada (Leica DC 300). As imagens foram obtidas com resolução de 2088 e 1555 pixels na vertical e horizontal, respectivamente.

4.5.5. Microscopia eletrônica de varredura

A caracterização da superfície das amostras foi realizada em microscópio eletrônico de varredura (MEV) modelo Tescan Vega3 LM. A composição química das mesmas foi obtida por meio de uma microssonda de energia dispersiva (EDS) acoplada ao MEV. As imagens da superfície foram obtidas em diferentes aumentos, utilizando-se o detector de elétrons secundários (SE).

4.5.6. Dureza Brinell

A dureza Brinell (HB) foi medida no equipamento Emco-Test, utilizando uma esfera de aço de 2,5 mm de diâmetro, carga de 31,25 kg, tempo de aplicação de 10s e uma lente para medição da indentação com aumento de 50x. Foram realizadas 3 medidas e comparadas com os valores obtidos anteriormente durante o desenvolvimento da liga em equipamentos laboratoriais e entre as condições de processamento.

4.5.7. Análise tribológica

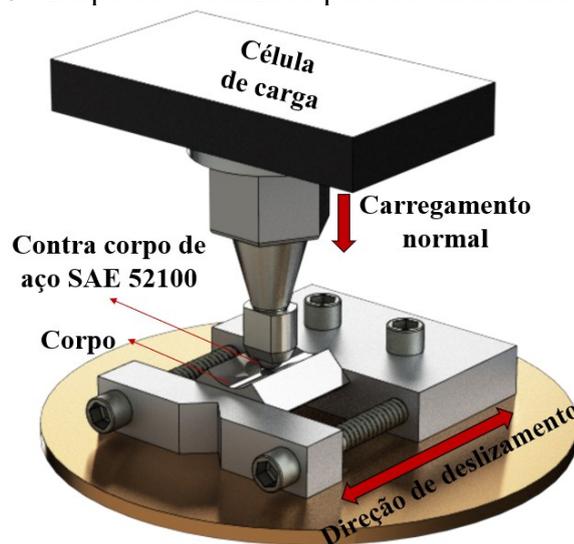
A aplicação final da biela é como ligação entre o eixo excêntrico do compressor e o pistão; portanto, as propriedades tribológicas dos olhais devem ser caracterizadas para comprovação da eficiência da biela no compressor. Foram realizados ensaios com condições de contorno que simulam os mecanismos que geram desgaste e falhas no sistema. Desta maneira, foram avaliados o coeficiente de atrito, durabilidade e taxa de desgaste.

É importante salientar que as propriedades tribológicas são sistêmicas, dependem de uma série de fatores como alinhamento entre o corpo e o contra corpo, formação de óxidos, textura e integridade da superfície, atmosfera, temperatura, umidade etc. Para realizar uma análise confiável, deve-se tomar cuidado para que todas as variáveis controláveis que influenciam nas propriedades tribológicas do sistema estejam fixadas.

A avaliação do desempenho tribológico foi realizada através de uma adaptação da metodologia apresentada por Mello e Binder, 2016. Todos os ensaios foram realizados na superfície interna do olhal maior, em um tribômetro CETR UMT-3 e submetidos a uma atmosfera ambiente com temperatura de 22 ± 2 °C e umidade relativa de $50 \pm 10\%$. A frequência de deslizamento foi de 2 Hz, o comprimento da pista de 3 mm e o contra corpo uma esfera de aço SAE 52100 com diâmetro de 3 mm.

As propriedades de durabilidade (N.m) e coeficiente de atrito (adimensional) foram obtidas por meio de um ensaio em que a biela é cortada para formar uma meia cana e então, posicionada com a superfície interna do olhal maior virada para cima, onde é presa em um dispositivo de fixação e submetida ao contato de um contra corpo de formato esférico que aplica uma força de 7 N, conforme mostrado na Figura 8. O ensaio é fundamentado no deslizamento alternado com incremento gradual do carregamento de 7 N a cada 10 minutos até o momento em que o coeficiente de atrito ultrapasse 0,2, estipulado como o limite de autolubricidade.

Figura 8 - Dispositivo utilizado para os ensaios tribológicos.



Fonte: (MÔNEGO, 2021).

A taxa de desgaste ($\text{mm}^3/\text{N.m}$) do sistema foi medida através de ensaios semelhantes ao de durabilidade, no entanto sob uma carga constante de 7 N por 1 hora.

As marcas de desgaste da pista foram analisadas através de um interferômetro óptico de luz branca da marca Zygo, modelo Newview 7300. O volume da pista desgastada foi mensurado com o auxílio do software MountainsMap 7.4.887. O volume desgastado do contra corpo com formato esférico foi medido pelo método geométrico, sendo a marca de desgaste fotografada em um microscópio óptico Leica DM 400M e as diagonais da calota medida para o cálculo do volume desgastado.

4.5.8. Análise de topografia

Os principais parâmetros topográficos que foi utilizado para comparação com o especificado em desenho foi a fração de apoio da superfície, proporção de material abaixo de 3 μm do pico mais alto. Assim como a medida de desgaste, esses parâmetros foram medidos no interferômetro óptico de luz branca da marca Zygo, modelo Newview 7300 e tratados os dados no software MountainsMap 7.4.887. Existem na literatura diversos parâmetros topográficos que definem de maneira mais completa a superfície do material e diversos trabalhos do grupo caracterizaram de forma mais aprofundada essa superfície em diferentes condições de processamento para correlacionar com o comportamento do material nos ensaios de tribologia. Porém, neste trabalho, as medidas de topografia e análise tribológica tem a função de comparação com os dados obtidos no desenvolvimento do material e especificações no desenho para validação do processo de escalonamento da liga, sem pretensão de se aprofundar nesta ciência ampla e complexa.

5. RESULTADOS

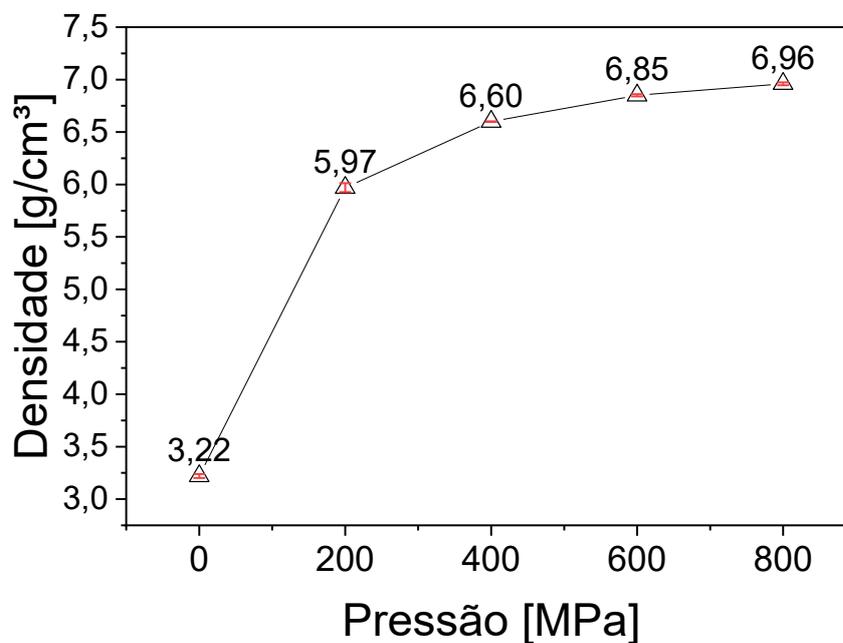
Nesta seção são apresentados os resultados obtidos na produção de 3 lotes de bielas com diferentes condições de compactação e sinterização. Por fim são produzidos componentes para testes em compressores e uma análise de custo é apresentada em comparação com a solução usada nesse componente, atualmente.

5.1. Propriedades tecnológicas

A escoabilidade medida da mistura autolubrificante foi de $31,4 \pm 0,2$ segundos. O pó de ferro AHC 100.29, apresenta uma escoabilidade de 25 s, segundo catálogo da fabricante. Esse aumento do valor de escoabilidade é esperado, devido aos aditivos adicionados para compor a matriz metálica apresentarem tamanho de partícula menor e os lubrificantes sólidos contribuem para o aumento das forças de ligação entre as partículas. De maneira comparativa, as referências do processamento de pós via compactação indicam que valores acima de 30 segundos podem gerar problemas durante enchimento da cavidade da matriz. Portanto os valores apresentados geram atenção para as etapas seguintes de processamento.

A curva de compactabilidade da mistura de pós usada nesse estudo está apresentada na Figura 9. A densidade no valor de pressão zero representa a densidade aparente.

Figura 9 - Curva de compactabilidade compósito autolubrificante.



Fonte: autoria própria.

Com base nos estudos anteriores, a produção das bielas na prensa industrial foi com o foco na densidade de 6,85 g/cm³, em uma pressão de compactação de 600 MPa.

5.2. Estudo da variação dimensional do compósito autolubrificante

O comportamento dimensional do material quando compactado na geometria da biela era completamente desconhecido antes da fabricação da matriz de compactação. Sendo que a variação dimensional é fundamental para a definição das cotas do ferramental, esta foi estimada utilizando a matriz com geometria mais semelhante ao componente disponível no laboratório, sendo um anel com diâmetros de 65 mm externo, 55 mm interno e 16 mm de altura, apesar de ser condição bastante diferente da biela. Foram produzidos três anéis com o material autolubrificante, com uma pressão de compactação de 600 MPa e sinterizados em forno tubular de laboratório a 1120°C durante 1 hora. As medidas dimensionais foram realizadas na máquina de medição de coordenadas. A Tabela 2 mostra os diâmetros dos anéis, da ferramenta de compactação e o fator de correção percentual obtido pela equação 6 (referência norma MPIF 44).

Tabela 2 - Cálculo do fator de correção da liga autolubrificante.

Cota	Dimensão [mm]	Fator de correção [%]
Ø macho	55,005	-0,214
Ø interno anel	54,887	
Ø matriz	65,002	-0,057
Ø externo anel	64,965	

Fonte: autoria própria.

$$fator\ de\ correção = \frac{(\phi_{peça} - \phi_{ferramenta})}{\phi_{ferramenta}} \times 100 \quad (6)$$

A partir do desenho do componente, apresentado na Figura 4, fornecido pela empresa parceira e as variações dimensionais encontradas no estudo com os anéis, foi realizado o projeto do ferramental de compactação. Inicialmente, foi utilizado o fator de correção para o cálculo dos diâmetros dos machos (responsáveis pelo diâmetro interno dos olhais) e cavidade da matriz (responsável pelos diâmetros externos, largura da alma e distância entre centros). A Tabela 3 mostra a diferença entre as cotas da biela e as usadas no ferramental. Além dos fatores de correção foi utilizado um consultor que trabalhou 30 anos no desenvolvimento de ferramentas de compactação para a indústria de metalurgia do pó.

Tabela 3 - Principais cotas da biela e a diferença usada no ferramental.

Cotas	Diferença entre a biela e o ferramental [μm]
\emptyset externo olhal maior (matriz)	-5
\emptyset interno olhal maior (macho)	-28
\emptyset externo olhal menor (matriz)	-5
\emptyset interno olhal menor (macho)	-16
Distância entre centros (matriz)	15
Largura da alma (matriz)	0

Fonte: autoria própria.

Além das correções feitas devido às variações dimensionais na sinterização, é necessário o cálculo do fator de compactação, conforme mostrado na equação 1. Partindo dos valores de densidade aparente ($3,22 \text{ g/cm}^3$) e a verde ($6,85 \text{ g/cm}^3$) obtidos pela curva de compactabilidade mostrada na Figura 9, obtém-se um fator de compactação de 2,127. Com esse dado, foi possível definir a altura da matriz.

5.3. Projeto e montagem do ferramental de compactação na prensa

O ferramental de compactação deve ser montado no *die set* da prensa. Usou-se de base para o projeto do ferramental o desenho contendo as dimensões do *die set* e seu curso de movimentação, fornecido pela Cincinnati, as alturas de enchimento da matriz para projetar os adaptadores e as pressões de compactação para escolha dos materiais. Os adaptadores têm a função principal de fixar a ferrenta no *die set* e diminuir as alturas que seriam necessárias nos punções e machos, diminuindo custo e chances de quebras.

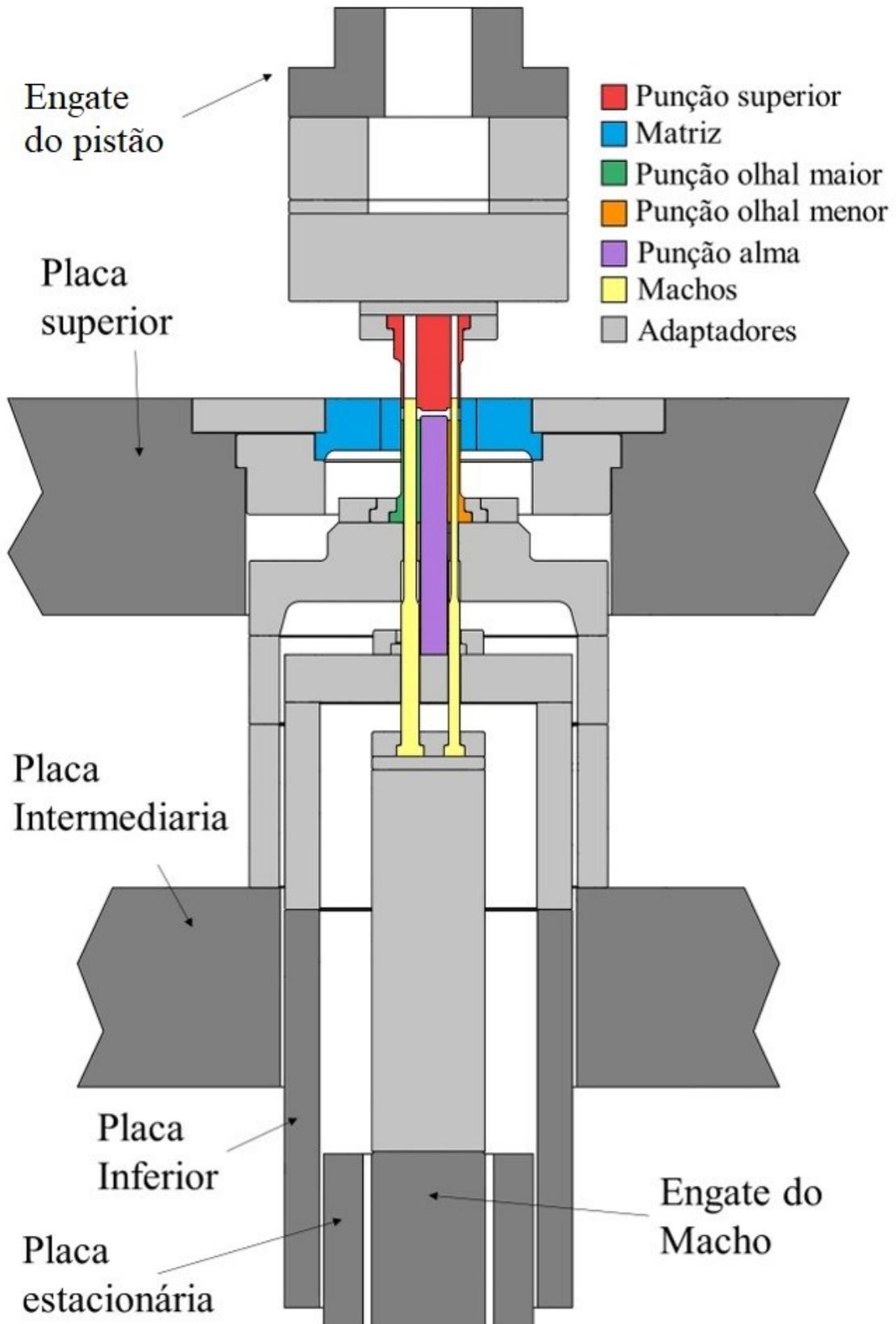
A fabricação do ferramental foi realizada em uma ferramentaria com experiência na usinagem de aços ferramenta, com precisão e excelente acabamento nas superfícies de trabalho. O material utilizado para produção dos punções foi VF800 AT, produzido pela Villares, o qual possui elevada temperabilidade, tenacidade e resistência ao desgaste. A dureza especificada foi na faixa de 56-58 HRC, o acabamento das superfícies de trabalho, lateral e superior, foi uma rugosidade média de $0,2 \mu\text{m}$, as tolerâncias dimensionais para as cotas críticas foram de $0,005 \text{ mm}$ e a folga utilizada entre a matriz e entre os machos foi de $25 \mu\text{m}$ e $15 \mu\text{m}$, respectivamente no valor nominal.

Os machos são responsáveis pela definição das cotas mais críticas do componente, o diâmetro interno dos olhais. O material utilizado na sua fabricação foi CPM – M4, aço ferramenta produzido por metalurgia do pó pela Crucible, com altos teores de carbono (1,3% e

vanádio (4,0%), possui uma distribuição homogênea dos carbonetos levando a uma elevada resistência ao desgaste (“Crucible Selector - CPM® REX® M4HC(HS)”, 2022). Neste caso, a faixa de dureza especificada foi de 62-64 HRC. As tolerâncias no diâmetro dos machos foram de 0,003 mm e o mesmo acabamento especificado nos punções.

A matriz para compactação da biela define, principalmente, outra cota de controle para a montagem do componente no sistema mecânico do compressor, a distância entre os centros dos olhais. Esta peça do ferramental é formada por duas partes, um núcleo de CPM – 10V montado por interferência de 0,100 mm em uma capa de SAE 4340. O aço ferramenta do núcleo é produzido por metalurgia do pó, com elevado teor de vanádio (9,75%), possui uma elevada resistência ao desgaste e tenacidade; a dureza especificada foi de 60-62 HRC e acabamento da cavidade de Ra 0,2 μm (“Crucible Selector - CPM® 10V”, 2022). A capa possui duas funções principais diminuir a quantidade de aço ferramenta especial, reduzindo significativamente o custo do ferramental, e manter o núcleo sob tensão compressiva, aumentando a vida de fadiga e evitando trincas. A dureza especificada para a capa é de 43-47 HRC. O desenho da montagem do ferramental de compactação no *die set* está mostrada na Figura 10.

Figura 10 - Esquema da montagem do ferramental de compactação no *die set* da prensa Cincinnati.



Fonte: autoria própria.

A primeira configuração dos parâmetros da prensa e condições de compactação para a produção da biela foram realizados com o principal objetivo de entender quais problemas seriam enfrentados na tentativa de atingir uma peça que atendesse aos requisitos de projeto e, principalmente, sem defeitos macroscópicos. De maneira mais prática, buscou-se uma peça com densidades e alturas dentro das tolerâncias definidas no desenho da Figura 4 e sem trincas.

A montagem do ferramental no *die set* inicia com a colocação dos adaptadores e do macho no nível mais interno, após isso coloca-se o punção da alma, na placa inferior e dos olhais, maior e menor, na placa intermediária. Por fim, é colocada a matriz na placa superior. O aperto da matriz é de fundamental importância para evitar atravessamentos e quebra da ferramenta.

Com o conjunto de punções inferiores montados, o *die set* fica na posição de extração (eixo da prensa em 270°). A primeira configuração de posicionamento é verificar se os punções estão no mesmo plano da superfície da matriz, caso contrário uma regulagem é necessária para evitar que a peça não seja extraída totalmente ou a sapata de alimentação colida com os punções inferiores durante o avanço do enchimento.

Na etapa seguinte de configuração são ajustadas as alturas de enchimento de cada punção que compõe a peça, no caso desta biela, a alma e os olhais. Com o eixo da prensa em 0° , configuram-se as alturas das colunas de pó nos olhais e na alma, com base em valores calculados a partir da equação 1 e os valores de densidades obtidos na curva de compactabilidade. Essa altura de enchimento inicial, normalmente, é alterada durante a configuração da prensa para homogeneizar as densidades.

Com os posicionamentos de extração e enchimento pré-estabelecidos, são realizados alguns movimentos simulando a compactação no *die set* para se certificar do movimento adequado dos punções e da matriz nas etapas do processo. Não havendo nenhum problema, o punção superior é fixado no pistão da prensa e alinhado com a matriz, de modo a ocorrer movimento relativo, mas sem contato entre a matriz e o mesmo.

Em seguida, é necessário realizar a programação e configuração da sapata de alimentação, conforme o enchimento planejado e para evitar a colisão entre a sapata e o punção superior. Essa programação tem como base o posicionamento do ângulo do eixo principal da prensa. Após todas as configurações, o pó é adicionado na sapata e na cavidade da matriz. Algumas compactações são feitas aumentando a força de compactação de forma gradual até formar a peça compactada.

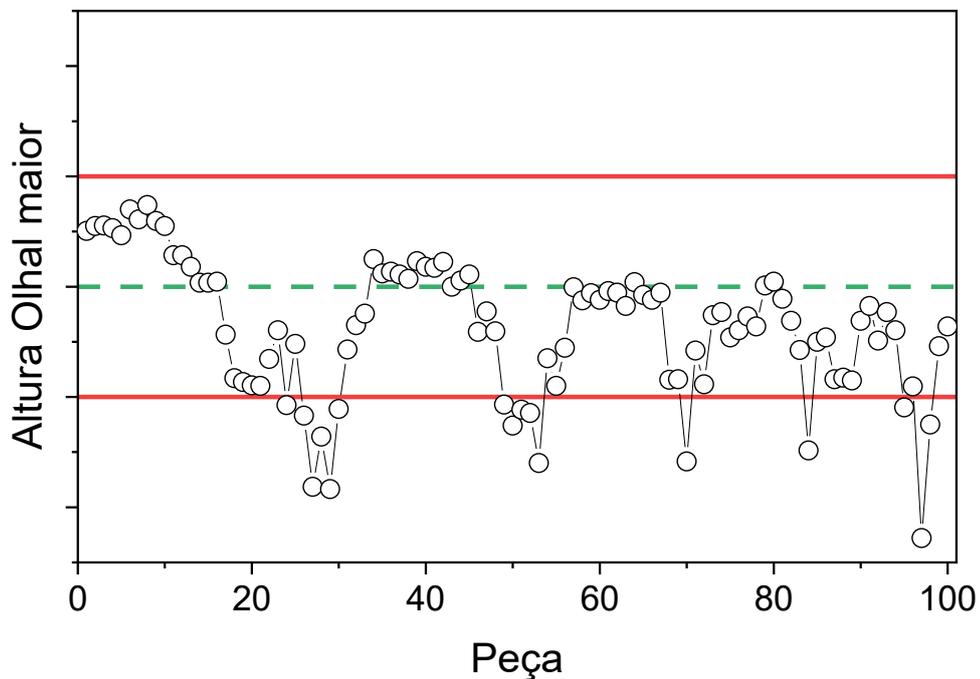
5.4. Processamento do Lote 1 de bielas

O primeiro lote foi feito com 100 peças com o objetivo inicial de identificar os desafios a serem enfrentados durante o escalonamento.

5.4.1. Compactação e sinterização

Utilizando o enchimento por despejo e uma velocidade de rotação do eixo de 10 rpm, todas as peças foram compactadas sequencialmente, intercaladas por uma parada de cerca de 20 segundos para limpeza da ferramenta e retirada da biela compactada. Após o término do lote, foram obtidos os valores de força de compactação, conforme mostrado na prensa, a massa do componente e as alturas dos olhais e alma nas peças a verde. A Figura 11 mostra a altura do olhal maior para cada peça do lote. As linhas vermelhas são as tolerâncias máxima e mínima e a linha verde tracejada indica o valor nominal da cota, todos os gráficos deste trabalho, que apresentam cotas e tolerâncias, seguirão esse padrão de cores.

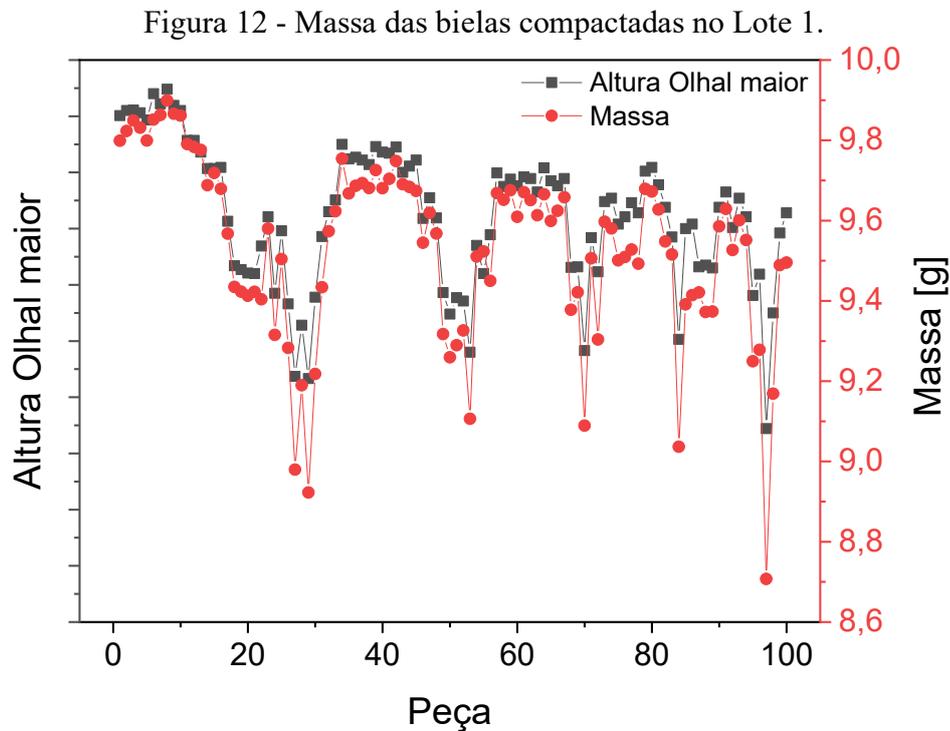
Figura 11 - Altura do olhal maior das peças compactadas no primeiro teste da matriz.



Fonte: autoria própria.

A altura do olhal maior apresenta uma elevada variabilidade, sendo o desvio padrão 0,123, deixando algumas peças fora da tolerância dimensional especificada. Esse comportamento é bastante semelhante para a altura da alma e o olhal menor. O comportamento da massa das bielas, que está apresentado na Figura 12, juntamente com as alturas do olhal menor, mostra que há uma elevada correlação entre as alturas das partes da biela com a massa.

A correlação de Pearson calculada entre a altura do olhal menor e a massa foi de 0,992. A principal hipótese para explicar esse comportamento dimensional das peças é a variação da quantidade de pó na cavidade da matriz devido aos parâmetros de enchimento que foram utilizados nesse lote não serem adequados às características da mistura, principalmente a escoabilidade. A média da densidade medida em todas as peças foi de $6,88 \text{ g/cm}^3$ com desvio padrão de $0,05 \text{ g/cm}^3$.



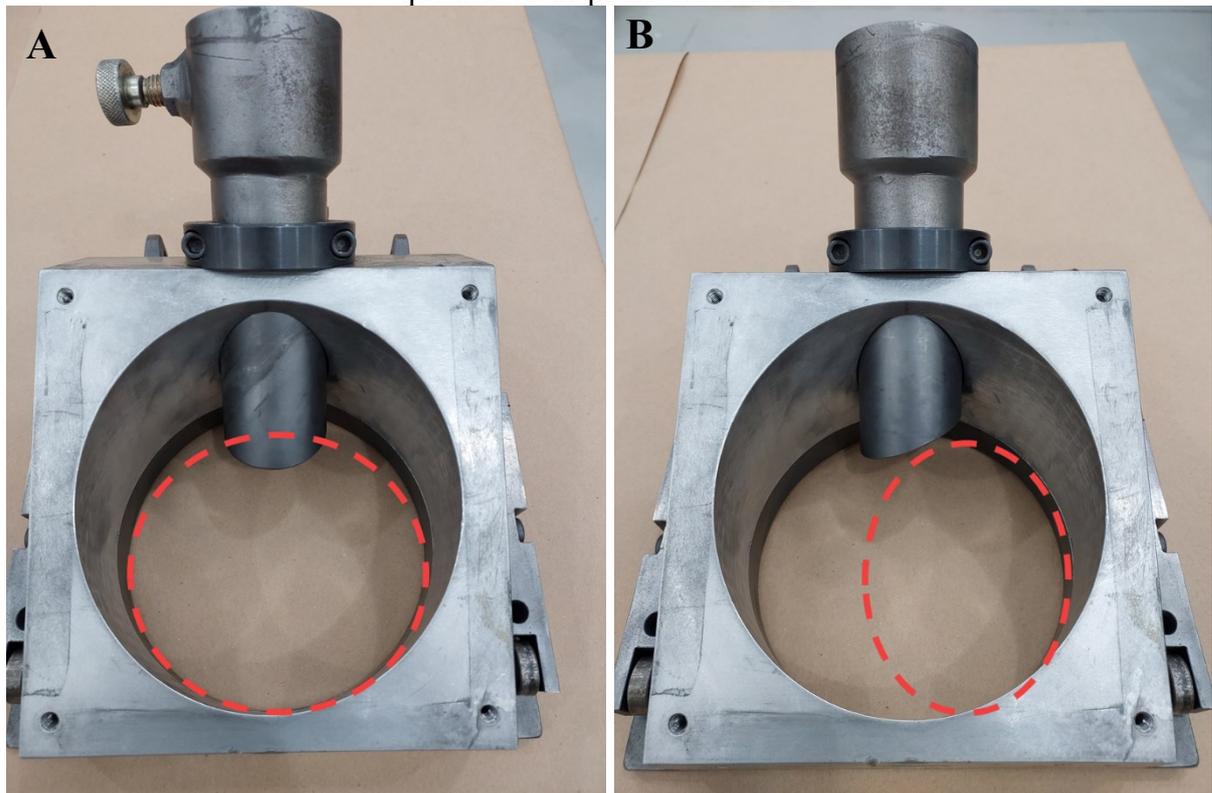
Fonte: autoria própria.

A sapata de alimentação de pó possui diversos parâmetros que devem ser configurados, sendo que em uma primeira etapa de ajuste o foco é a sincronia entre o avanço e retração da sapata com a subida e descida do punção evitando choques indesejados. Definida esta janela, os parâmetros de velocidade, ângulo do eixo de avanço e retração e o número e amplitude de vibrações são importantes para o preenchimento da cavidade da matriz com o pó. Durante a configuração inicial, os parâmetros escolhidos pareciam adequados visualmente, porém com a produção em série e as características de escoamento do pó, ocorreu uma elevada variação de preenchimento, conforme visto na massa e alturas da biela, portanto as condições usadas não foram adequadas para a fabricação de peças dentro das tolerâncias dimensionais.

Outro parâmetro que influencia no enchimento da matriz é a posição dos componentes da sapata. O modelo de prensa da Cincinnati utilizado neste estudo possui uma sapata conforme a Figura 13, onde o tubo de alimentação de pó para dentro da sapata tem um corte em 45° ,

permitindo posicioná-lo de forma a aumentar a quantidade de pó em um lado da sapata. Isso foi importante para a compactação da biela, pois o enchimento do olhal menor é mais crítico, devido à relação entre o diâmetro da matriz e do macho restringindo o enchimento da cavidade. Dessa maneira o tubo foi posicionado de forma a aumentar a quantidade de pó no lado da cavidade do olhal menor.

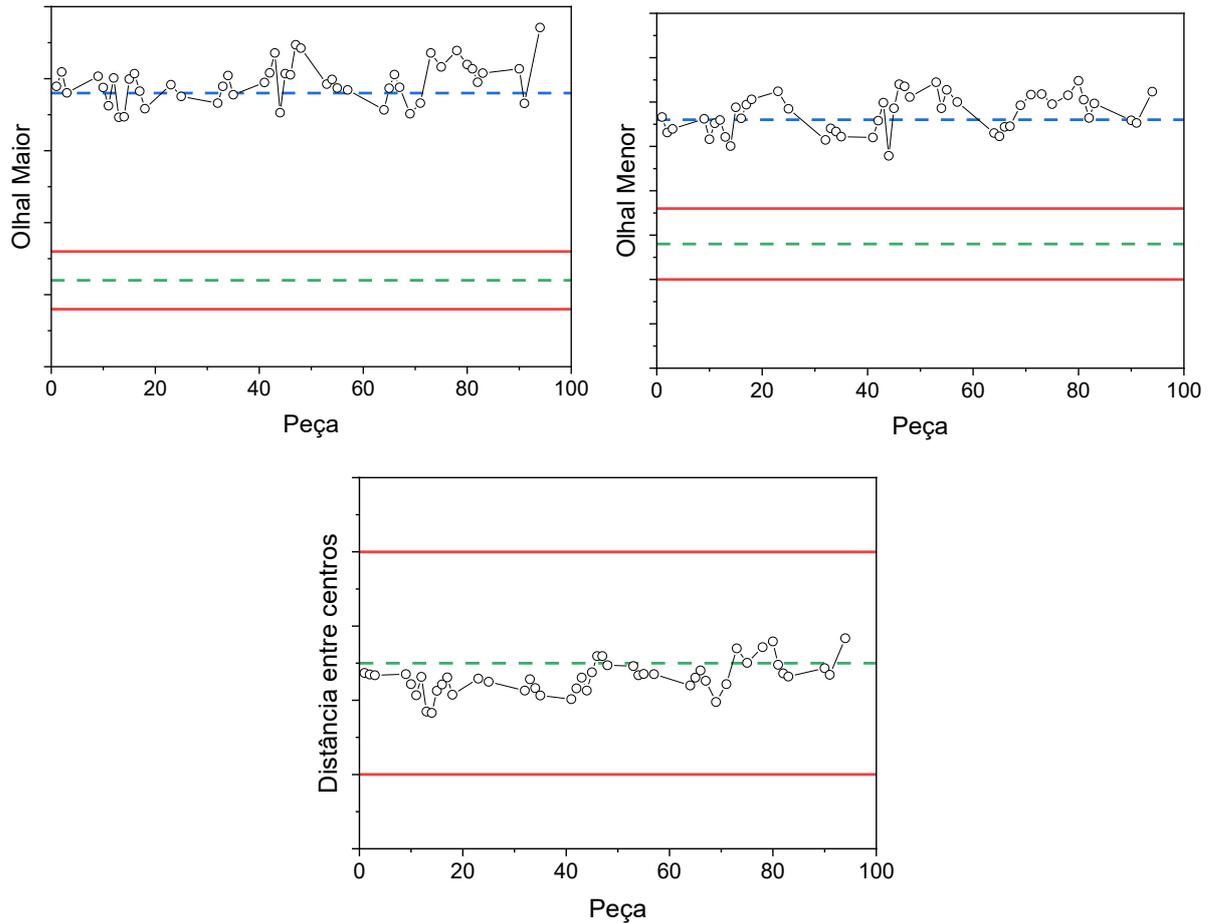
Figura 13 - Posição do tubo de entrada de pós da sapata de alimentação. A - Tubo posicionado para distribuição homogênea na sapata. B - Tubo posicionado para concentrar uma maior quantidade de pó no olhal menor.



Fonte: autoria própria.

Como o objetivo desse primeiro teste era verificar as cotas mais críticas, diâmetros internos e distância entre centros, as amostras que estavam dentro da tolerância de altura, foram sinterizadas em forno tubular a 1120°C durante 60 min, com um patamar para extração do lubrificante de compactação em 550°C por 30 min. Os resultados do diâmetro dos olhais e dos machos e a distância entre centros das peças sinterizadas estão apresentados na Figura 14.

Figura 14 - Diâmetro interno dos olhais e distância entre centros do primeiro lote compactado e sinterizado em forno laboratorial. Linha azul – diâmetro médio do macho.



Fonte: autoria própria.

Os resultados dimensionais após a sinterização mostram que a distância entre centros está dentro do especificado em desenho. No entanto, os diâmetros internos dos olhais estão fora da especificação. A estimativa de variação dimensional realizada no anel não representou de forma adequada o comportamento da biela. Portanto, utilizando os resultados do Lote 1 foi realizado um reprojeto dos punções e dos machos para adequar os diâmetros as medidas especificadas. A Tabela 4 mostra as diferenças entre as cotas do ferramental e da biela adequação do dimensional.

Tabela 4 - Fator de correção do ferramental calculado a partir do comportamento dimensional da biela.

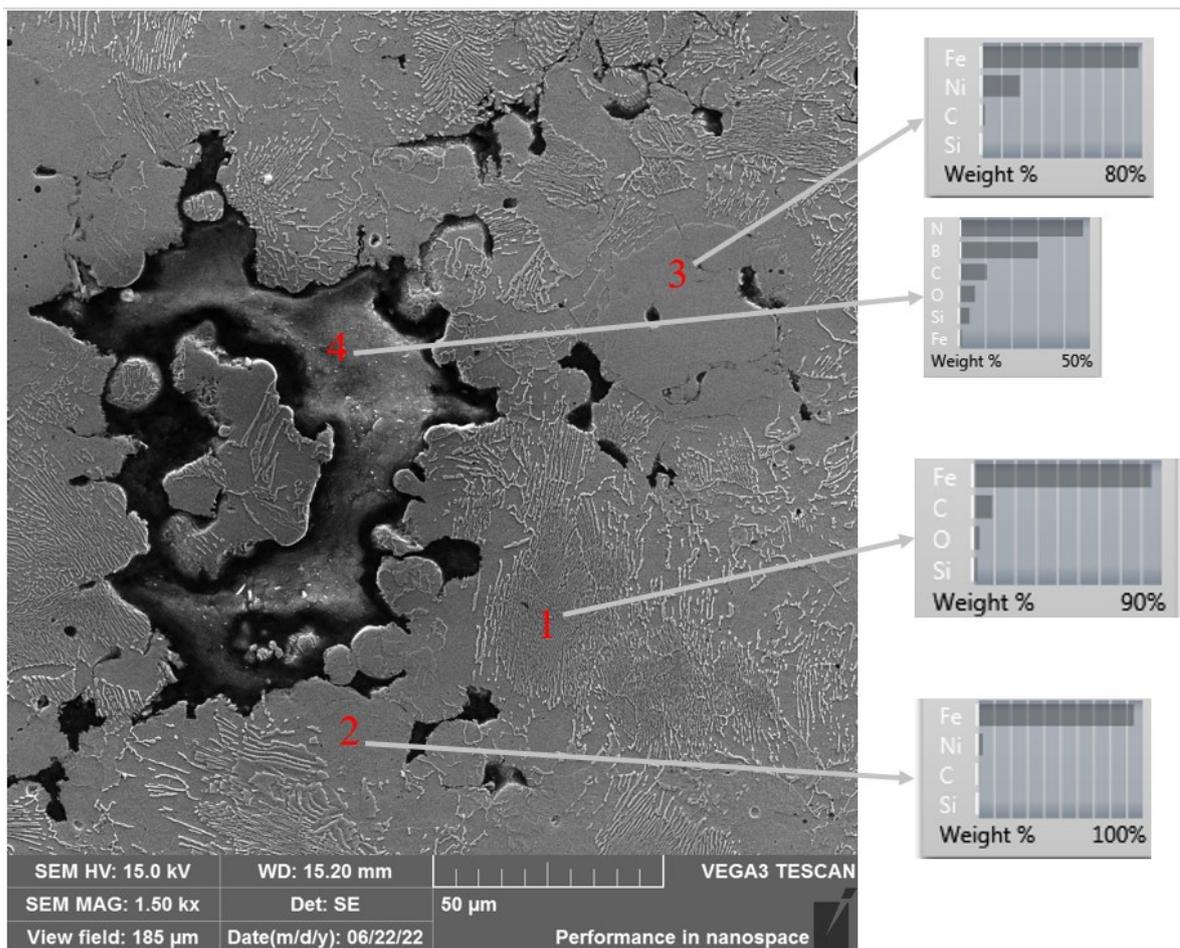
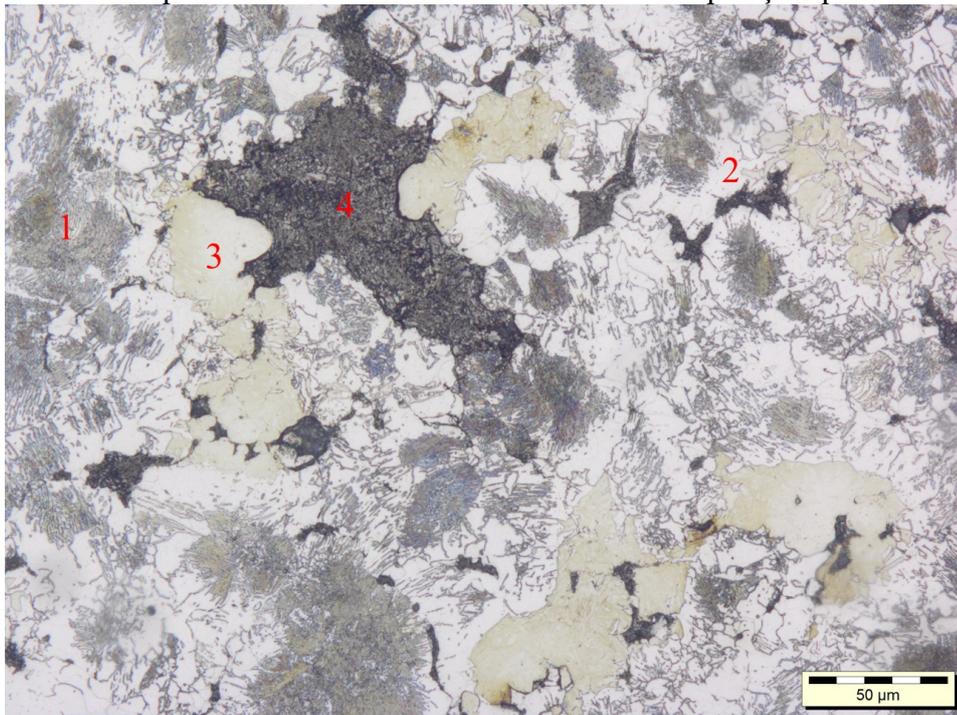
Cotas	Diferença entre a biela e o ferramental [μm]
Ø olhal maior	-4
Ø olhal menor	0

Fonte: autoria própria.

5.4.2. Caracterizações Lote 1

A microestrutura e superfície interna dos olhais foram analisadas nesse primeiro teste, comparando com as obtidas em estudos anteriores no LabMat. O compósito autolubrificante é composto por uma matriz metálica semelhante a um aço baixa liga com elevado teor de carbono e os lubrificantes sólidos, hBN e grafite dispersos no volume, juntamente com os poros. A Figura 15 mostra a microestrutura do material usado no trabalho em MO e MEV, juntamente com análise de composição química via EDS. É possível identificar três fases na matriz do compósito, a fase indicada pelo número 1 é perlítica e composta de ferro e carbono, principalmente, a fase 2 é ferrítica e composta por ferro, níquel, silício e carbono e a fase 3 são regiões ricas em níquel, com aproximadamente 20% em massa deste elemento. A fase 4 representa os lubrificante sólidos, nesta região da microestrutura é o hBN.

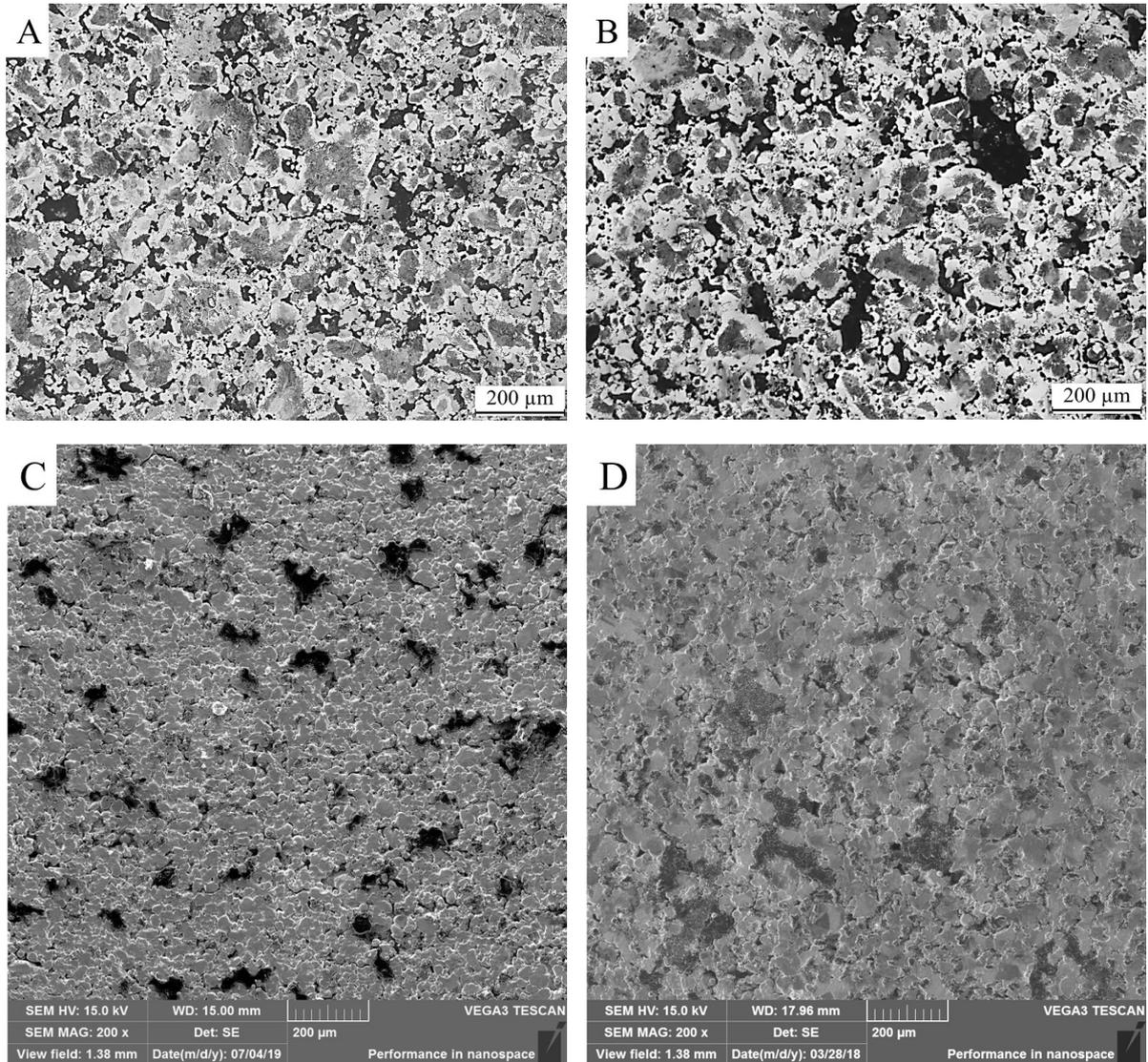
Figura 15 - Microestrutura do compósito autolubrificante utilizado no trabalho, analisadas em microscopia ótica e eletrônica de varredura e a composição química.



Fonte: autoria própria.

A Figura 16 mostra que tanto a superfície como a microestrutura estão bastante semelhantes, indicando não haver fenômenos indesejados como segregação, diferença de homogeneização, quantidade de estoques de lubrificantes e formação de fases não esperadas.

Figura 16 - Imagens A e C - microestrutura e superfície das bielas produzidas neste trabalho. Imagens B e D - microestrutura e superfície no MEV de amostras processadas com o mesmo composto autolubrificante, em escala laboratorial.



Fonte: autoria própria.

5.4.3. Conclusões parciais do Lote 1

A produção do primeiro lote permitiu conhecer o comportamento de variação dimensional do material em uma geometria complexa. Os fatores de correção utilizados não descreveram o comportamento da biela. As configurações utilizadas na sapata de alimentação geraram uma elevada variabilidade no enchimento impossibilitando atingir as tolerâncias

exigidas de altura e densidade. A microestrutura e superfície das peças sinterizadas mostram que o processamento em misturador e prensa industriais geram características bastante semelhantes às encontradas no processamento em equipamentos de laboratório. O primeiro processamento de um lote de biela no laboratório foi importante para alguns aprendizados:

- A montagem do ferramental na prensa e as configurações de posicionamento devem ser feitas com cuidado para evitar acidentes;
- Houve travamento dos machos, sendo necessário realizar uma limpeza após cada compactação;
- Os parâmetros iniciais configurados para a movimentação da sapata de alimentação não promoveram um enchimento constante da cavidade da matriz, comprometendo o controle do processo;
- O fator de correção utilizado não foi o adequado necessitando a fabricação de novos punções e machos para correção do dimensional;
- A microestrutura e superfície da biela são semelhantes às obtidas no desenvolvimento da liga;

5.5. Processamento do Lote 2 de bielas

As lições aprendidas no processamento do Lote 1 foram utilizadas para corrigir as falhas e buscar novas variações de configuração de compactação para produzir um lote com as tolerâncias dentro do especificado. A primeira medida foi a correção dos desenhos dos punções e machos para ajustar o dimensional com base nos valores medidos nas bielas do Lote 1. O travamento dos machos após a compactação foi tentado corrigir, deixando a base do macho facetada para facilitar a saída dos pós que entram na folga entre o punção e o macho.

Outros parâmetros importantes são as configurações de velocidade de avanço da sapata de alimentação e a velocidade do eixo da prensa, em função disso, foram definidos dois níveis de avanço da sapata (AV60 e AV100) e uma condição de velocidade de compactação (V15). A Tabela 5 mostra os parâmetros que podem ser configurados no programa da prensa, e os valores escolhidos no processamento do Lote 2.

Tabela 5 - Parâmetros utilizados na prensa para produção do Lote 2.

Parâmetros para a sapata de alimentação	Condições testadas		
	AV60	AV100	V15
Velocidade do eixo [rpm]	10	10	15
Ângulo de avanço [°]	300	300	300
Ângulo de retração [°]	35	35	35
Velocidade	8	8	8
Velocidade de avanço [%]	60	100	100
Velocidade de retração [%]	80	80	80
Velocidade de agitação [%]	80	80	80
Deslocamento [mm]	15	15	15
Número de agitações	6	6	6

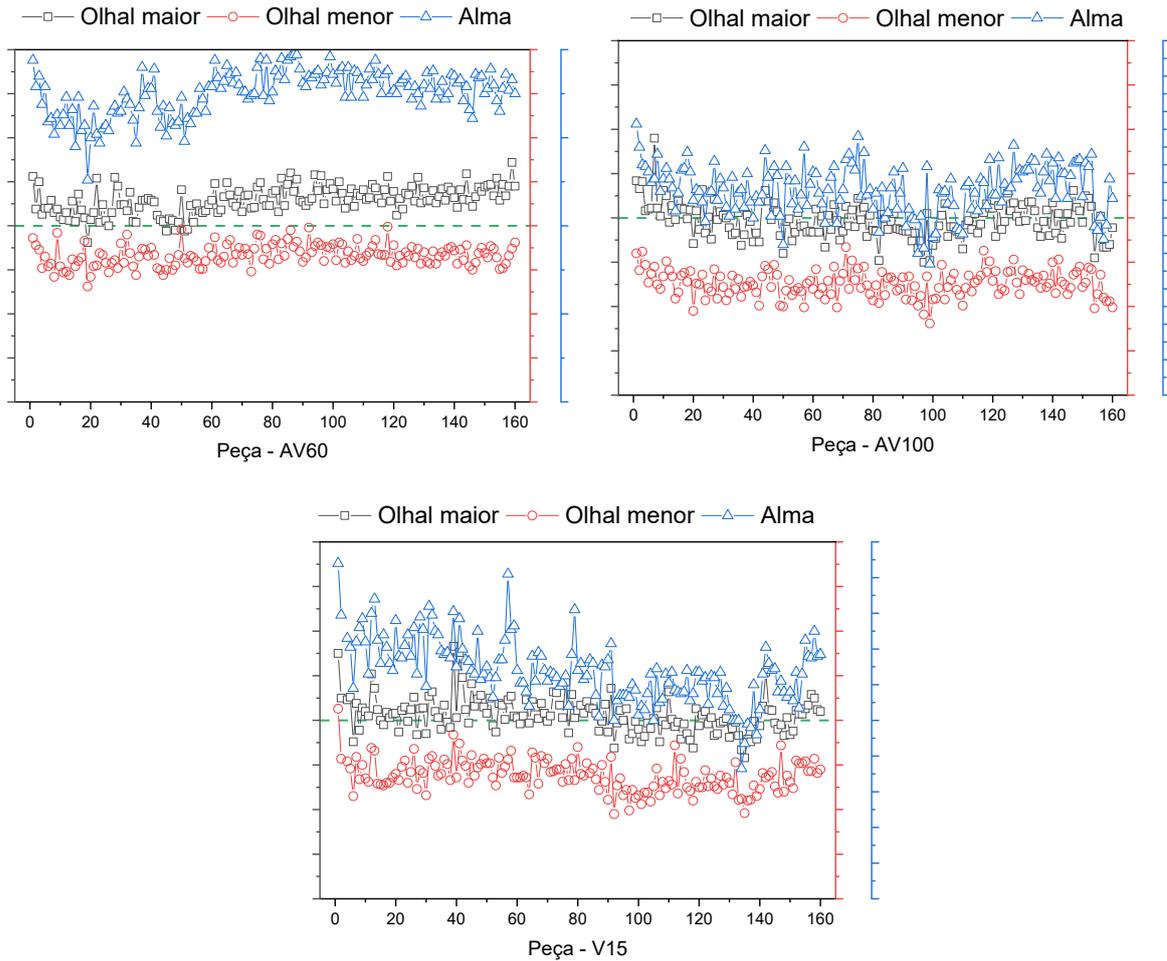
Fonte: autoria própria.

Utilizando a velocidade de compactação de 15 rpm, a velocidade de avanço da sapata de alimentação tem que ser 100%, caso contrário não teria tempo para o recuo antes de baixar o punção superior. Os demais parâmetros de configuração de compactação da prensa foram mantidos constantes, mas as alturas de enchimento foram corrigidas para se obter peças dentro do dimensional. Os parâmetros da sapata e posicionamento do macho configurados na produção desse lote proporcionam o enchimento derramado, ou seja os punções e o macho estão na posição de enchimento quando a sapata de alimentação avança para preencher com pó a cavidade do ferramental. Foram compactadas 160 bielas em cada condição e realizadas as caracterizações dimensionais e de microestrutura que estão apresentadas a seguir.

5.5.1. Compactação Lote 2

Neste lote, para as diferentes configurações de movimentação da sapata e velocidade de compactação, foi observada uma variabilidade significativamente menor do que a obtida no Lote 1. A Figura 17 mostra as alturas dos olhais e da alma das peças compactadas, sendo os valores inferiores e superiores dos eixos os limites de tolerância da cota, ficando, portanto, em todas as condições dentro da tolerância. As modificações realizadas nesse lote evitaram as falhas no preenchimento da matriz e as correções nos machos não foram suficientes para evitar o travamento, porém foi possível realizar a compactação fazendo a limpeza dos machos após a extração da biela.

Figura 17 - Alturas das peças do Lote 2 nas diferentes condições de compactação.



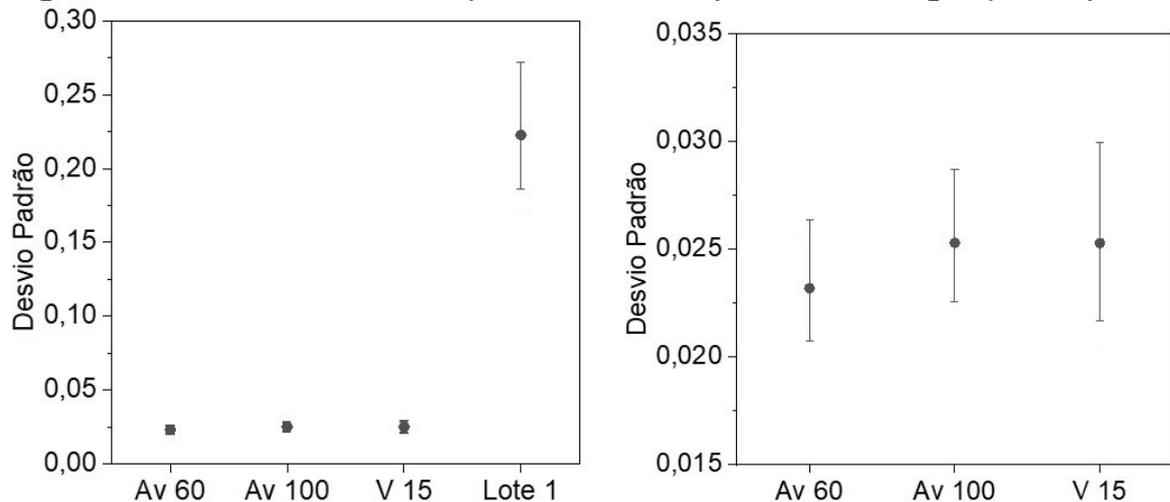
Fonte: autoria própria.

Todas as peças nas diferentes condições de compactação apresentam alturas dentro do especificado em desenho. Uma análise de capacidade de processo foi realizada para as diferentes condições de compactação, o C_p e o C_{pk} para o olhal maior foi de 4,19 e 3,57 para o avanço em 60 %, 3,39 e 3,34 para a condição AV100 e 3,34 e 3,23 para a velocidade de compactação de 15 rpm, mostrando que as configurações são capazes de produzir componentes dentro do especificado e com bastante confiabilidade. Para as alturas do olhal menor, os índices de capacidade também foram superiores a 1,67 para o C_p e 1,33 para o C_{pk} . Nas alturas da alma para a AV 60 o C_{pk} foi de 0,89, devido à configuração das posições de enchimento, porém o C_p foi de 4,00, mostrando que o processo é capaz, necessitando apenas de uma correção do valor central.

Os dados das massas das bielas compactadas em cada condição de compactação e o Lote 1 foram utilizados para realizar um teste Anova de diferenças entre desvios padrão com o objetivo de identificar a configuração que apresenta menor variabilidade na massa e

consequentemente nas alturas e densidades do componente. A Figura 18 mostra duas comparações dos desvios padrão obtidos, sendo na primeira as condições do Lote 2 comparadas com o Lote 1, onde é observada uma grande diferença entre os desvios padrões, indicando um melhor controle de processo no Lote 2. Na segunda comparação foram considerados somente os dados do lote 2, onde é possível notar que os desvios estão na mesma faixa, não havendo diferença significativa entre as condições estudadas.

Figura 18 - Teste Anova de diferença entre os desvios padrão das configurações da prensa.

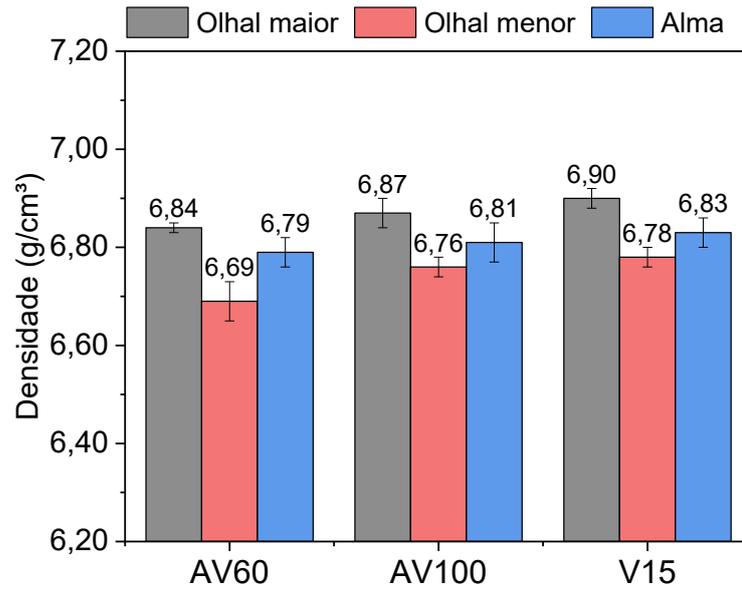


Fonte: autoria própria.

As condições configuradas na sapata de alimentação e na velocidade do eixo da prensa não apresentaram diferenças significativas no desvio padrão da massa, ou seja, com essas configurações não é possível identificar diferença significativas no enchimento da cavidade da matriz. Porém, as modificações realizadas nos parâmetros de enchimento resolveram os problemas de variabilidade de massa identificado na produção do Lote 1.

As densidades a verde das bielas produzidas nos três lotes estão apresentadas na Figura 19. É possível identificar uma menor densidade a verde no olhal menor, devido às dificuldades de enchimento da cavidade do ferramental, apesar da inclinação do tubo de entrada na sapata de alimentação. Outra característica que pode levar à diminuição da densidade no olhal menor é o fenômeno de expulsão do pó pela entrada do punção. Dentre as condições de compactação avaliadas não foi possível identificar diferenças significativas nas densidades das partes que compõem a biela.

Figura 19 - Densidade a verde das partes das bielas produzidas no Lote 2.

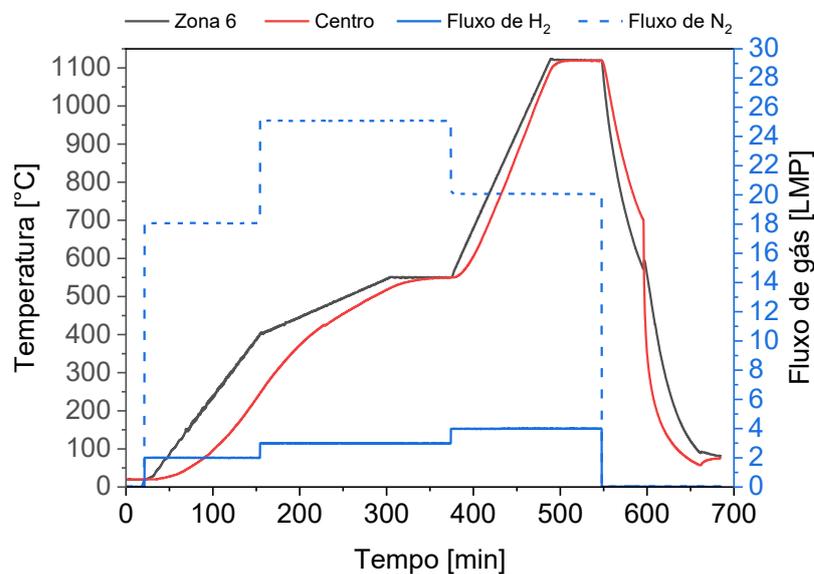


Fonte: autoria própria.

5.5.2. Sinterização do Lote 2

A sinterização das bielas foi realizada em um forno industrial de batelada, juntamente com uma carga de cilindros de modo a simular a massa de peças de um forno cheio. O ciclo térmico programado no forno está descrito no item 4.3 e o acompanhamento das temperaturas estão na Figura 20. Está mostrado apenas um dos termopares laterais e o termopar central, pois as temperaturas medidas nas laterais são bastante semelhantes entre si.

Figura 20 - Temperatura do forno e fluxo de gás durante o ciclo de sinterização.



Fonte: autoria própria.

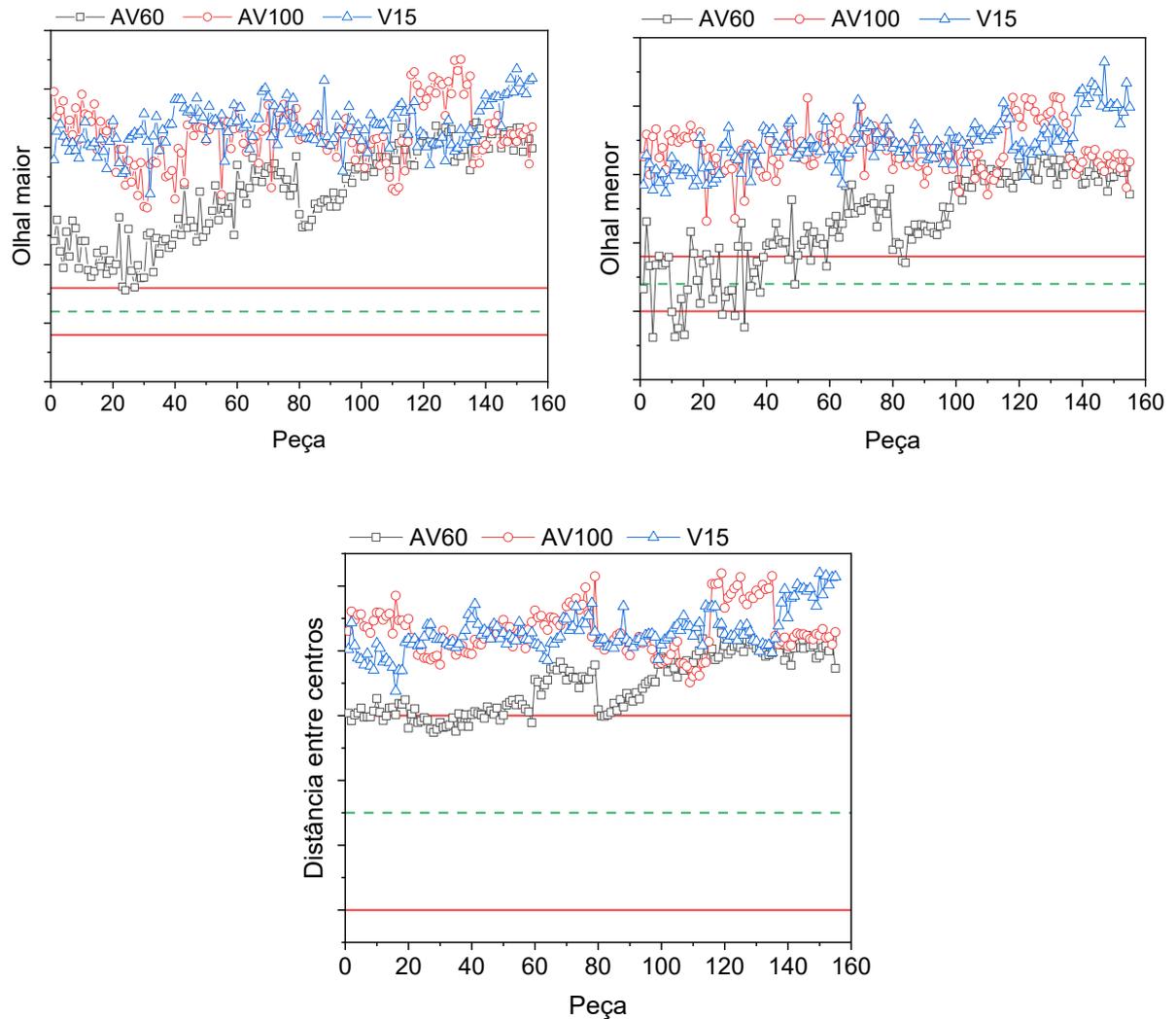
Devido à quantidade de peças e inércia térmica do forno, a temperatura central do forno fica abaixo das temperaturas laterais, algo que já é esperado e deve ser analisado no decorrer das análises dos componentes sinterizados. As maiores diferenças ocorreram no aquecimento, antes do patamar de extração do lubrificante de compactação, sendo que essa etapa do ciclo não é crítica para o comportamento dimensional e propriedades finais da biela. As taxas de resfriamento do forno, também foram diferentes entre o centro e as laterais, em média de 11,5°C/min até 600°C, para as laterais e 8,7°C/min até 700°C, no centro, nessas temperaturas o soprador foi ligado. Esses valores são maiores que os medidos nos fornos tubulares (5°C/min até 700°C) aonde foram sinterizadas as bielas do Lote 1 e as amostras processadas durante o desenvolvimento do material em escala laboratorial.

O dimensional das bielas sinterizadas nas três condições de compactação foram medidas na MMC e está apresentado na Figura 21. A bielas compactadas com o avanço da sapata em 60% (AV60), apresentaram alguns componentes dentro do dimensional, e nas demais condições os valores ficaram acima dos especificados no desenho. O teste anova realizado no olhal maior mostra que há diferença significativa entre as médias, sendo a condição de avanço em 60% a que possui a média mais próxima do valor nominal, 20 µm de diferença com um intervalo de confiança de 95% para a média entre 19 e 21 µm. O olhal menor apresenta um comportamento semelhante, sendo a diferença de 9 µm do AV60 com um intervalo de confiança entre 8 e 10 µm, a mais próxima do especificado para essa cota. O teste não identificou diferença entre AV100 e V15, sendo o avanço de 60% diferente das outras condições no caso do olhal menor. A distância entre centros tem uma média de 79 µm, para a condição AV60, com um intervalo de confiança entre 76 e 82 µm; sendo, essa condição diferente das outras pelo teste anova.

Uma análise da diferença entre os desvios padrão foi realizada utilizando o teste anova, e os resultados mostram que para cada cota principal há uma diferença entre pelo menos um dos desvios padrão em comparação com os demais, apesar do teste realizado nas massas não indicar diferenças significativas. As bielas compactadas com velocidade de compactação de 15 rpm apresentaram um menor desvio padrão no diâmetro do olhal maior. Para distância entre centros e o olhal menor não há diferença entre a V15 e AV 100, porém essas são menores que a condição de 60% de velocidade de avanço. Como as peças passaram por uma calibração, não foi realizado o estudo de capacidade de processo nas amostras sinterizadas.

As medidas das peças sinterizadas mostram que o comportamento dimensional durante a sinterização não foi o esperado, conforme havia sido identificado na produção do Lote 1.

Figura 21 - Diâmetro interno dos olhais e a distância entre centros das bielas sinterizadas no Lote 2.



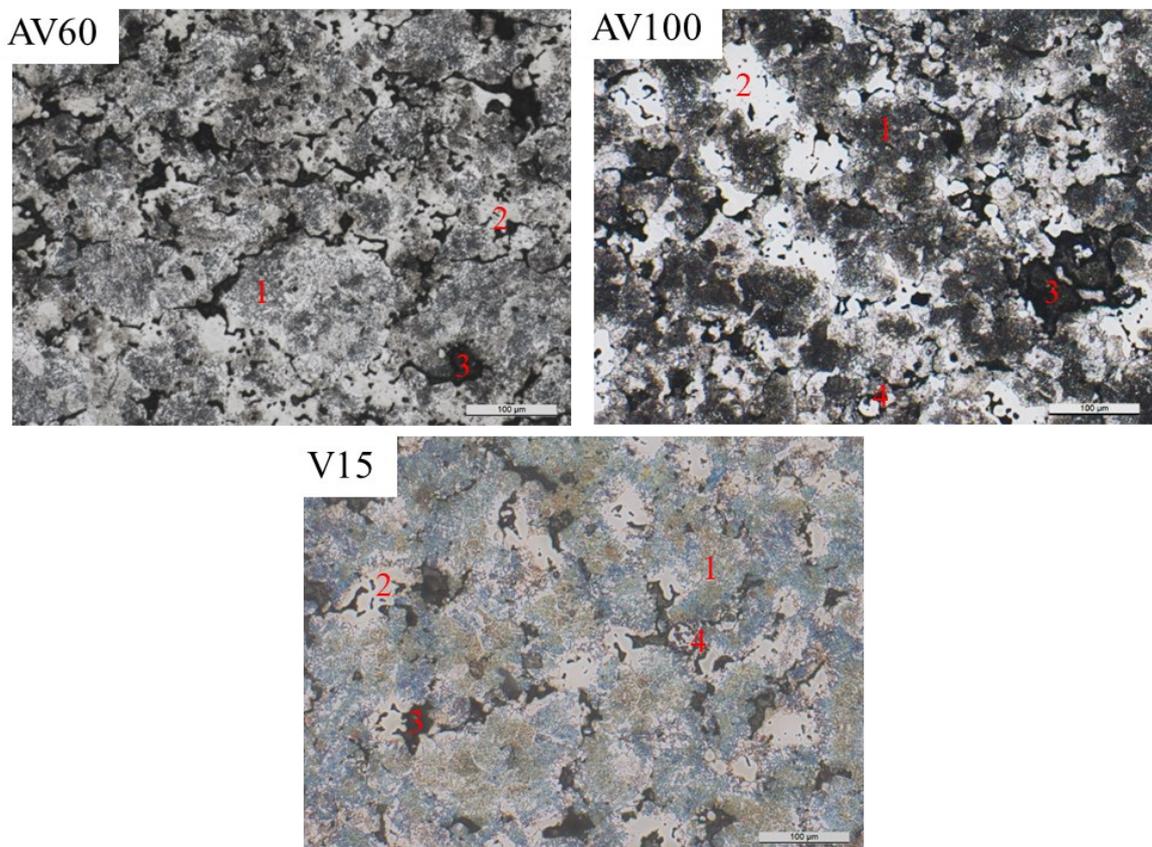
Fonte: autoria própria.

A distribuição do dimensional em função do número da peça, mostra que pode haver diferenças entre algumas posições das placas de molibdênio no forno de sinterização. Foi realizada uma análise de hipótese anova de diferenças entre as médias de cada placa, por exemplo valores de 1 a 20, 21 a 41 e assim por diante, para a distância entre centros nas três condições de compactação do Lote 2. Os resultados mostram que a condição com menor diferença entre as posições é com velocidade de compactação de 15 rpm. As condições com diferentes velocidades de avanço da sapata apresentam consideráveis diferenças entre as placas de alumina posicionadas de forma aleatória no forno. Não foi possível identificar qualquer anormalidade durante o ciclo de sinterização ou padrões específicos para essas variações.

A análise metalográfica, apresentada na Figura 22, mostra que as microestruturas obtidas das diferentes condições de compactação não apresentaram as características esperadas

para esse compósito. Não foi identificado de forma significativa o anel ferrítico em torno das partículas de ferro. Sendo, a microestrutura predominantemente composta de uma matriz perlítica (1), com ilhas ricas em níquel (2) e dispersos nessa matriz os estoques de lubrificantes sólidos e os poros (3). Outra fase encontrada foram as partículas de Fe45Si oxidadas (4), o que pode explicar o menor percentual de ferrita encontrado, pois há menos difusão do Si na matriz, que é um elemento estabilizador da fase α . Isto pode explicar o comportamento dimensional e a densidade após a sinterização. Devido à quantidade de peças no forno, os fluxos de nitrogênio e hidrogênio configurados não foram suficientes para atingir uma atmosfera homogênea e o ponto de orvalho, que evitasse a oxidação do silício, elemento utilizada nesta liga que possui a maior estabilidade de óxido. Não foram identificadas diferenças significativas na microestrutura entre as posições das placas de alumina no forno sinterização, como observado no dimensional.

Figura 22 - Microestrutura das biela produzidas no Lote 2.

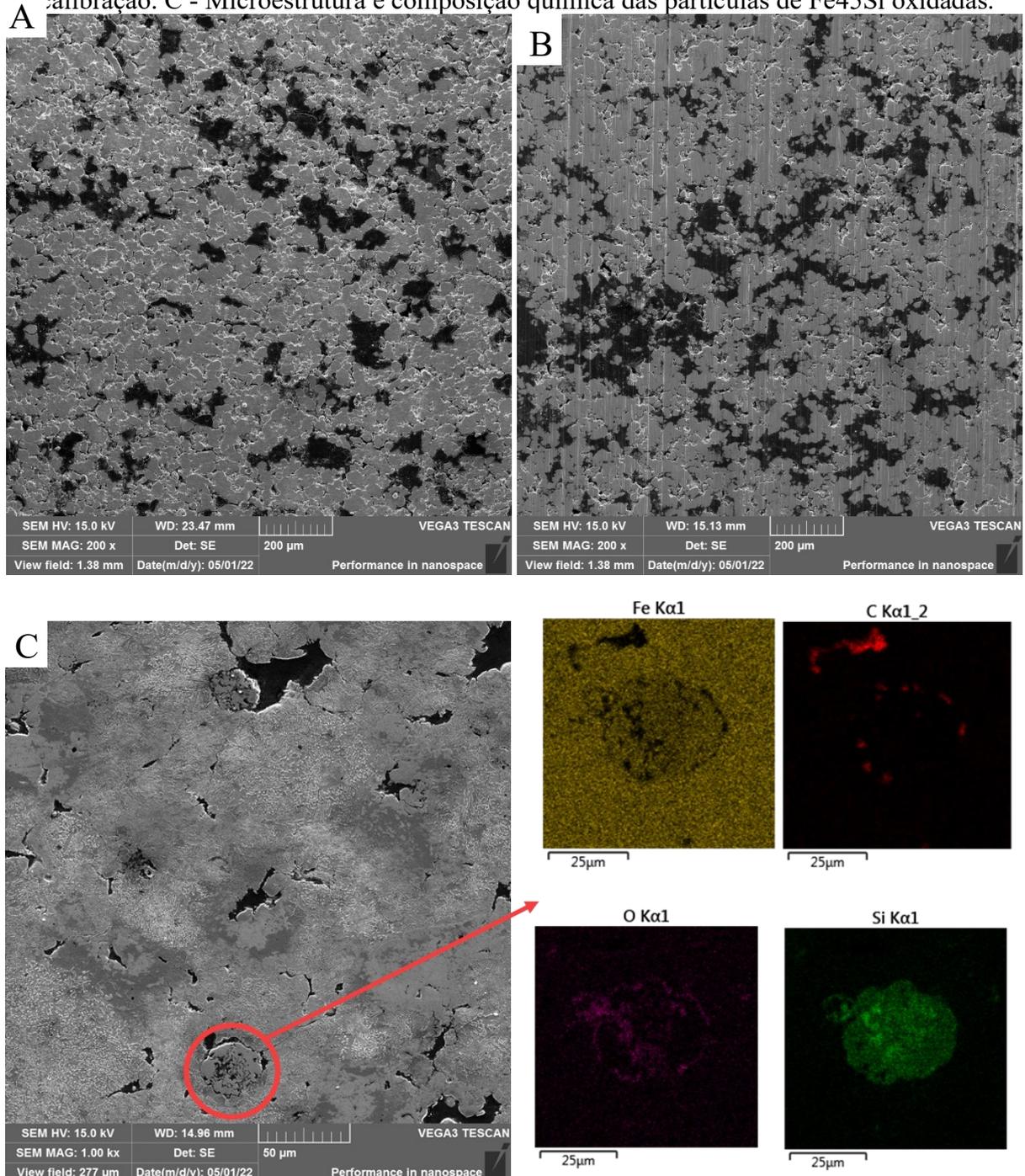


Fonte: autoria própria

A análise em microscópio eletrônico de varredura, apresentado na Figura 23, mostrou que a superfície interna do olhal maior possui as características esperadas e não foram identificadas diferenças significativas nas condições produzidas. Após a calibração a superfície

mantém os estoques de lubrificante aparentes na superfície, apesar da deformação plástica do processo de calibração. Assim como identificado nas imagens de microscopia ótica da Figura 22, há um número considerável de partículas de Fe₄Si oxidadas, comprometendo a formação da microestrutura planejada para esse compósito, inviabilizando a aplicação das peças produzidas neste lote.

Figura 23 - Análise em MEV das bielas produzidas no Lote 2, condição V 15. A - Superfície interna do olhal maior após sinterização. B - Superfície interna do olhal maior após calibração. C - Microestrutura e composição química das partículas de Fe₄Si oxidadas.



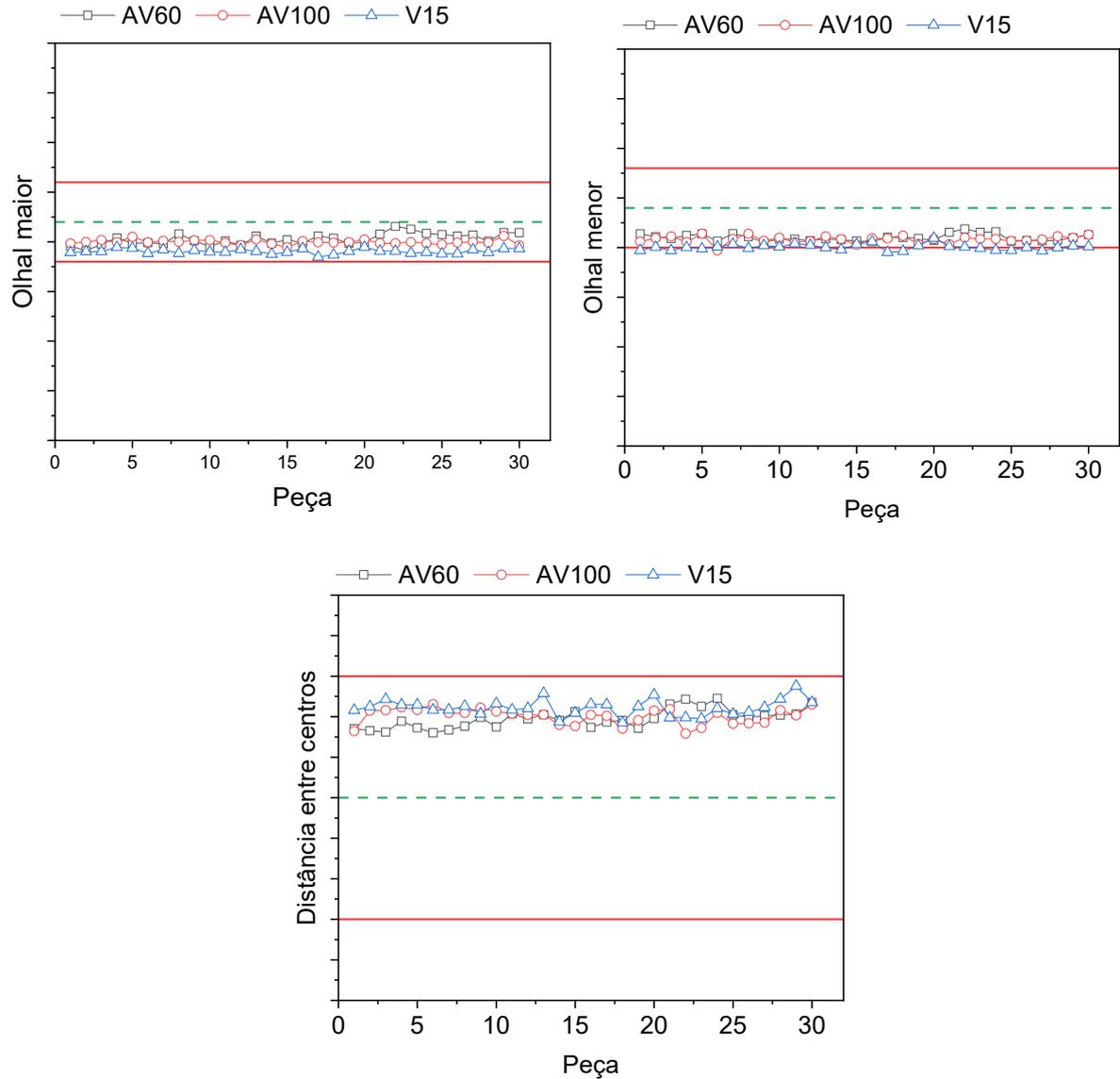
Fonte: autoria própria.

A dureza medida na condição AV 60 apresentou um valor de 116 ± 11 HB, a AV 100 129 ± 10 HB e 121 ± 9 HB para a velocidade do eixo de 15 rpm. Nota-se que não há diferença significativa de dureza entre as condições de compactação. A dureza esperada para o compósito autolubrificante era de 123 ± 5 HB, indicando que apesar de a microestrutura não corresponder ao esperado, a dureza ficou dentro do intervalo de confiança.

5.5.3. Calibração do Lote 2

Apesar de os níveis de calibração necessários para ajustar o dimensional apresentarem valores maiores do que os planejados inicialmente no projeto da matriz, o que poderia ocasionar desgaste prematuro do ferramental de calibração, uma amostragem de 30 bielas de cada condição de compactação foi escolhida de forma aleatória, para realizar a calibração após a sinterização. Esses níveis de calibração foram $22 \mu\text{m}$ para o olhal maior, $9 \mu\text{m}$ para o olhal menor e, aproximadamente $70 \mu\text{m}$ para a distância entre centros. O dimensional das bielas após a calibração está apresentado na Figura 24.

Figura 24 - Diâmetro interno dos olhais e a distância entre centros das bielas calibradas no Lote 2.



Fonte: autoria própria.

Os gráficos de controle de processo mostram que a calibração foi capaz de corrigir o dimensional para os valores especificados, sendo os do olhal maior mais próximos dos valores nominais. Outra mudança foi a variabilidade identificada após a sinterização, que diminuiu consideravelmente com a calibração para essa amostragem. Por exemplo, o desvio padrão encontrado após a sinterização foi de $0,025 \pm 0,03$ mm para o olhal maior com o avanço da sapata em 100%, e após a calibração desvio padrão dos diâmetros foi de $0,005 \pm 0,0005$ mm. Após a calibração não foram identificadas diferenças significativas entre as médias e os desvios padrão para as diferentes condições de compactação.

5.5.4. Conclusões parciais do Lote 2

- As condições de avanço da sapata de alimentação resolveram a variabilidade cíclica apresentada no Lote 1;
- Não foram identificadas diferenças significativas no desvio padrão das alturas das peças compactadas para as três condições de compactação;
- Foi identificada uma menor densidade no olhal menor, devido à dificuldade de enchimento da cavidade da matriz e expulsão do pó devido a entrada do punção;
- O dimensional após a sinterização não apresentou o comportamento medido no Lote 1, possivelmente, devido a carga cheia do forno, o fluxo de gás durante o ciclo foi insuficiente para evitar a oxidação do Fe45Si;
- A análise metalográfica mostra partículas de Fe45Si oxidadas e uma maior quantidade de perlita na matriz do compósito;
- A calibração foi suficiente para corrigir e diminuir a variabilidade do dimensional das cotas críticas.

5.6. Processamento do Lote 3 de bielas

Os parâmetros de processamento escolhidos na fabricação do Lote 2 não foram capazes de produzir bielas dentro do especificado em desenho, portanto foi necessária a produção de um terceiro lote utilizando alguns aprendizados obtidos nos lotes anteriores. O ferramental de compactação e calibração não foi corrigido, pois os problemas dimensionais identificados eram de característica microestrutural.

Para o processamento do Lote 3 foi escolhido um novo lote para os pós de Fe45Si e Fe, para minimizar a questão de possível oxidação na superfície das partículas, o que pode ter contribuído para o comportamento dimensional não esperado no Lote 2. Outra característica diferente foi a utilização de um recurso da prensa, chamado *Underfill*, em todas as condições de compactação para evitar a expulsão de pós, principalmente no olhal menor, durante a entrada do punção superior na matriz. Por fim, foi também modificada a movimentação do macho, responsável pelos dimensional dos olhais. Na compactação dos lotes 1 e 2 o macho estava na posição de enchimento, quando a sapata de alimentação avança para o enchimento da cavidade, neste lote, o macho permanece na posição de extração quando a sapata faz o avanço para preencher a cavidade do ferramental. Dessa forma, o macho não obstrui a passagem do pó; quando a sapata ainda está em cima da cavidade, o macho sobe para a posição de enchimento, empurrando o pó na sapata. que recua, nivelando o pó na altura da matriz.

As condições de processamento neste lote foram definidas por tipos diferentes de enchimento e movimento do macho. A Tabela 6 mostra as condições testadas nesse lote de bielas compactadas em compósito autolubrificante.

Tabela 6 - Tabela de parâmetros de compactação do Lote 3.

Condição	Tipo de enchimento	<i>Overfill</i>
DOD	Despejado	Desligado
SOD	Sucção	Desligado
SOL	Sucção	Ligado

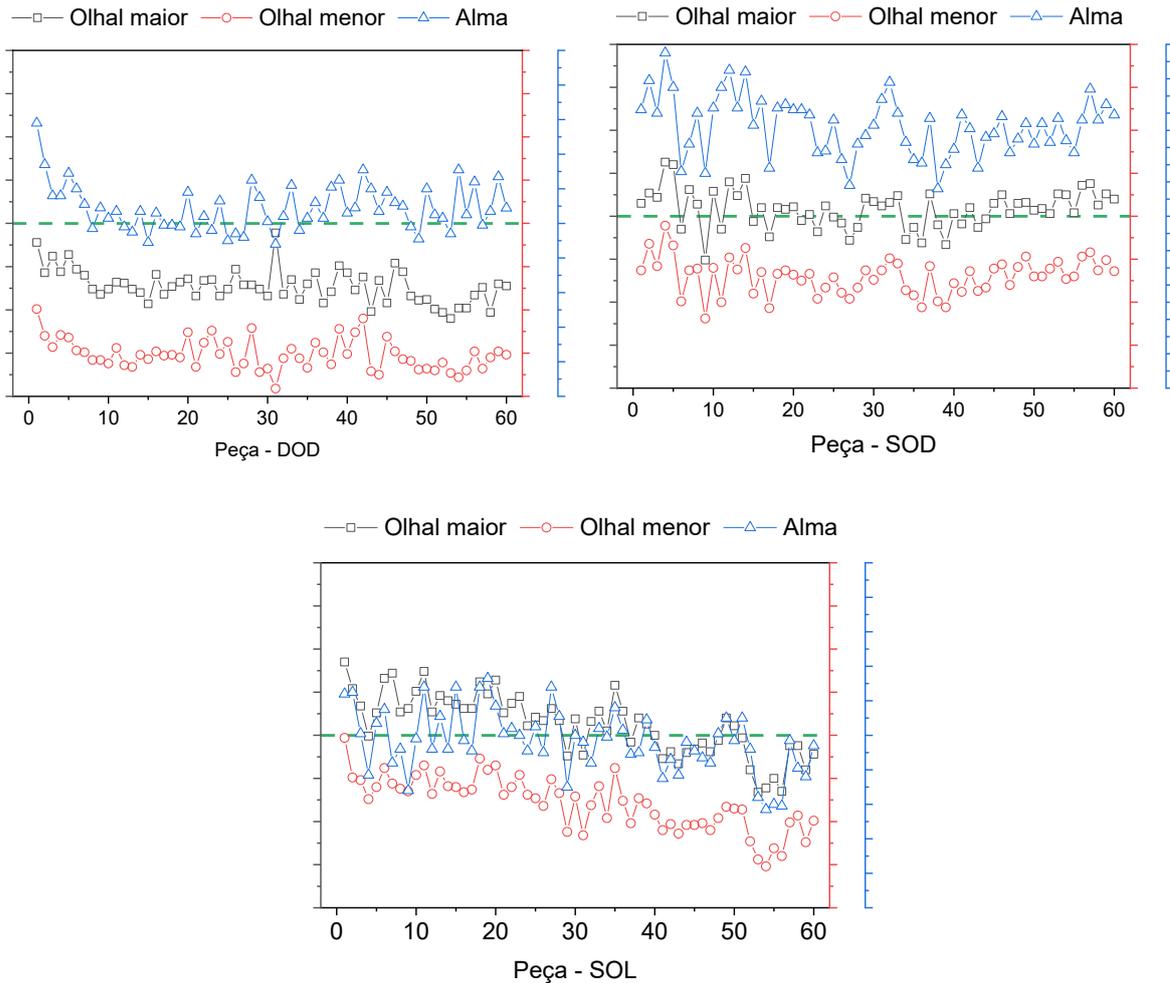
Fonte: autoria própria.

O tipo de enchimento e a função de *overfill*, conforme foi abordado na revisão bibliográfica, aumentam a densidade aparente da coluna de pó, teoricamente, contribuindo para a estabilidade do processo.

5.6.1. Compactação do Lote 3

Neste lote foram compactadas 160 bielas de cada condição e foram escolhidas de maneira aleatória 60 bielas para serem medidas as alturas de cada parte que compõe a peça. A compactação das bielas com a configuração SOL apresentou diversos problemas de movimentação do *die set* e do punção superior, este ficando preso no macho após o recurso de trava ser suspenso. No entanto, foi possível realizar a compactação dos componentes e as alturas estão apresentadas na Figura 25.

Figura 25 - Alturas das peças do Lote 3 nas diferentes condições de compactação.



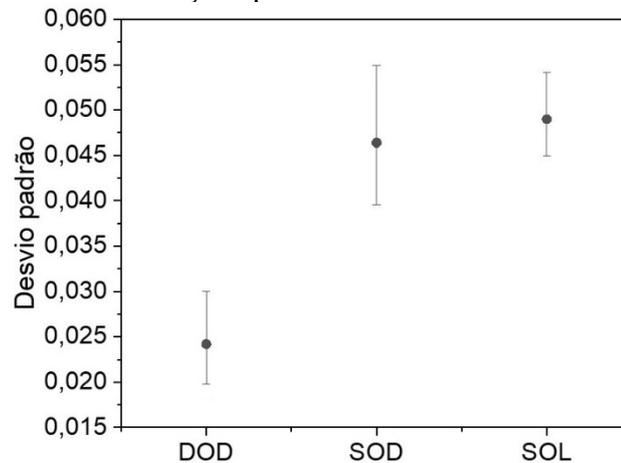
Fonte: autoria própria.

As condições de compactação possibilitaram um ajuste do enchimento para atingir as cotas de desenho. Como esses recursos aumentam a densidade aparente do pó de maneira diferente, em cada uma delas foi necessário um ajuste da posição de enchimento para garantir as alturas e densidades especificadas. Uma análise de capacidade do processo indica que o C_p e C_{pk} da altura do olhal maior e da alma para todas as condições de compactação apresentam valores dentro do limite de capacidade. Para a altura do olhal menor o C_{pk} foi de 0,90, na condição DOD, indicando que as configurações do processo não estão centralizadas com o especificado, porém o C_p foi 3,74 mostrando que o processo é capaz, necessitando apenas de um ajuste na altura de enchimento.

O teste de diferença entre os desvios padrão das condições de compactação foi realizado medindo a massa de todas as bielas do Lote 3. A Figura 26 mostra os desvios padrão e o intervalo de confiança de 95%. Os intervalos que não se sobrepõem são diferentes entre si, ou

seja, a condição com enchimento da cavidade com despejo apresentou um menor desvio padrão em relação às outras condições, onde não há diferença entre os desvios.

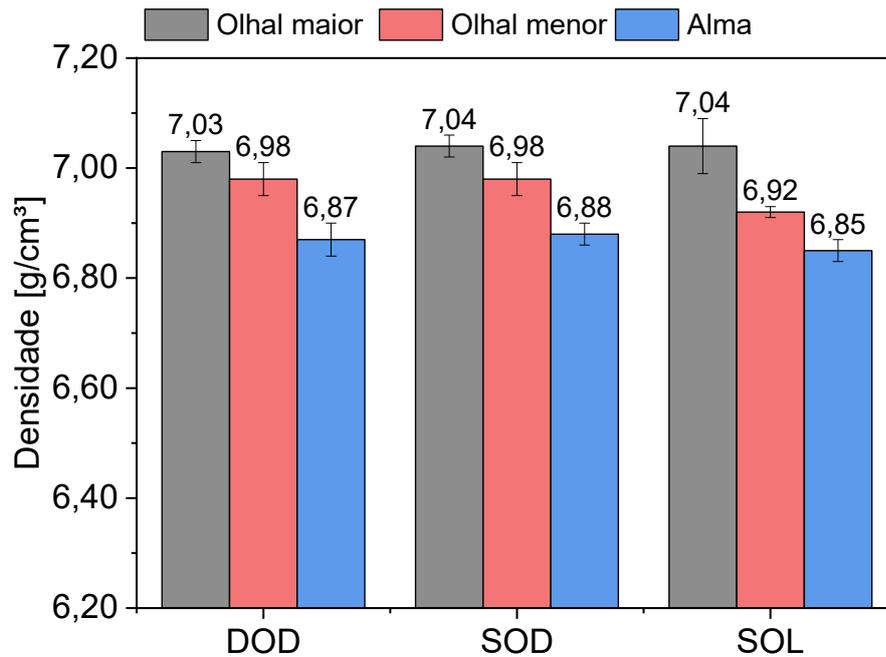
Figura 26 - Intervalo de confiança de 95% dos desvios padrão das massas nas diferentes condições produzidas no Lote 3.



Fonte: autoria própria.

Esse comportamento de aumento do desvio padrão com a utilização dos recursos da prensa que deveriam diminuir a variabilidade pode ser explicado pelas pequenas variações de posicionamento causadas pela movimentação das placas da prensa. Adicionalmente a isso, a massa do componente, aproximadamente 10 g, é fortemente sensível a pequenas variações de enchimento. As condições que exigem maior movimentação da placa superior, onde é fixada a matriz, como neste caso as condições SOD e SOL, geram maiores variações de enchimento e consequentemente de massa. No entanto, as densidades a verde de cada parte das bielas, não apresentam diferenças significativas entre as condições de compactação, conforme mostrada na Figura 27. Outra característica dos resultados de densidade é que a utilização do *underfill*, modificou a distribuição de densidade entre as partes da biela; o olhal menor apresenta uma densidade maior que a alma, devido à diminuição da expulsão de pó na entrada do punção e uma transferência de pó da coluna da alma para os olhais.

Figura 27 – Densidade a verde das partes que compõem a biela para o Lote 3.



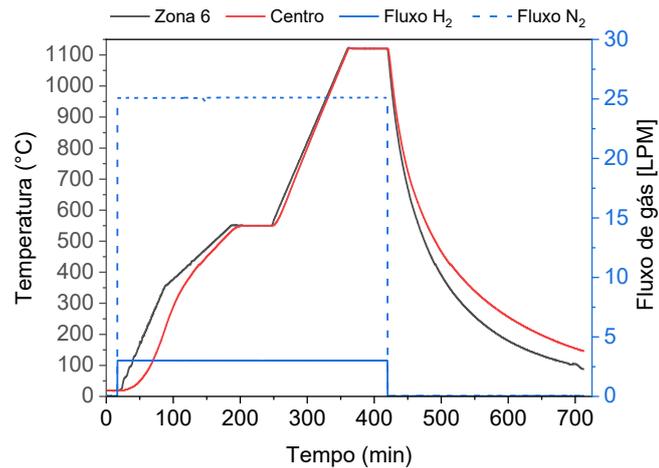
Fonte: autoria própria.

5.6.2. Sinterização do Lote 3

A sinterização das bielas do Lote 3 foi realizada em forno industrial, porém, diferente do ciclo feito no Lote 2, não havia cilindros para carga. Foram colocadas oito placas de molibdênio com 20 bielas cada uma e definidas as posições, novamente de maneira aleatória seguindo a numeração mostrada na Figura 7.

Os parâmetros de temperatura, taxas de aquecimento, fluxo de gás e pressão foram mantidos iguais. O soprador térmico não foi utilizado nesse ciclo, pois foi identificado um vazamento na passagem rotativa, termo em inglês *rotary feedthrough*, do exaustor que compõe o sistema, portanto esse sistema foi isolado não apresentando risco de vazamento. A principal função do soprador é diminuir o tempo de resfriamento e isso é bastante crítico quando o forno está com a carga máxima; porém, com a massa de componentes colocada neste lote, não houve diferenças significativas no resfriamento. A Figura 28 mostra o ciclo térmico de sinterização do Lote 3.

Figura 28 - Temperatura e fluxo de gás durante a sinterização das bielas produzidas no Lote 3.

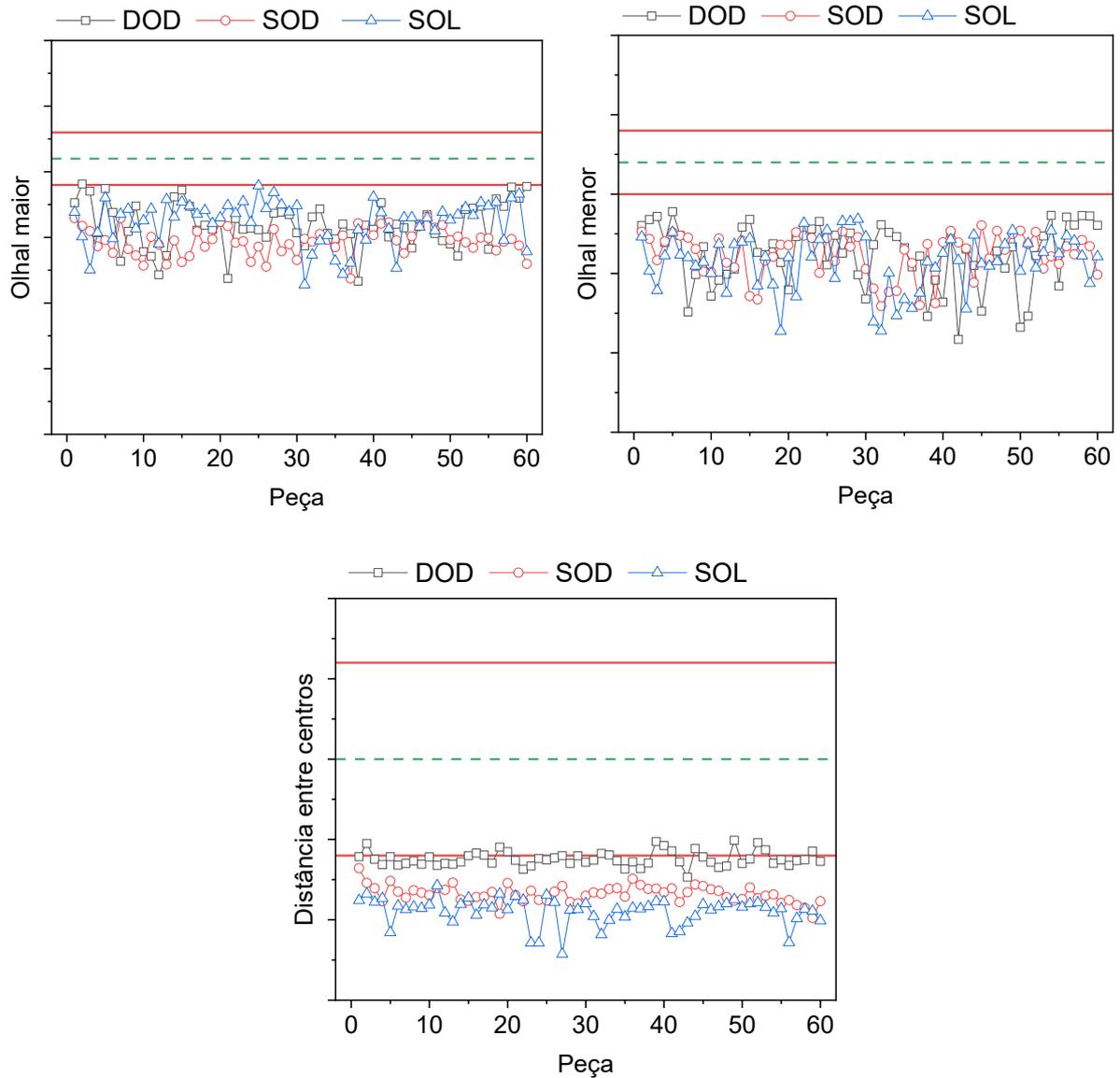


Fonte: autoria própria.

As temperaturas, nas zonas laterais do ciclo térmico do Lote 3 tiveram o mesmo comportamento da zona 6, portanto não estão mostradas no gráfico. Devido à pouca quantidade de peças em relação ao tamanho do forno, a diferença de temperatura medida pelo termopar do centro e das laterais foi menor que o identificado na produção do Lote 2 até o patamar de extração do lubrificante, após 550°C e durante o patamar de sinterização essa diferença pode ser desprezada. Apesar do soprador não estar disponível neste ciclo, o resfriamento foi similar ao ciclo anterior, levando mais tempo após os 200°C para atingir a temperatura de desligamento.

O dimensional das peças sinterizadas foi medido em 60 bielas escolhidas de maneira aleatória entre as 160 sinterizadas em cada condição de compactação. A Figura 29 mostra que as principais cotas medidas ficaram fora do especificado em desenho. Diferentemente do observado no Lote 2, os valores são menores que os nominais, indicando que a retração na sinterização foi maior que o medido nas bielas do Lote 1. O controle de atmosfera, conexões de vácuo e estanqueidade do forno industrial é bastante superior ao utilizado no forno tubular do laboratório. Portanto, com o forno carregado apenas com uma fração da sua capacidade e o fluxo de gás utilizado neste lote foram capazes de causar um aumento na retração durante a sinterização. Não foram observadas variações entre as posições no forno, conforme o Lote anterior, indicando que para o forno com carregamento menor a atmosfera de sinterização é homogênea para esses valores de fluxo de gás utilizados.

Figura 29 - Dimensional das bielas do Lote 3 após a sinterização em forno industrial.

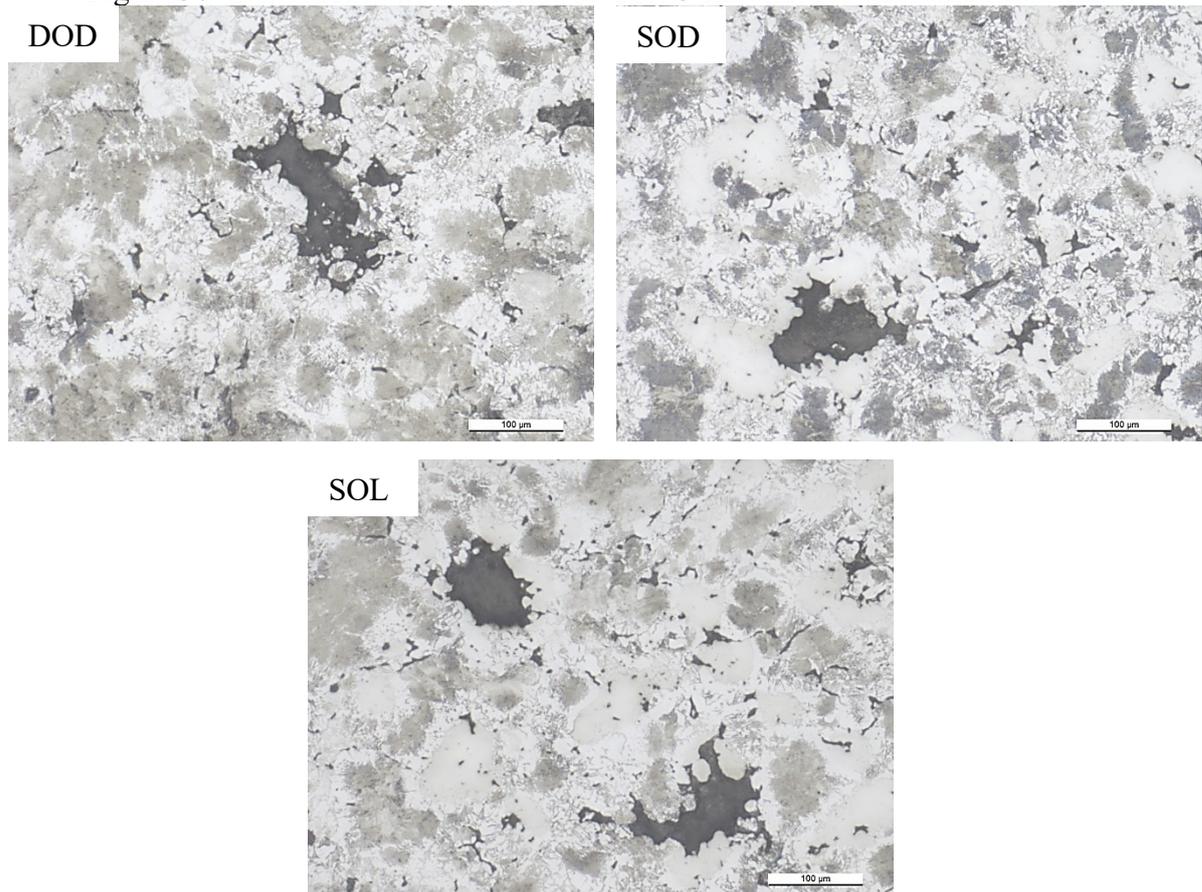


Fonte: autoria própria.

Uma análise de diferença entre os desvios padrão das bielas medidas mostra que a condição que apresenta uma menor variabilidade após a sinterização é a condição com o enchimento por sucção e o recurso de *overflow* desligado, SOD, para os diâmetros dos olhais. Na distância entre centros não foi identificada diferença relevante entre as condições DOD e SOD, sendo essas, menores que a configuração com o *overflow* ligado. Esse comportamento de variabilidade se difere do encontrado nas comparações de variabilidade da massa da biela após compactação, possivelmente a distribuição de densidade no componente é mais homogênea nas condições em que o desvio padrão das peças sinterizadas é menor.

A microestrutura das diferentes condições de processamento está apresentada na Figura 30. Não foi possível identificar diferenças significativas entre as condições de compactação.

Figura 30 - Microestrutura das bielas do Lote 3 sinterizadas em forno industrial.



Fonte: autoria própria.

As características microestruturais encontradas nesse lote foram similares às apresentadas na **Erro! Fonte de referência não encontrada.**, com a fase ferrítica no contorno e perlita no interior das partículas de ferro, regiões ricas em níquel e estoques de lubrificante dispersos na matriz. Não foram observadas partículas de Fe₄Si oxidadas.

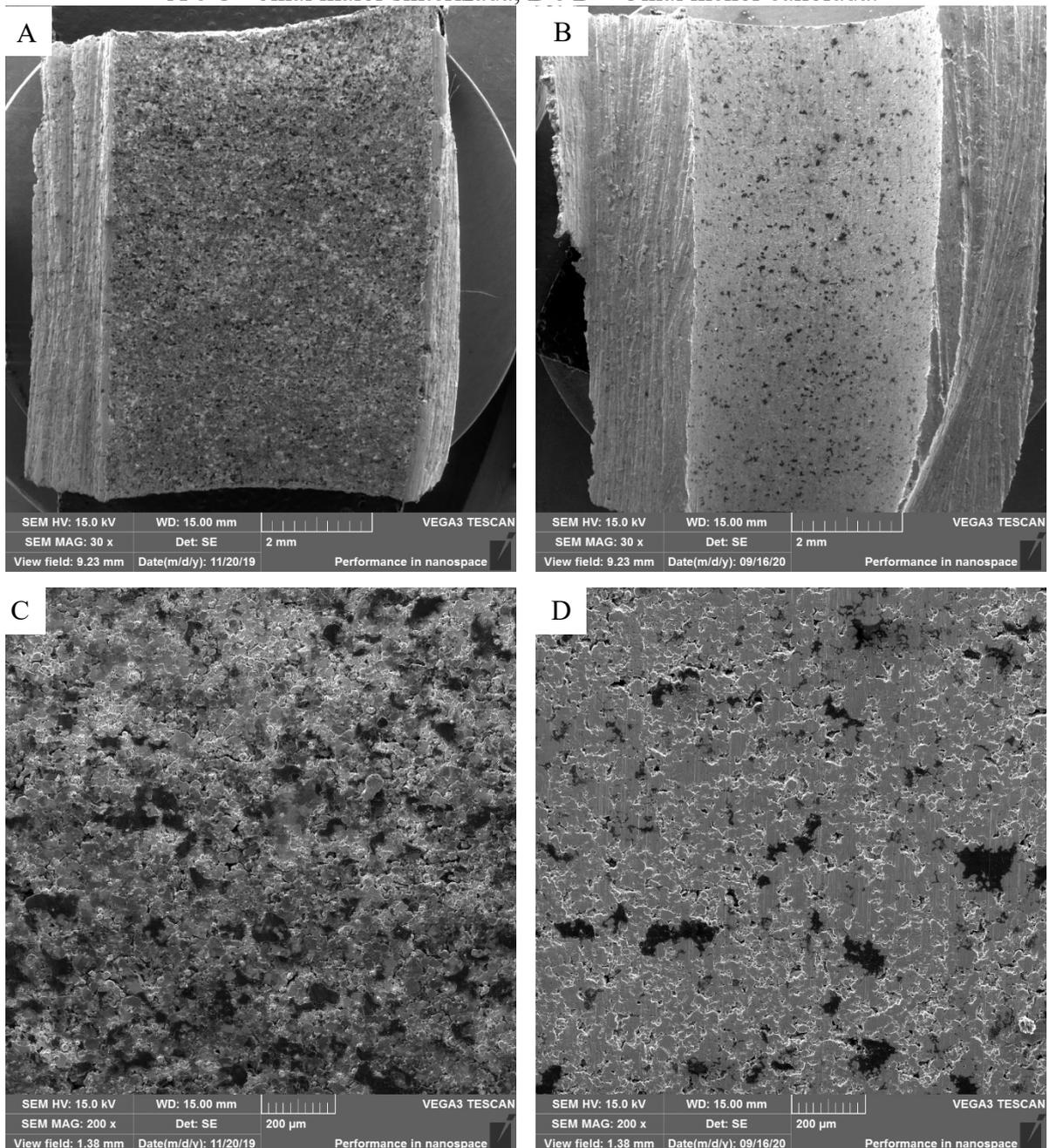
A análise em microscópio eletrônico de varredura da superfície interna dos olhais das bielas foi realizada com o objetivo de identificar variações na distribuição dos estoques de lubrificante sólido e a influência da calibração na disponibilidade dos mesmos na superfície. As condições de processamento não apresentaram diferenças significativas entre si, portanto a Figura 31 mostra as imagens típicas obtidas em dois aumentos diferentes, após a sinterização e após calibração em 10 toneladas.

A Figura 31 – A mostra o olhal maior após a sinterização, onde foi possível identificar a homogeneidade da distribuição dos estoques de lubrificante. Assim como identificado na produção do Lote 1, a mistura em equipamento industriais e a compactação em prensas semiautomáticas não geram segregação evidente na superfície interna do componente. A

deformação plástica induzida na calibração não fecha os estoques de lubrificante, conforme mostrada na Figura 31 - B, do olhal menor.

Nas imagens com maior ampliação (Figura 31 – C e D) foi possível identificar mais claramente a disponibilidade de estoques de lubrificante sólido tanto na peça sinterizada como na calibrada. Além disso, a superfície da matriz do composto, no caso da calibrada, representa estar mais plana em comparação com a sinterizada e é possível identificar os riscos gerados pelo atrito com o macho durante a calibração do componente.

Figura 31 - Análise em microscópio eletrônico de varredura da superfície interna dos olhais:
A e C - olhal maior sinterizada, B e D – Olhal menor calibrada.



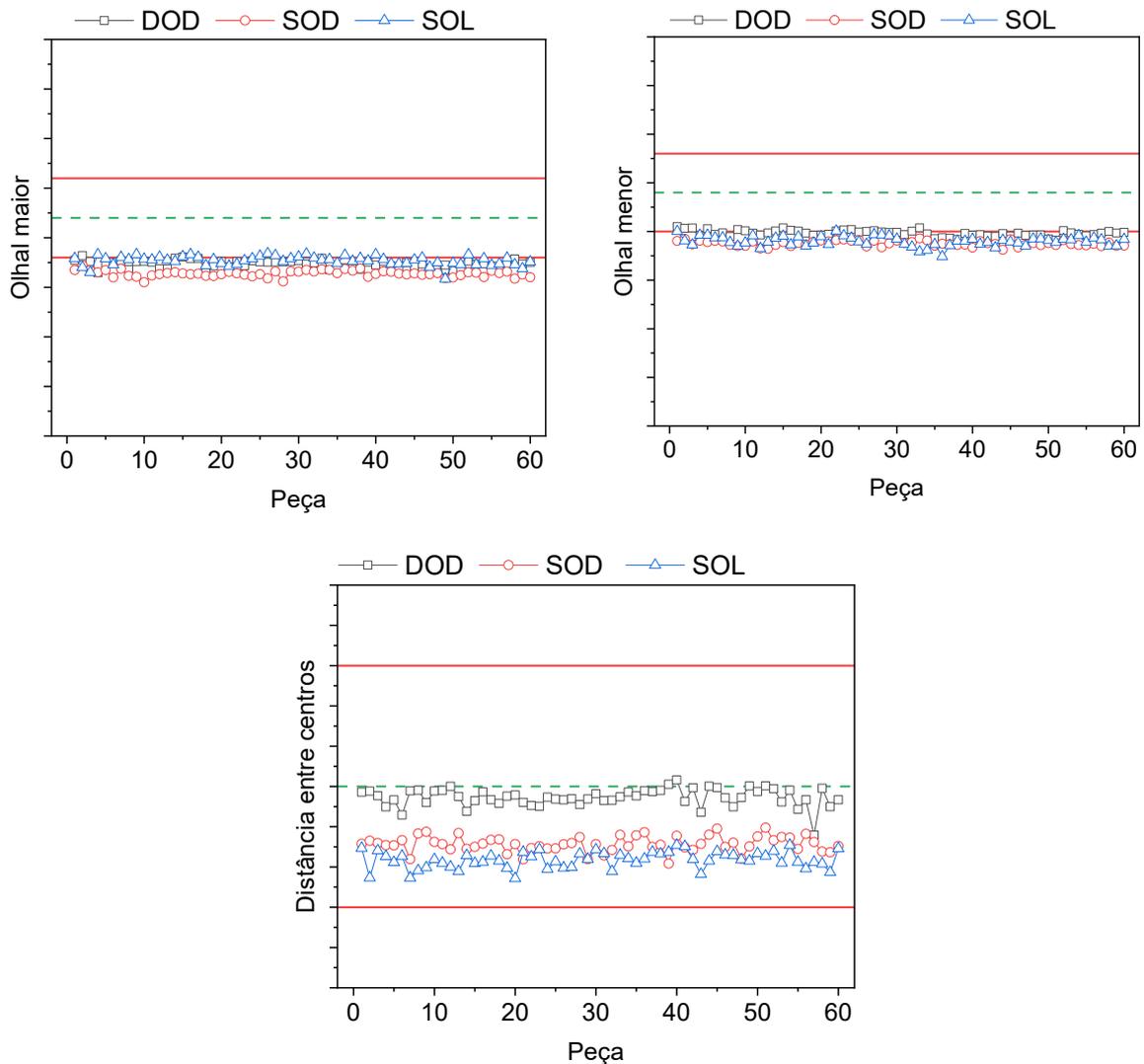
Fonte: autoria própria.

As médias da dureza Brinell e seu intervalo de confiança de 95%, medida nas biela foi de 117 ± 6 HB para a condição DOD, para a configuração de enchimento por sucção e *overfill* desligado foi 111 ± 3 HB e 109 ± 3 HB para SOL. Os valores indicam que não há diferença significativa entre os parâmetros de compactação estudados e os valores são semelhantes à referência do desenvolvimento da liga.

5.6.3. Calibração do Lote 3

O Lote 3 apresentou uma retração durante a sinterização maior que o esperado, portanto a taxa de calibração média necessária para se atingir o dimensional especificado precisava ser de $10 \mu\text{m}$ para o olhal menor e $12 \mu\text{m}$ para o olhal maior, aproximadamente. Já a distância entre centros necessita de até $95 \mu\text{m}$ para a condição SOL. Devido à elevada taxa de deformação que precisaria ser imposta à biela, foi escolhida uma pressão de calibração de 10 toneladas, ou seja, 510 MPa. O dimensional medido das bielas após a calibração está apresentado na Figura 32. Foi possível identificar que a calibração não foi suficiente para corrigir as diferenças dimensionais encontradas. Apenas a distância entre centros atingiu valores dentro do especificado, com a condição DOD, bastante próximo do valor nominal. Os diâmetros dos olhais ficaram no limite inferior da tolerância para todas as configurações de compactação.

Figura 32 - Dimensional das bielas do Lote 3 após a calibração.



Fonte: autoria própria.

A comparação entre os desvios padrão mostra que não há diferença entre as condições de compactação para o diâmetro do olhal maior e a distância entre centros. O olhal menor apresenta um desvio padrão maior na condição de compactação SOL. Se comparado com as amostras sinterizadas, o desvio padrão é uma ordem de grandeza menor para os diâmetros dos olhais, sendo próximo 0,003 mm após a sinterização e 0,0004 mm nas peças calibradas, mostrando que apesar de o ferramental de calibração não realizar um ajuste dimensional das cotas para dentro do especificado, esta etapa diminui a variabilidade gerada na sinterização.

Os índices de capacidade do processo mostram que os valores de C_p foram maiores que as referências para todas as cotas e condições de compactação. Porém, como visto nos gráficos com o dimensional das bielas os valores de C_{pk} para os diâmetros dos olhais é negativo. Isso mostra que o processamento em planta piloto no laboratório foi capaz de produzir

componentes do compósito autolubrificante escolhido neste estudo, necessitando de uma correção do ferramental de calibração e parâmetros de sinterização para o ajuste do valor nominal. A distância entre centros foi corrigida pela calibração e apresentou valores de C_p e C_{pk} dentro dos requisitos indicados na literatura (MONTGOMERY, 2008).

5.6.4. Conclusões parciais do Lote 3

- O macho na posição de extração, alinhado aos punções, durante o enchimento diminui a variabilidade da massa;
- A utilização do recurso de *underfill* gera uma modificação do transporte de pó durante a compactação, ocasionando densidade maiores nos olhais em comparação com a alma;
- As condição de enchimento por despejo de pó apresentou menor desvio padrão de massa, porém essa característica não se refletiu em menor variação das cotas críticas;
- A variação dimensional após a sinterização foi diferente da calcula no Lote 1, deixando as peças com cotas abaixo do especificado em desenho;
- A calibração não foi suficiente para atingir o nominal das principais cotas de controle, porém os resultados de capacidade mostram que a variação dimensional após a calibração é aceitável para essa tolerância.

5.7. Produção de lote para teste em compressor

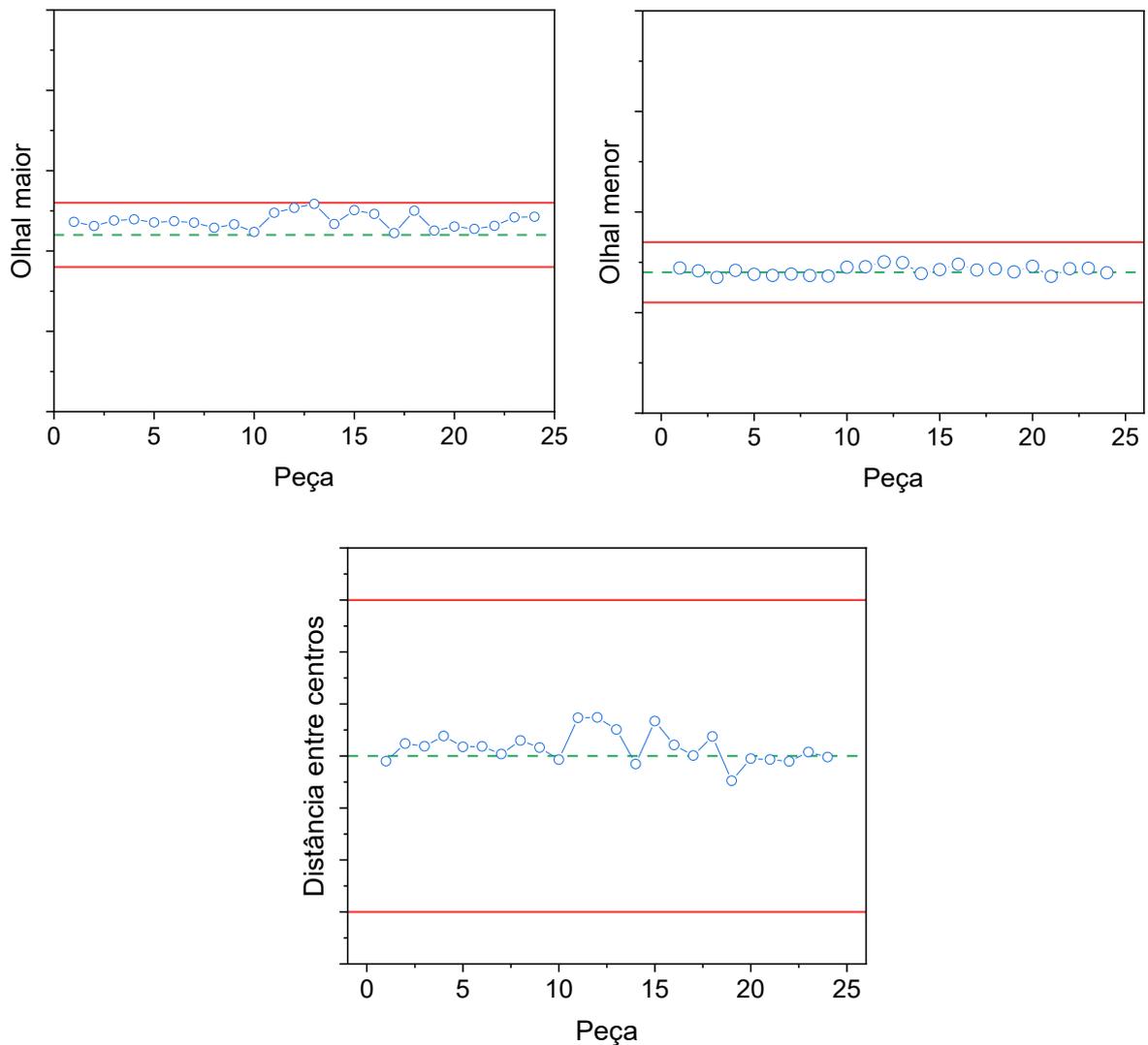
Os três lotes produzidos neste trabalho foram de fundamental importância para o aprendizado do comportamento durante as etapas de processamento como a mistura, compactação, sinterização e calibração da biela produzida em compósito autolubrificante.

Sendo assim, foi realizada a produção de um lote adicional de 25 peças para obter componentes para testes em compressores na empresa parceira. As condições de compactação foram utilizadas do Lote 3, com o enchimento por sucção e o recurso de *overfill* desligado (SOD). Como o lote é pequeno, neste caso a sinterização foi feita em forno tubular de laboratório com o mesmo tratamento térmico utilizado no Lote 1. A calibração foi realizada da mesma maneira que os lotes anteriores.

O dimensional das bielas após a calibração está mostrado na Figura 33, os resultados mostram que todas as peças produzidas neste lote estão com o dimensional dentro do especificado. As análises de capacidade mostram que o diâmetro do olhal menor e a distância entre centros apresentam valores maiores que os estabelecidos em processos capazes, porém o

olhal maior apresentou um C_p de 1,37, bastante próximo da referência e C_{pk} de 0,7 indicando que os valores estão deslocados do valor nominal. O tamanho da amostra para realizar a análise de capacidade não é o ideal, apesar disso os dados passaram no teste de normalidade. Os valores de desvio padrão encontrados nesse lote são maiores que os encontrados na condição SOD do Lote 3 para o olhal maior, olhal menor e distância entre centros, apesar da diferença nos desvios os índices de capacidade mostraram que o processo é capaz de produzir componentes dentro dos limites de tolerância dimensional.

Figura 33 - Dimensional das bielas produzida para teste em compressor.



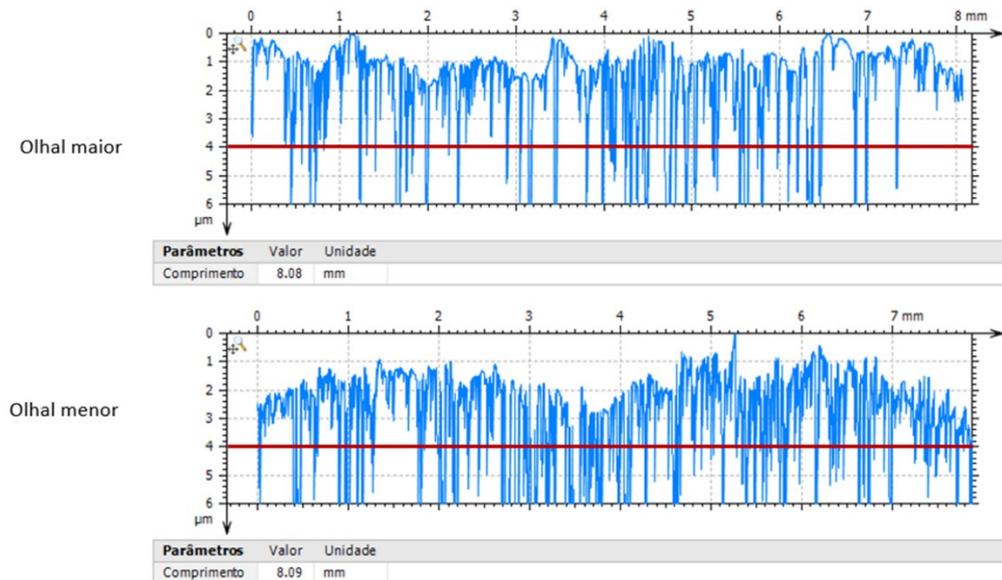
Fonte: autoria própria.

Os dados dimensionais foram usados para casamento de folga entre os componentes que fazem o par tribológico da biela. O eixo excêntrico e o pino do pistão também tiveram seus diâmetros medidos, sendo esses dados e a metodologia de ajuste de folgas de fundamental importância no desempenho e confiabilidade do produto; no entanto, por uma questão de sigilo,

esses dados não apresentados no trabalho. Outros parâmetros geométricos importantes para realizar a montagem da biela no compressor são os parâmetros topográficos, neste caso, principalmente a fração de apoio, TP, e a retilidade.

Os resultados de fração de apoio da superfície interna dos olhais das bielas após a calibração foram de $86,9 \pm 2,3\%$ para o olhal maior e $81,2 \pm 5,1\%$ para o olhal menor, a referência para essa cota é de 90%. A retilidade está apresentada na Figura 34, mostrando que apesar de estar dentro do especificado, $4 \mu\text{m}$ indicado pela linha vermelha, o olhal menor apresenta uma característica das extremidades estarem abaixo do centro, em uma geometria semelhante a um barril, dessa forma, o apoio do mancal tende a ocorrer em poucos pontos da superfície, aumentando a pressão de contato local e diminuindo a formação do filme de óleo entre as superfícies. Os parâmetros topográficos medidos neste trabalho tiveram o foco na aplicação do componente, outros trabalhos estudaram de forma mais detalhada a topografia do composto calibrado. (referência Anselmo)

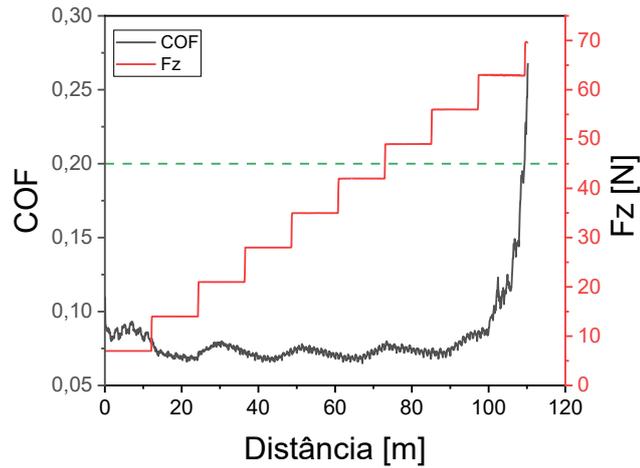
Figura 34 - Retilidade da superfície interna dos olhais das bielas produzida para montagem em compressor.



Fonte: autoria própria.

Após as análises de dimensional e topografia, foram realizados os ensaios em tribômetro de durabilidade e taxa de desgaste para comparar com os resultados obtidos no desenvolvimento da liga. O ensaio foi feito na superfície interna do olhal maior após a calibração, e a Figura 35 mostra um resultado típico do ensaio de durabilidade.

Figura 35 - Coeficiente de atrito em função da distância de deslizamento e a carga normal aplicada no ensaio de durabilidade.



Fonte: autoria própria.

As propriedades tribológicas de durabilidade, taxa de desgaste e coeficiente de atrito medidas neste lote estão apresentadas na Tabela 7. Estão também na tabela os valores para a biela nitretada e os obtidos no desenvolvimento do compósito.

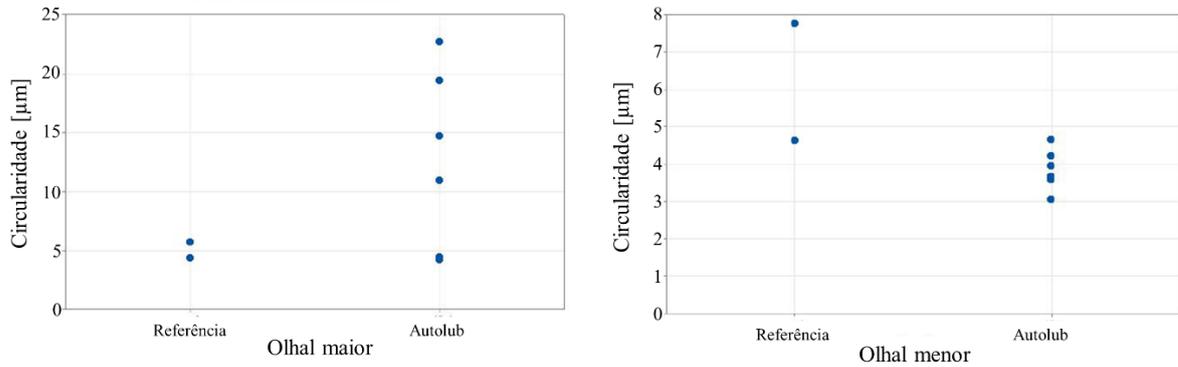
Tabela 7 - Comparação das propriedades tribológica medidas nas bielas produzidas neste lote e as referências.

	Durabilidade [Nm]	Taxa de desgaste [mm ³ /Nm]	Coeficiente de atrito
Biela autolubrificante	6886	$12,28 \cdot 10^{-6} \pm 5,5$	$0,14 \pm 0,04$
Referência autolubrificante	8181	$7,39 \cdot 10^{-6} \pm 0,90$	$0,11 \pm 0,03$
Biela Nitretada	-	$5,87 \cdot 10^{-6} \pm 0,67$	$0,39 \pm 0,10$

Fonte: autoria própria.

Foram montados seis compressores com as bielas autolubrificantes produzidas neste trabalho e dois com as bielas da linha de produção como referência. Os demais componentes do compressor utilizados nesses testes foram selecionados do mesmo lote de fabricação. Um teste de vida de 500 horas foi realizado e o parâmetro geométrico escolhido para comparação de desempenho entre os pares tribológicos referentes à biela foi a circularidade. A Figura 36 mostra os dados do olhal maior e menor em relação à referência. É possível identificar que o olhal maior apresentou uma circularidade elevada em relação à referência, indicando maior desgaste, já o olhal menor mostrou um desgaste inferior, indicando um melhor desempenho do compósito autolubrificante neste mancal.

Figura 36 - Circularidade dos olhais após teste de vida no compressor.



Fonte: autoria própria.

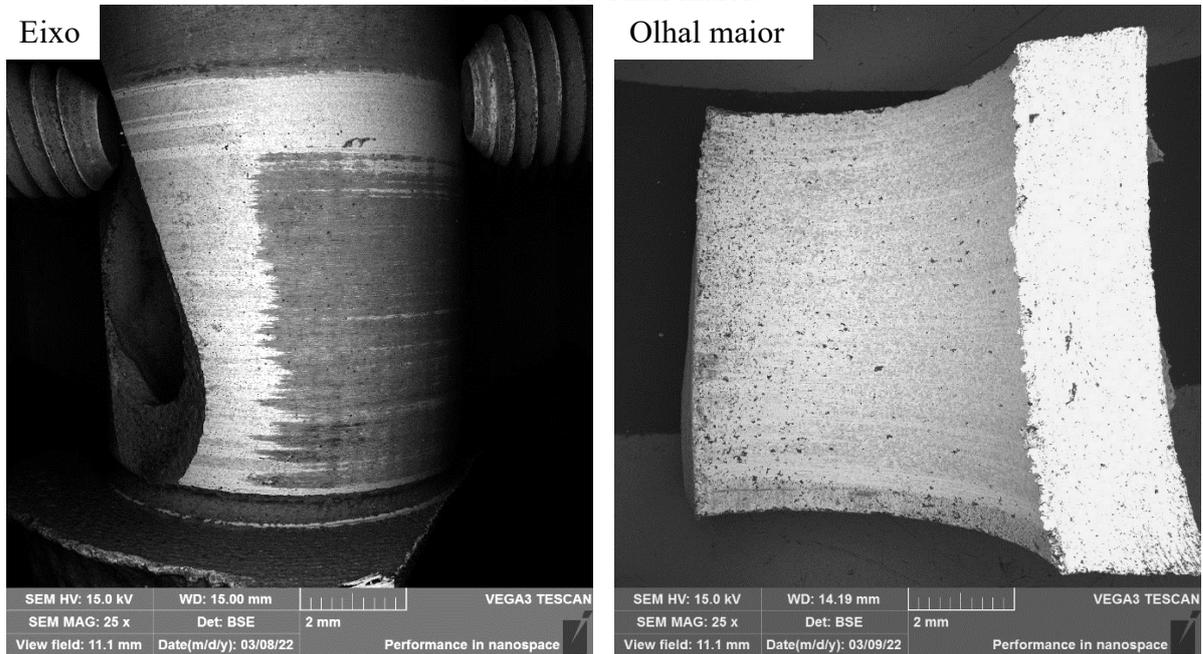
O resultado encontrado no olhal maior pode estar relacionado a alguns fatores deste mancal, primeiramente, o contra-corpo neste caso é o eixo de ferro fundido fosfatizado, par tribológico diferente dos estudados em tribômetro, a densidade medida no olhal maior foi de $7,00 \text{ g/cm}^3$, maior que os valores de referência de $6,80 \text{ g/cm}^3$, após a calibração, podendo influenciar no desgaste e formação da tribocamada (CAMPOS et al., 2015). Já o olhal menor que forma par tribológico com um pino de SAE 52100 nitretado apresentou um resultado que confirma o potencial de utilização desse compósito na biela, mesmo apresentando características distintas da referência para esse mancal, uma vez que o material possui a metade da dureza do nitreto (biela de referência tem 700 HV) e os parâmetros topográficos principais de retilidade e fração de apoio ficaram próximos dos valores especificados.

As análises em microscopia eletrônica de varredura das superfícies do olhal maior e do eixo excêntrico estão apresentadas na Figura 37. Foi possível identificar a região desgastada no olhal maior, onde ocorre uma maior deformação plástica da superfície, fechamento da porosidade e dos estoques de lubrificante. É possível observar também algumas regiões com resquícios de tribocamada, contendo fósforo e oxigênio, elementos presentes no tribossistema, tanto no eixo (fosfatizado), como no óleo utilizado no compressor, que contém o aditivo antidesgaste BTP (butilado trifenil fosfato). No eixo, é possível observar a região de desgaste da camada fosfatizada e a formação de uma tribocamada contendo oxigênio, fósforo e carbono semelhante a encontrada na biela. O mancal eixo-olhal maior é alimentado diretamente pelo óleo bombeado pelo eixo; assim, neste caso o fluxo de óleo pode interferir na formação de uma tribocamada mais eficiente (SALVARO, 2020).

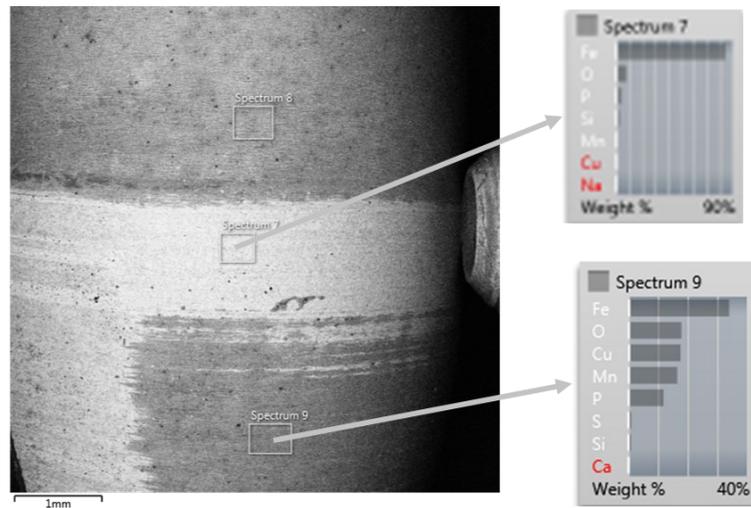
No par tribológico olhal menor e pino, mostrado na Figura 38, foi identificado que os estoques de lubrificante no compósito estão disponíveis após o teste, contribuindo para formação e realimentação da tribocamada, observada no olhal menor e no pino, que é composta

de carbono, fósforo, oxigênio e cobre. Esse último elemento foi identificado em todos os mancais analisados, uma análise mais aprofundada do sistema deve ser feita para identificar a origem e influência do cobre na formação da tribocamada. A presença de fósforo observada neste par tribológico confirma a influência do aditivo BTP do óleo na formação na tribocamada, uma vez que nenhum dos dois componentes possui fósforo na sua composição.

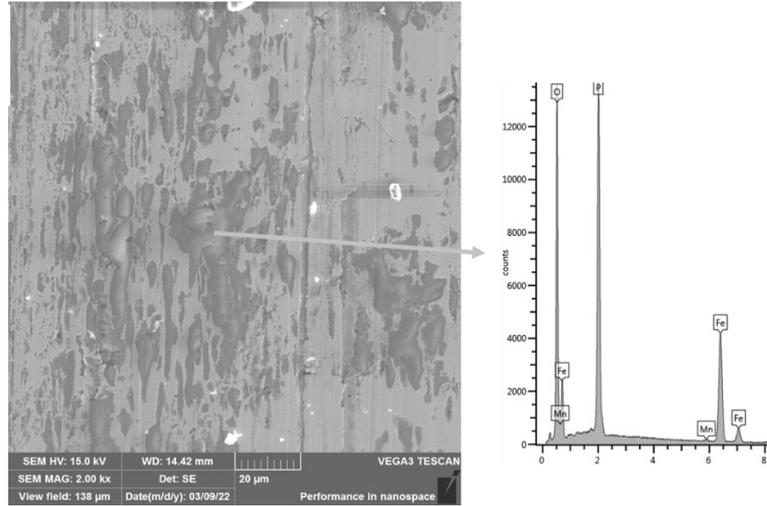
Figura 37 - Imagens em microscopia eletrônica de varredura e análises de EDS das superfícies do eixo e do olhal maior.



Eixo

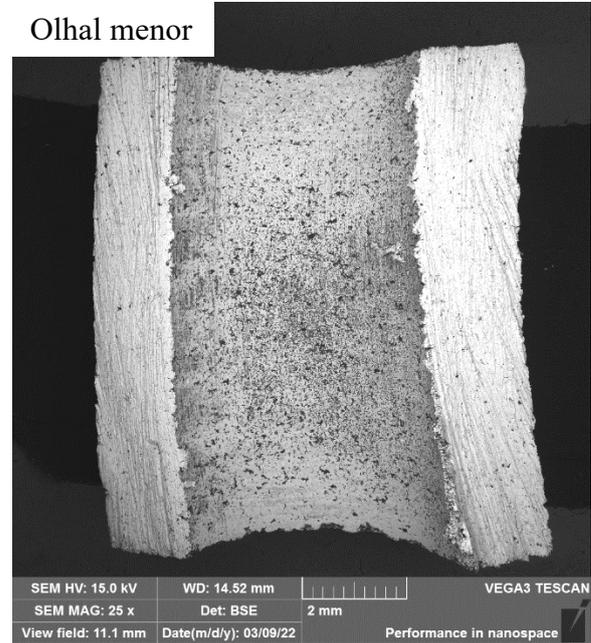
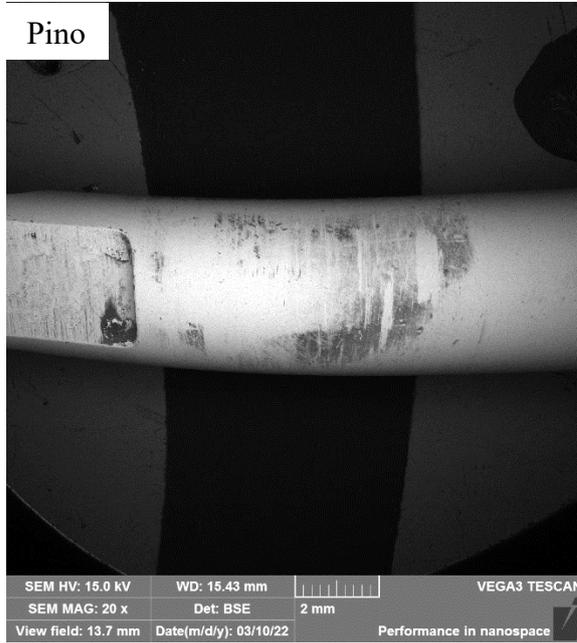


Olhal maior

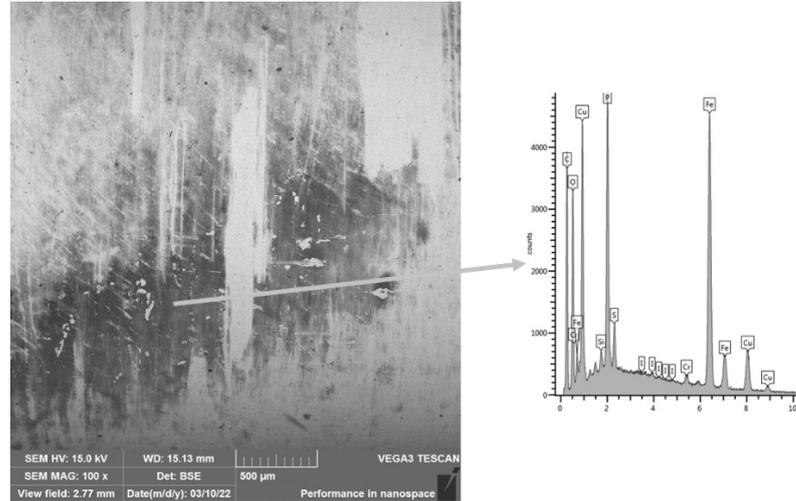
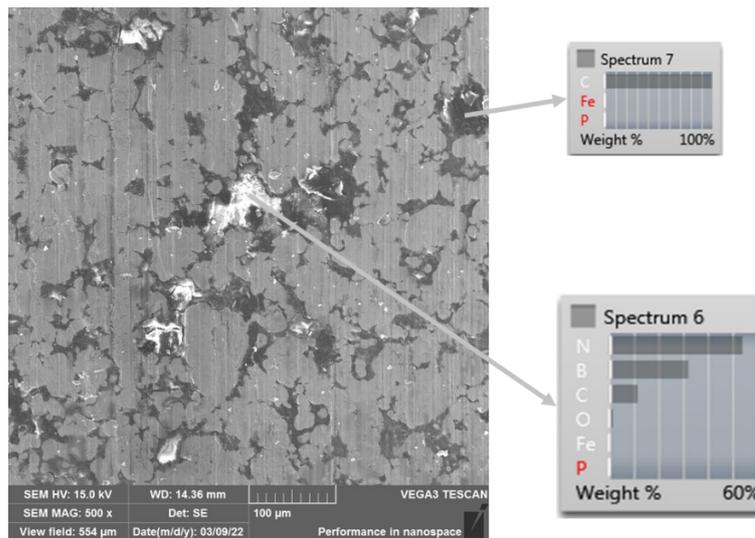


Fonte: autoria própria.

Figura 38 - Imagens em microscopia eletrônica de varredura das superfícies do pino e do olhal menor.



Pino

Olhal
menor

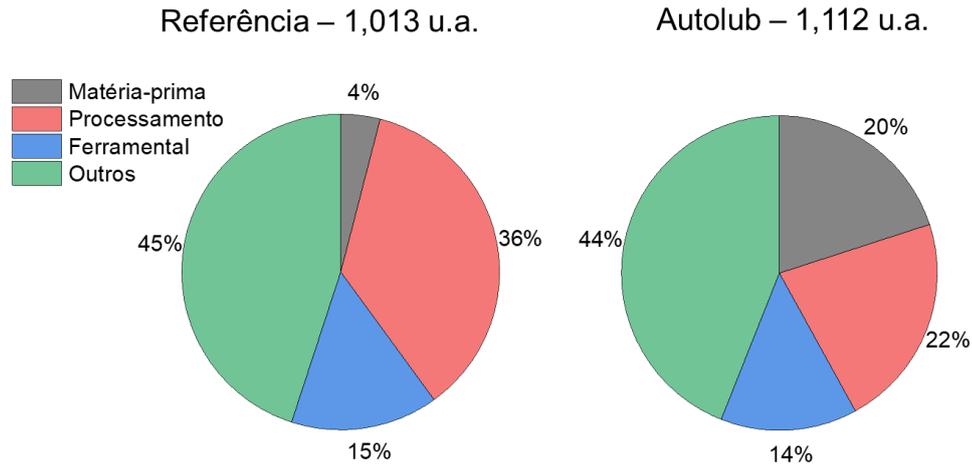
Fonte: autoria própria.

5.8. Análise de custo

Um dos principais fatores na aplicação de novos materiais em produtos com um mercado bastante consolidado na indústria é o custo em relação à tecnologia atual. Além disso, a formação de uma gama ampla de fornecedores capazes de entregar componentes dentro do especificado e com uma variabilidade controlada são fundamentais para tomada de decisão de substituir o material do componente no produto em mercado.

Os valores de custo, assim como as tolerâncias e dimensional são sigilo industrial e não foram mostrados seus valores absolutos. A Figura 39 mostra a composição do custo de fabricação de uma biela de compósito autolubrificante e a solução atual de ferro e 0,5% de carbono nitretada.

Figura 39 - Análise de custo da biela nitretada e com o compósito autolubrificante.



Fonte: autoria própria.

A biela produzida em compósito autolubrificante apresenta custo de produção total 9,7% maior do que a biela nitretada, sendo que o principal custo individual neste caso é a matéria prima e nota-se uma redução do custo de processamento devido à retirada do tratamento termoquímico de nitretação. Esses valores mostram que, do ponto de vista econômico, a utilização dos compósitos autolubrificantes é competitiva, principalmente levando em consideração a cadeia de fornecedores. Componentes produzidos por metalurgia do pó e nitretados, que atingem as tolerâncias exigidas pela empresa são produzidos em poucos fornecedores pelo mundo em preços viáveis. Já o compósito autolubrificante, com a configuração correta dos parâmetros de processo, como mostrado neste trabalho, não exigem nenhum equipamento adicional, podendo ser produzido em qualquer planta de metalurgia do pó.

6. CONCLUSÃO

Este trabalho concentrou-se no desenvolvimento de uma biela de compósito autolubrificante produzida via metalurgia do pó em uma planta piloto montada no Laboratório de Materiais da UFSC. As características da mistura de pós e os parâmetros de compactação foram estudados para produzir componentes com os requisitos especificados em desenho e as características dos compósitos autolubrificantes desenvolvidos no LabMat. Os resultados obtidos a partir das caracterizações e análises permitem chegar às seguintes conclusões:

- As propriedades tecnológicas da mistura que compõe a liga do compósito autolubrificante são adequadas para a produção de peças em série. A escoabilidade do pó deve ser um parâmetro de controle;
- O estudo dimensional realizado inicialmente com amostras compactadas em forma de anel não foi capaz de estimar de maneira adequada as variações dimensionais geradas na sinterização, devido à geometria do corpo de prova ser muito diferente da do componente.
- Os parâmetros de compactação escolhidos para a produção do primeiro lote de peças geraram uma elevada variabilidade, devido ao preenchimento da cavidade da matriz não ser homogêneo, isto é, ocorreram gradientes de densidade aparente no enchimento da cavidade da matriz.
- Não foi possível identificar diferenças significativas no controle de processo e preenchimento da matriz com os parâmetros de compactação do Lote 2;
- Os pós dos elementos de liga da matriz e o ciclo térmico utilizado na produção do Lote 2 não geraram a microestrutura esperada. Apesar de o processo de calibração ajustar o dimensional das peças, o Lote 2 não pode ser testado;
- A utilização dos recursos de *underfill* e avanço do macho após enchimento, na compactação dos componentes do Lote 3, contribuiu para diminuição da variabilidade na condição do enchimento despejado;
- Outros recursos de enchimento por sucção e *overflow* aumentaram a variabilidade no enchimento da cavidade da matriz;
- A sinterização de um volume pequeno de bielas (450 peças) em relação ao tamanho do forno (capacidade para 8800 peças) gerou uma retração maior que o esperado; Apesar de a calibração diminuir significativamente a variabilidade;
- A microestrutura, superfície e dureza atingidas no Lote 3 foram as esperadas para essa liga, conforme identificado no seu desenvolvimento;

- Para teste do componente em compressor foram escolhidos os parâmetros de compactação do Lote 3, enchimento por sucção com o *overflow* desligado e sinterização em forno tubular de laboratório. Os componentes produzidos apresentaram dimensional dentro do especificado e as propriedades tribológicas adequadas para teste em produto;
- Os testes de desgaste em compressor mostraram que o olhal menor apresentou um desgaste menor que a referência e a formação de uma tribocamada no contra corpo, e o olhal maior apresentou um desgaste expressivo e fechamento dos estoques de lubrificantes devido aos mecanismos de desgaste nesse par;
- Uma análise de custo realizada juntamente com a empresa parceira mostrou que o principal custo dos compósitos autolubrificantes é a matéria prima, porém o custo é competitivo em relação à solução técnica atualmente usada na biela, principalmente quando são considerados pontos como a versatilidade de fornecedores;
- O teste em compressor e a análise de custo mostram que pode se tornar viável a utilização do compósito autolubrificante desenvolvido no LabMat em compressores herméticos.

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Produção de um lote maior de componentes, identificando as variações que podem ocorrer no decorrer do processo de compactação;
- Ajuste do ciclo de sinterização em forno industrial de batelada para atingir o dimensional especificado;
- Estudo mais aprofundado de testes em compressores, com a identificação da fonte de elementos como Cu e sua influência no desempenho tribológico dos componentes;
- Validação dos parâmetros estudados durante o trabalho em uma fábrica de componentes sinterizados.

8. REFERÊNCIAS

AKOGLU, H. User's guide to correlation coefficients. **Turkish Journal of Emergency Medicine**, v. 18, n. 3, p. 91–93, 1 set. 2018.

ALI, E.; CHRISTOPHE, D. Tribology of diamond-like carbon films: recent progress and future prospects. **Journal of Physics D: Applied Physics**, v. 39, n. 18, p. R311, 2006.

BINDER, C. **Desenvolvimento de novos tipos de aços sistenizados autolubrificantes a seco com elevada resistência mecânica aliada a baixo coeficiente de atrito via moldagem de pós por injeção**. Florianópolis: Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, 2009.

BINDER, C. et al. Influence of the SiC content and sintering temperature on the microstructure, mechanical properties and friction behaviour of sintered self-lubricating composites. **Powder Metallurgy**, v. 59, n. 5, p. 384–393, 2016.

BINDER, R. et al. **Composition of particulate materials for forming self-lubricating products in sintered steel, product in self-lubricating sintered steel and process for obtaining self-lubricating products in sintered steel**, 2010a.

BINDER, R. et al. **Metallurgical composition of particulate materials, self-lubricating sintered product and process for obtaining self-lubricating sintered products**, 2010b.

CAMPOS, K. R. et al. Tribological evaluation of self-lubricating sintered steels. **Wear**, v. 332–333, p. 932–940, 1 maio 2015.

CASSTEVENS, J. M.; RYLANDER, H. G.; ELIEZER, Z. Friction and wear characteristics of powder metallurgy copper-graphite brushes at high sliding speeds. **Wear**, v. 49, n. 1, p. 169–178, 1978.

CHEN, B. et al. Tribological properties of solid lubricants (graphite, h-BN) for Cu-based P/M friction composites. **Tribology International**, v. 41, n. 12, p. 1145–1152, 1 dez. 2008.

CHRISTOPHE, D.; ERDEMIR, A. Historical developments and new trends in tribological and solid lubricant coatings. **Surface and Coatings Technology**, v. 180–181, n. 0, p. 76–84, 2004.

CLAUSS, F. J. **Solid lubricants and self-lubricating solids**. Cambridge, Massachusetts: Academic Press, 1972.

Control Chart - Statistical Process Control Charts | ASQ. Disponível em:

<<https://asq.org/quality-resources/control-chart>>. Acesso em: 30 abr. 2022.

Crucible Selector - CPM® 10V. Disponível em:

<<https://www.crucible.com/eselector/prodbyapp/toolie/cpm10vt.html>>. Acesso em: 30 abr.

2022.

Crucible Selector - CPM® REX® M4HC(HS). Disponível em:

<<https://www.crucible.com/eselector/prodbyapp/plastics/cpm4hcp.html>>. Acesso em: 30 abr. 2022.

DEMETRIO, V. B. et al. Development of the self-lubricating steels by compression of granulated powders. **Materials Science Forum**, v. 899 MSF, p. 299–304, 2017.

DONNET, C.; ERDEMIR, A. Solid Lubricant Coatings: Recent Developments and Future Trends. **Tribology Letters**, v. 17, n. 3, p. 389–397, 2004.

EDERMIR, A. Solid Lubricants and Self-Lubricating Films. In: BHUSHAN, B. (Ed.). . **Modern Tribology Handbook, v. 2 - Materials, Coating, and Industrial Applications**. 2nd. ed. Florida: CRC Press, 2001.

FRITZ V. LENEL. **Powder Metallurgy - Principles and Applications**. Princeton, New Jersey: Metal powder industries federation (MPIF), 1980.

FURLAN, K. P. **Desenvolvimento de composto autolubrificante de matriz ferrosa contendo MoS₂**. Tese (Doutorado) - Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2016.

GERMAN, R. M. **Powder metallurgy science**. Princeton, New Jersey: Metal powder industries federation (MPIF), 1984.

GERMAN, R. M. **Particle packing characteristics**. Princeton, New Jersey: MPIF, 1989.

GERMAN, R. M. **Sintering theory and practice**. New York: John Wiley & Sons, 1996.

HAMMES, G. **Aços sinterizados autolubrificantes a seco com elevada resistência mecânica associada a baixo coeficiente de atrito**. Tese (Doutorado) - Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2011.

HAMMES, G. et al. **Fe-hBN Composites Produced by Double Pressing and Double Sintering**. Advanced Powder Technology IX. **Anais...: Materials Science Forum**. Trans Tech Publications Ltd, 2014a.

HAMMES, G. et al. Effect of double pressing/double sintering on the sliding wear of self-lubricating sintered composites. **Tribology International**, v. 70, p. 119–127, 2014b.

HAMMES, G. et al. Effect of hexagonal boron nitride and graphite on mechanical and scuffing resistance of self lubricating iron based composite. **Wear**, v. 376–377, p. 1084–1090, 2017.

HÖGANÄS AB. **Production of Sintered Components**. Höganäs, Sweden: Höganäs Handbook for Sintered Components, 2013.

HOLMBERG, K.; ERDEMIR, A. Influence of tribology on global energy consumption, costs and emissions. **Friction**, v. 5, n. 3, p. 263–284, 2017.

INTERNATIONAL ENERGY AGENCY. **Energy Technology Perspectives 2014**. Paris.

INTERNATIONAL STANDARD. **ISO 16290: Definition of the Technology Readiness Levels (TRLs) and their criteria of assessment**.

JUNG, R. G. **Aços sinterizados autolubrificantes com adição de grafite processados via moldagem de pós po injeção**. Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2012.

KLEIN, A. N. **A criação e o desenvolvimento do laboratório de materiais – labmat**.

Disponível em: <<https://labmat.ufsc.br/>>. Acesso em: 10 dez. 2019.

LI, J.; XIONG, D. Tribological behavior of graphite-containing nickel-based composite as function of temperature, load and counterface. **Wear**, v. 266, n. 1–2, p. 360–367, 2009.

LINDSLEY, B.; MURPHY, T. Dimensional Precision in Sinter-Hardening PM Steels.

Materials Science Forum, v. 534–536, n. 6, p. 665–668, dez. 2007.

MELLO, J. D. B. DE; BINDER, R. A methodology to determine surface durability in multifunctional coatings applied to soft substrates. **Tribology International**, v. 39, n. 8, p. 769–773, 2006.

MÔNEGO, G. **Estudo da influência do roleteamento na superfície de um compósito autolubrificante sinterizado**. [s.l.] Universidade Federal de Santa Catarina, 2021.

MONTGOMERY, D. C. **Introduction to Statistical Quality Control**. 6th. ed. Jefferson City: John Wiley and Sons, 2009.

MONTGOMERY, D. C. **Design and Analysis of Experiments**. 8th. ed. Courier Westford: John Wiley and Sons, 2013.

MPIF. **Determination of Apparent Density of Free-Flowing Metal Powders Using The Hall Apparatus**.

MPIF. **Determination of Flow Rate of Free-Flowing Metal Powders Using the Hall Apparatus**.

NOWAK, P.; KUCHARSKA, K.; KAMIŃSKI, M. Ecological and Health Effects of Lubricant Oils Emitted into the Environment. **International journal of environmental research and public health**, v. 16, n. 16, p. 3002, ago. 2019.

PARIS, V.; ST-LAURENT¹, S.; ILIA, E. **Improvement of Dimensional Stability of Sinter-Hardening Steel Powders**. *Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials*. **Anais...**San Francisco: Metal Powder Industries Federation, 2011.

PARUCKER, M. L. **Desenvolvimento de materiais compósitos de baixo coeficiente de atrito com partículas de lubrificante sólido dispersas em matriz metálica a base de níquel**. Tese (Doutorado) - Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2008.

Pearson Product-Moment Correlation. Disponível em:

<<https://statistics.laerd.com/statistical-guides/pearson-correlation-coefficient-statistical-guide.php>>. Acesso em: 30 abr. 2022.

ŠALAK, A. **Ferrous Powder Metallurgy**. Cambridge: Cambridge International Science Publishing, 1995.

SALVARO, D. B. **Desempenho tribológico de compósitos autolubrificantes em regime de lubrificação mista**. Tese (Doutorado) - Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2020.

SAMAL, P. K.; PANNELL, J. D. **Effect of Process Variables on the Dimensional Change of 434L Stainless Steel**Hollsope, PANorth American Höganäs, , 2011.

SCHROEDER, R. **Desenvolvimento de aço hadfield sinterizado contendo partículas de grafita no volume**. Tese (Doutorado) - Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2015.

SLINEY, H. E. Solid lubricant materials for high temperatures—a review. **Tribology International**, v. 15, n. 5, p. 303–315, 1982.

THÜMMLER, F.; OBERACKER, R. **An introduction to powder metallurgy**. Londres: Cambridge: The Institute of Materials, 1993.

TODD, M. J. Solid lubrication of ball bearings for spacecraft mechanisms. **Tribology International**, v. 15, n. 6, p. 331–337, 1982.

TRANSPARENCY MARKET RESEARCH. Powder metallurgy market to reach US\$8.7 billion in 2020. **Metal Powder Report**, v. 70, n. 5, 2015.

TUNG, S. C.; MCMILLAN, M. L. Automotive tribology overview of current advances and challenges for the future. **Tribology International**, v. 37, n. 7, p. 517–536, 2004.

UPADHYAYA, G. S. **Powder Metallurgy Technology**. Cambridge: Cambridge International Science Publishing Ltd., 2002.

WANG, H. K.; WANG, Z. H.; WANG, M. C. Using the Taguchi method for optimization of the powder metallurgy forming process for Industry 3.5. **Computers & Industrial Engineering**, v. 148, p. 106635, 1 out. 2020.

ZHANG, Z.-Z. et al. Friction and wear properties of metal powder filled PTFE composites under oil lubricated conditions. **Wear**, v. 210, n. 1–2, p. 151–156, 1997.