



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CAMPUS TRINDADE

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

Letícia Maria Anselmo

**Estudo da calibração e da lubrificação fluida nas propriedades tribológicas de
compósitos autolubrificantes produzidos via metalurgia do pó**

Florianópolis 2022

Letícia Maria Anselmo

**Estudo da calibração e da lubrificação fluida nas propriedades tribológicas de
compósitos autolubrificantes produzidos via metalurgia do pó**

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação
em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade
Federal de Santa Catarina para a obtenção do título de
Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais.
Orientador: Prof. Cristiano Binder, Dr.
Coorientadora: Gisele Hammes, Dra.

Florianópolis

2022

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

Anselmo, Leticia Maria

Estudo da calibração e da lubrificação fluida nas propriedades tribológicas de compósitos autolubrificantes produzidos via metalurgia do pó / Leticia Maria Anselmo ; orientador, Cristiano Binder, coorientadora, Gisele Hammes, 2023.

91 p.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Florianópolis, 2023.

Inclui referências.

1. Ciência e Engenharia de Materiais. 2. Calibração de sinterizado. 3. Compósito autolubrificante. 4. Metalurgia do pó. 5. Tribologia. I. Binder, Cristiano. II. Hammes, Gisele. III. Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais. IV. Título.

Letícia Maria Anselmo

Estudo da calibração e da lubrificação fluida nas propriedades tribológicas de compósitos autolubrificantes produzidos via metalurgia do pó

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

Prof. Cristiano Binder, Dr.

Universidade Federal de Santa Catarina

Profª. María Cristina Moré Farias, Dra.

Universidade de Caxias do Sul

Prof. José Daniel Biasoli de Mello, Dr.

Universidade Federal de Santa Catarina e Universidade Federal de Uberlândia

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

Coordenação do Programa de Pós-Graduação

Prof. Cristiano Binder, Dr.

Orientador

Florianópolis, 2022.

Este trabalho é merecidamente dedicado aos meus pais.

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador, Professor Dr. Cristano Binder, pela confiança em meu trabalho e por oferecer suporte para realização desta pesquisa. Agradeço ainda pela contribuição para meu crescimento pessoal e profissional.

À minha coorientadora, Dra. Gisele Hammes, pela disponibilidade e parceria em realizar as caracterizações, por todo o apoio prestado e contribuições técnicas e científicas.

Ao Professor Dr. Aloísio Nelmo Klein, por oferecer a estrutura do laboratório e contribuir grandiosamente para a formação acadêmica e profissional de tantos pesquisadores. Agradeço por mostrar o quão fundamental é a ciência.

Ao Professor Dr. José Daniel Biasoli de Mello, por compartilhar seus conhecimentos, pela contribuição tão valiosa na escrita dos artigos e ainda pela inteira disponibilidade para discussões de resultados ao longo do desenvolvimento desta pesquisa. Agradeço por ser um pesquisador admirável e proveito para dizer que será sempre uma referência profissional para mim, pelo seu lado técnico e ainda mais, pelo pessoal.

Ao bolsista Matheus Hromatka por toda a dedicação para a execução desta pesquisa.

Ao meu amigo doutor e pesquisador Thiago Lamim por toda a parceria, generosidade e conversas ao longo dos últimos anos. Agradeço por ter tornado esses anos de pesquisa mais leves, com muita risada e aventuras gastronômicas. Ainda, por ter transformado essa parceria acadêmica em uma amizade que quero levar para a vida toda.

À equipe do LabMat pela disponibilidade e apoio para a realização do trabalho e pelo convívio nestes 8 anos de laboratório. Em especial ao Guilherme Mônico pela amizade e parceria em tantos projetos de pesquisa.

Ao CNPQ, CAPES e Nidex-Embraco pelo financiamento da pesquisa e ao PPGMAT-UFSC por todo suporte.

Aos meus pais e à minha irmã por todo o amor, incentivo aos estudos e por tanta dedicação para tantos sonhos realizados. Ao meu noivo por todo amor, compreensão e apoio para a conclusão de mais esta etapa.

A todos que de alguma maneira contribuíram para meu crescimento pessoal e profissional.

“É preciso força pra sonhar e perceber que a estrada vai além do que se vê.”

(Los Hermanos, 2003)

RESUMO

Grande parte da energia consumida no mundo é proveniente de contatos tribológicos e esta poderia ser reduzida se perdas por atrito fossem evitadas por meio do estudo e uso de novos materiais, superfícies e tecnologias de lubrificação, o que favorece o aumento da eficiência de sistemas mecânicos. O uso de compósitos autolubrificantes a seco produzidos por metalurgia do pó, com lubrificantes sólidos dispersos no volume de uma matriz metálica tem-se mostrado promissor, pois consegue aliar propriedades mecânicas e tribológicas satisfatórias para aquelas que são requisitadas em projetos mecânicos com baixo custo associado, além de apresentar alta tolerância dimensional, mínimo desperdício de matéria-prima e projeto microestrutural definido. A calibração é um processo de baixo custo comumente realizada para garantir tolerâncias dimensionais e acabamento superficial de componentes sinterizados. No entanto, a calibração de compósitos autolubrificantes pode induzir o fechamento de reservatórios de lubrificante e, conseqüentemente, afetar seu desempenho tribológico. Além disso, uma combinação de lubrificação sólida e fluida pode ter um efeito sinérgico benéfico no desempenho de atrito e desgaste das superfícies deslizantes. Este trabalho tem como objetivo investigar a influência do processo de calibração e o impacto da lubrificação fluida no comportamento tribológico de compósitos autolubrificantes à base de ferro. Para isso, amostras de geometria cilíndrica oca foram produzidas por metalurgia do pó, utilizando uma liga à base de ferro com incorporação de lubrificantes sólidos (grafite e hBN). A calibração pós-sinterização foi realizada em uma matriz de prensa hidráulica em três diferentes pressões: 160, 320 e 480 MPa. O comportamento tribológico dos sistemas foi caracterizado por ensaios de deslizamento alternado a seco com carga variando 7 N a cada 10 min para avaliar a durabilidade do regime de lubrificação sólida. Também foram realizados ensaios com carga constante (7 N por 120 min) para avaliar a taxa de desgaste específica e o coeficiente de atrito dos compósitos, os quais foram realizados a seco e com o lubrificante fluido linear alquilbenzeno ISO 5. Os resultados mostram que a calibração resultou em um efeito de fechamento gradual da porosidade e dos reservatórios dos estoques de lubrificantes e ainda no endurecimento da matriz metálica superficial (até 98 %). A durabilidade foi reduzida em 72 % em pressões de calibração mais altas devido à menor disponibilidade de reservatórios de lubrificantes sólidos na superfície para manter a tribocamada. Além disso, um efeito prejudicial na resistência ao desgaste foi observado para o corpo de prova calibrado a uma pressão mais alta (480 MPa), o que mostra a importância de definir a pressão de calibração para melhorar o comportamento tribológico de compósitos autolubrificantes sinterizados. Dentre todas as amostras, a calibrada com 320 MPa e ensaiada a seco apresentou menor taxa de desgaste específica, o que pode ser atribuído ao melhor acabamento superficial, maior dureza da matriz metálica e presença de carbono, cuja estrutura resultante foi mais ordenada quando comparada com as amostras ensaiadas com lubrificante fluido.

Palavras-chave: Calibração, compósito autolubrificante, metalurgia do pó, lubrificação sólida, lubrificação fluida.

ABSTRACT

Much of the energy consumed worldwide originates from tribological contacts. This could be reduced if friction losses were avoided through the study and use of new materials, surfaces and lubrication technologies, increasing the efficiency of mechanical systems. The use of dry self-lubricating composites produced by powder metallurgy, with solid lubricants dispersed in the volume of a metallic matrix proved to be promising, as it can combine satisfactory mechanical and tribological properties with an associated low cost. Additionally, it offers high dimensional tolerance, minimal waste of raw materials, and a defined microstructural design. Sizing is a low-cost process commonly performed after sintering to ensure dimensional tolerances and surface finishing of sintered components. However, this post-sintering process may induce the sealing of lubricant reservoirs in self-lubricating composites and, consequently, affect their tribological performance. Furthermore, the combination of solid and liquid lubrication may have a beneficial synergistic effect on the friction and the wear performance of sliding surfaces. This work investigates the effect of the sizing process and the impact of fluid lubrication on the tribological performance of self-lubricating iron-based composites. For this, hollow cylindrical specimens simulating the geometry of bearings were produced by powder metallurgy, with an iron-based matrix containing embedded solid lubricants (graphite and hBN). Sizing was performed by repressing the as-sintered specimens in a hydraulic press die at three different pressures: 160, 320, and 480 MPa. The tribological characterization was performed by reciprocating dry and low-viscosity lubricant sliding tests using a ball-on-cylinder configuration. Variable load tests were performed to evaluate the scuffing resistance. In contrast, constant load tests were used to assess the tribosystems wear rate and friction coefficient. The results show a gradual sealing effect of porosity and lubricants reservoirs and the hardening of the surface metallic matrix (up to 98 %). The scuffing resistance was reduced by 72 % at higher sizing pressures due to the lower availability of solid lubricants on the surface to maintain the tribolayer. The improved surface finishing and metallic matrix hardness reduced up to 70 % of the tribosystem's wear rate at 320 MPa of sizing pressure. Furthermore, a detrimental effect on the wear resistance was noticed for the specimen sized at a higher sizing pressure (480 MPa), showing the importance of optimizing the sizing pressure to improve the tribological behaviour of sintered self-lubricating composites.

Keywords: Sizing, Self-lubricating composite, Powder metallurgy, Solid lubrication, Fluid lubrication.

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1 – Representação esquemática em (a) de uma interface em 2D mostrando as áreas de contato nominal e real, em (b) contato entre duas superfícies em 3D e em (c) a respectiva área real de contato.	22
Figura 3.2 – Curva de Stribeck teórica com os principais regimes de lubrificação fluida.	26
Figura 3.3 – Estrutura cristalina da (a) grafite e (b) nitreto hexagonal de boro.	28
Figura 3.4 – Distribuição esquemática do lubrificante, em preto, disperso na matriz metálica. Em (a) situação desejada e em (b) a situação real após a etapa de homogeneização da mistura.	31
Figura 3.5 – Distribuição esquemática da fase lubrificante dispersa no volume do material cuja matriz metálica é contínua.	32
Figura 3.6 – Mecanismos de desgaste das amostras com e sem lubrificante sólido ensaiadas a seco e em óleo.	33
Figura 4.1 – Representação esquemática das etapas de desenvolvimento do trabalho.	35
Figura 5.1 – Em (a) representação esquemática do corpo de prova compactado e (b) amostra utilizada para caracterização microestrutural e ensaios tribológicos.	38
Figura 5.2 – Curva de Abbott-Firestone.	39
Figura 5.3 – Esquema da configuração utilizada nos ensaios tribológicos.	40
Figura 5.4 – Microestrutura típica do compósito sinterizado autolubrificante.	42
Figura 5.5 – Imagens da superfície, obtidas via MEV, para as amostras (a) SS, (b) C-160, (c) C-320 e (d) C-480.	43
Figura 5.6 – Morfologia típica e composição química de um estoque de lubrificante sólido para a amostra calibrada C-320.	45
Figura 5.7 – Projeções axonométricas e os respectivos perfis médios da superfície das amostras: (a) SS, (b) C-160, (c) C-320 e (d) C-480.	46
Figura 5.8 – Em (a) histograma de distribuição de contagem de picos e (b) parâmetros topográficos de superfície S_q , S_{vk} e S_{mr} dos componentes apenas sinterizados e calibrados.	47
Figura 5.9 – Razão de área de material (S_{mr} (c)) em função da profundidade a partir do ponto máximo da curva de razão de área de material, (h (c)).	49
Figura 5.10 – Espaço morfológico para superfícies apenas sinterizada e calibradas.	50

Figura 5.11 – (a) Dureza aparente do compósito autolubrificante e (b) microdureza da superfície e núcleo da matriz metálica.	51
Figura 5.12 – (a) Comportamentos típicos do coeficiente de atrito durante os ensaios de deslizamento alternado com carga incremental e (b) durabilidade e coeficiente de atrito médio no regime de estado estacionário dos componentes apenas sinterizados e calibrados.	53
Figura 5.13 – (a) Comportamentos típicos do coeficiente de atrito durante os ensaios de deslizamento alternado com carga constante e (b) coeficiente de atrito médio no regime de estado estacionário das amostras apenas sinterizadas e calibradas.	55
Figura 5.14 – Taxas de desgaste específicas das amostras SS, C-160, C-320 e C-480.	56
Figura 5.15 – Perfis típicos (lado esquerdo) e imagens típicas de MEV das marcas de desgaste das amostras obtidas por detector de elétron secundário (SE) (lado direito) a partir do ensaio de desgaste por deslizamento alternado: (a) SS, (b) C- 160, (c) C-320 e (d) C-480.	57
Figura 5.16 – Visão ampliada das marcas de desgaste das amostras calibradas, obtidas por BSE (lado esquerdo) e análise EDS típica da tribocamada indicada no quadrado vermelho (lado direito), sendo (a) C-160, (b) C-320 e (c) C-480.	59
Figura 5.17 – Projeções axonométricas das marcas de desgaste 3D típicas dos contracorpos e seus respectivos perfis obtidos por interferometria de luz branca:	61
Figura 5.18 – Imagens típicas de MEV da marca de desgaste dos contracorpos (lado esquerdo) e sua respectiva visão ampliada (quadrados pretos tracejados - lado direito) e espectros EDS das tribocamadas: (a) C-320 e (b) C-480.	62
Figura 6.1 – Vedação da superfície do corpo de prova com esmalte.	66
Figura 6.2 – Processo de impregnação: (a) desumidificação do óleo, (b) amostra em vácuo e (c) impregnação da amostra.	67
Figura 6.3 – Configuração do ensaio tribológico com lubrificação fluida.	68
Figura 6.4 – Coeficiente de atrito no ensaio de carga constante das amostras somente sinterizadas (SS) e calibradas com 320 MPa (C-320) em ensaios a seco e lubrificados.	70
Figura 6.5 – Taxa de desgaste específica e coeficiente de atrito das amostras SS e C-320 ensaiadas a seco e em óleo.	70
Figura 6.6 – Aspectos típicos das pistas de desgaste das amostras SS e C-320 após os ensaios de deslizamento alternado com carga constante a seco e em óleo.	72
Figura 6.7 – Imagem MEV e análise EDS dos detritos presentes no óleo após o ensaio tribológico da amostra apenas sinterizada (SS_Óleo).	73

Figura 6.8 – Espectro de Raman do pó de grafite usado no processamento dos compósitos autolubrificantes, dos estoques de lubrificante sólido nas amostras SS e C-320 antes do ensaio e, dos detritos coletados do óleo após os ensaios tribológicos com a amostra SS.	74
Figura 6.9 – Espectros da tribocamada da amostra C-320 em ensaios realizados a seco e lubrificado.....	75
Figura 6.10 – Imagens MEV de marcas de desgaste nos contracorpos.....	76
Figura 6.11 – Análises de EDS típicos de regiões de tribocamada.	76
Figura 6.12 – Imagens em MEV das superfícies das condições (a) MSS e (b) MC-320.....	77
Figura 6.13 – Comportamento dos coeficientes de atrito no ensaio de carga constante das amostras C-320 a seco, C-320 em óleo e MC-320 em óleo.	78
Figura 6.14 – Taxa de desgaste específica e coeficiente de atrito das amostras C-320 a seco, C-320 em óleo e MC-320 em óleo.	79
Figura 6.15 – Aspectos típicos das marcas de desgaste das amostras C-320 a seco, C-320 em óleo e MC-320 em óleo.	79
Figura 6.16 – Análise EDS das pistas das amostras C-320 em óleo e MC-320 em óleo.	80

LISTA DE TABELAS

Tabela 5.1 – Composição nominal do compósito autolubrificante e especificações técnicas das matérias-primas utilizadas.	37
Tabela 5.2 – Identificação das amostras com os respectivos códigos, processos e parâmetros das condições estudadas na etapa A.	39
Tabela 6.1 – Composição química do óleo LAB240A.....	65

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

PIB	Produto Interno Bruto
μ	Coefficiente de atrito
LH	Lubrificação hidrodinâmica
LEH	Lubrificação elastohidrodinâmica
LM	Lubrificação mista
LL	Lubrificação limite
C	Grafite
hBN	Nitreto hexagonal de boro
MoS ₂	Bissulfeto de molibdênio
H ₃ BO ₃	Ácido bórico
LabMat	Laboratório de Materiais
UFSC	Universidade Federal de Santa Catarina
F _e	Força de atrito estático
F _d	Força de atrito dinâmico
Fe ₃ O ₄	Magnetita
Fe ₂ O ₃	Hematita
BN	Nitreto de boro
λ	Livre caminho médio

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	16
2	OBJETIVOS	20
2.1	OBJETIVO GERAL	20
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	20
3	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....	21
3.1	TRIBOLOGIA.....	21
3.1.1	Atrito.....	23
3.1.2	Desgaste	23
3.1.3	Lubrificação fluida	25
3.1.4	Lubrificação sólida	27
3.2	COMPÓSITO AUTOLUBRIFICANTE A SECO	29
3.3	CALIBRAÇÃO	34
4	DELINEAMENTO EXPERIMENTAL	35
5	ETAPA A - CALIBRAÇÃO	36
5.1	MATERIAIS E MÉTODOS – ETAPA A.....	36
5.2	RESULTADOS – ETAPA A.....	41
5.3	CONCLUSÃO PARCIAL – ETAPA A.....	63
6	ETAPA B – ESTUDO TRIBOLÓGICO	65
6.1	MATERIAIS E MÉTODOS – ETAPA B	65
6.2	RESULTADOS – ETAPA B.....	69
6.3	CONCLUSÃO PARCIAL – ETAPA B	80
7	CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	82
8	SUGESTOES PARA TRABALHOS FUTUROS	83
	REFERÊNCIAS.....	84

1 INTRODUÇÃO

Quando duas superfícies de componentes estão em contato e em movimento relativo surgem forças em oposição a esse movimento que dificultam tal ação, as quais são chamadas forças de atrito (HUTCHINGS, 1992). Além do atrito, ao movimento também está associado o desgaste desses componentes, que reduzem a eficiência e a vida útil do sistema. Assim, grande parte da energia empregada para a movimentação desses sistemas é dissipada na forma de calor, atrito e desgaste.

Estudos afirmam que 23 % da energia consumida no mundo é devido a contatos tribológicos de superfícies em movimento relativo e que 1,4 % do PIB (Produto Interno Bruto) mundial poderiam ser economizado se perdas por atrito, desgaste e lubrificação fossem evitadas. Além disso, estima-se que um terço da energia total gerada na queima de combustíveis em um carro é perdido na forma de atrito no motor (HOLMBERG *et al.*, 2017; HOLMBERG *et al.*, 2014; ERDEMIR; HOLMBERG, 2015; HOLMBERG; ERDEMIR, 2019).

Assim, o aumento da severidade dos contatos tribológicos induziu uma crescente busca por sistemas mecânicos com maior eficiência energética, por meio do desenvolvimento de novos materiais e soluções lubrificantes para diminuir o coeficiente de atrito do sistema, prolongar a vida útil do sistema e favorecer a inserção de uma camada de lubrificante que separe as superfícies durante o movimento relativo. Dado o exposto, buscaram-se novas soluções de componentes que apresentem características topográficas adequadas à aplicação, com baixo coeficiente de atrito (μ) e que possuam propriedades mecânicas que atendam aos requisitos de projeto mecânico aliadas ao baixo custo.

A lubrificação fluida mais comumente utilizada em aplicações tribológicas é a que possui o óleo atuando na interface entre as superfícies em movimento relativo. Além de desempenhar um papel primordial na lubrificação, o óleo também proporciona amortecimento e arrefecimento ao sistema (GSCHWENDER *et al.*, 2001). Quatro regimes de lubrificação estão presentes durante o movimento recíproco dos componentes de sistemas mecânicos de engenharia que estão sob lubrificação fluída: hidrodinâmica (LH), elastohidrodinâmica (LEH), mista (LM) e limite (LL) (HUTCHINGS, 1992; NORTON, 2013). Entretanto, aplicações que envolvam pressões extremas de trabalho, elevadas temperaturas, ambientes de vácuo ou ambientes químicos severos limitam a sua utilização (MIYOSHI, 2011; SLINEY,

1982; SINGER, 1988; ERDEMIR, 2001). Nesses casos, os lubrificantes sólidos apresentam-se como uma alternativa.

Os lubrificantes sólidos têm se mostrado promissores para o controle do atrito e do desgaste, pois apresentam uma ampla faixa de temperaturas e pressões de trabalho, considerável estabilidade química, e ainda, podem ser considerados uma solução ecológica (ERDEMIR, 2001).

Os lubrificantes sólidos podem ser utilizados na forma de filmes depositados ou camadas geradas na superfície, ou, ainda, dispersos no volume de uma matriz, que resulta em materiais compósitos autolubrificantes a seco.

Dentre as várias rotas de fabricação, a mais comumente utilizada na indústria para a produção desses compósitos autolubrificantes a seco é a metalurgia do pó, que permite que o lubrificante sólido seja adicionado ao volume da matriz na etapa de mistura dos pós (DE MELLO *et al.*, 2017; SLINEY, 1982). Este processo oferece baixo custo para produção de grande volume de componentes, alta precisão dimensional e melhor controle da microestrutura e propriedades (LEMOISSON; FROYEN, 2005; DANNINGER; GIERLMAYER DR, 2013). Dentre os lubrificantes sólidos mais empregados estão a grafite (C), o nitreto hexagonal de boro (hBN), o bissulfeto de molibdênio (MoS_2) e o ácido bórico (H_3BO_3). A capacidade de lubrificação desses compostos é atribuída às suas estruturas lamelares com ligações fracas entre as lamelas que possibilitam o deslizamento de planos cristalinos quando submetidos a forças cisalhantes (ERDEMIR, 2001; SHARMA; ANAND, 2016; BINDER *et al.*, 2017; HAMMES *et al.*, 2017; RIVERA *et al.*, 2021; FURLAN *et al.*, 2017; FURLAN; DE MELLO; KLEIN, 2018).

Uma combinação de lubrificantes sólidos e líquidos é viável e pode ter um efeito sinérgico benéfico na redução do atrito e no aumento da resistência ao desgaste das superfícies em deslizamento, em especial, nos regimes de lubrificação elastohidrodinâmico e limite (DE MELLO *et al.*, 2009).

O Laboratório de Materiais (LabMat) da Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC) possui uma ampla linha de pesquisa que objetiva o desenvolvimento de compósitos autolubrificantes a seco com matriz ferrosa, o que tem proporcionado um grande portfólio de ligas que permite definir um compósito que melhor atenda aos requisitos de projeto com propriedades mecânicas e tribológicas superiores.

Existe uma categoria de materiais compósitos autolubrificantes pensados inicialmente para aplicações a seco (BINDER, 2009; HAMMES *et al.*, 2014; DE MELLO *et al.*, 2017).

Entretanto, a maioria das aplicações reais de engenharia trabalha com lubrificação fluida, mas essas enfrentam o problema da lubrificação limite, em que ocorre o contato das superfícies dos componentes no início do movimento relativo. Além disso, os estudos encontrados na literatura trabalharam com superfícies planas, com rugosidade bruta e sem calibração ou com óleos não adequados aos utilizados pela indústria e sem garantir condições e pressões de contato reais de trabalho (DE OLIVEIRA *et al.*, 2018).

Operações de pós-sinterização, como calibração, usinagem e brunimento, são normalmente realizadas na indústria para melhorar a densificação, controle dimensional e acabamento superficial de componentes oriundos da metalurgia do pó, dependendo das suas aplicações (RECKNAGEL *et al.*, 2011; HARDING *et al.*, 2017; JAIN *et al.*, 2010; EBERSBACH *et al.*, 2020; EBERSBACH *et al.*, 2019; BLAIS, 2008; MÔNEGO, 2021; TODD; SIDAMBE, 2013). A calibração é um processo simples e de baixo custo que consiste em um ajuste dimensional e geométrico das peças sinterizadas por meio de uma deformação plástica, limitada num volume próximo à superfície. É tipicamente obtida pela compressão dos componentes após a sinterização em um sistema de prensagem com pressões inferiores às utilizadas para compactação dos pós (JAIN *et al.*, 2010). Além do controle dimensional, a deformação a frio promovida pela calibração aumenta a densificação do componente e reduz sua rugosidade, fechando os vazios e a porosidade superficial, o que aumenta a dureza e a resistência à fadiga dos componentes produzidos a partir da metalurgia do pó (RECKNAGEL *et al.*, 2011; HARDING *et al.*, 2017).

A porosidade residual oriunda do processo de metalurgia do pó influencia o desempenho tribológico dos aços sinterizados, pois os poros podem atuar como retentores de detritos de desgaste, como reservatórios de lubrificante durante o processo de desgaste e também são concentradores de tensões que também favorecem a formação de trincas superficiais e o arrancamento de material por desgaste (LIM; BRUNTON, 1986; DUBRUJEAUD; VARDAVOULIAS; JEANDIN, 1994; DE MELLO; HUTCHINGS, 2001a; MARTIN; GARCÍA; BLANCO, 2015; LI; OLOFSSON, 2017). Por esse motivo, a redução da porosidade superficial devido à calibração também pode afetar as propriedades tribológicas dos componentes produzidos por metalurgia do pó, também denominado por componentes sinterizados, conforme apresentado por Jain *et al.* (2010). Os autores observaram uma redução de poros e uma tendência para microfissuração ao aumentar a pressão de calibração, o que resultou em um efeito prejudicial na taxa de desgaste específica de compósitos sinterizados à

base de Cu-Fe e mostra a importância de uma seleção da pressão de calibração para obter melhorias nas propriedades tribológicas.

Essa modificação do acabamento superficial por operações pós-sinterização pode ser ainda mais crítica nas propriedades tribológicas dos aços sinterizados autolubrificantes, uma vez que a deformação plástica da superfície induz ao fechamento dos reservatórios de lubrificante, como demonstrado para usinagem (EBERSBACH *et al.*, 2019) e brunimento (MÔNEGO, 2021). De Mello *et al.* (2017) compararam as condições de acabamento superficial polido e não polido no coeficiente de atrito e resistência ao desgaste de compósitos sinterizados à base de ferro autolubrificantes. O polimento promoveu o fechamento dos poros e dos reservatórios de grafite, o que resultou na redução do suprimento de lubrificante para a área de contato tribológico e, conseqüentemente, no aumento do coeficiente de atrito e da taxa de desgaste específica dos tribossistemas.

Embora existam alguns estudos sobre o efeito das operações de pós-sinterização no acabamento superficial e nas propriedades tribológicas de compósitos sinterizados autolubrificantes com matriz ferrosa, há muito a ser explorado, principalmente no que diz respeito à calibração.

Portanto, este estudo investiga o efeito do processo de calibração no comportamento tribológico de compósitos sinterizados autolubrificantes produzidos pela mistura de grafite e hBN com matriz à base de ferro. Para isso, avaliou-se a influência de três diferentes pressões de calibração (160, 320 e 480 MPa) na topografia da superfície, dureza, durabilidade da lubricidade do compósito e resistência ao desgaste dos componentes, e os resultados foram comparados com uma amostra apenas sinterizada. Além disso, o presente trabalho traz a oportunidade de utilizar uma combinação de lubrificação mista (sólida e fluida concomitantemente), visto que cada uma atuará em regimes diferentes de lubrificação, o que proporciona um efeito sinérgico benéfico e contribui para redução de atrito e desgaste das superfícies deslizantes, para condições de trabalho próximas àquelas utilizadas em sistemas mecânicos reais.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Investigar o efeito da calibração no comportamento tribológico de compósitos sinterizados autolubrificantes à base de ferro com adição de grafite e hBN a seco e sob lubrificação sólida e mista.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Compreender como o processo de calibração influencia o compósito autolubrificante a seco em relação à deformação plástica imposta, ao percentual de fase matriz e lubrificante sólido presente na superfície, à topografia da superfície e às propriedades tribológicas;
- Estudar o efeito conjunto da lubrificação mista em uma configuração de desgaste por deslizamento alternado quanto à formação e manutenção da tribocamada de um compósito autolubrificante;
- Comparar o efeito isolado da lubrificação fluida e da lubrificação sólida com a condição das lubrificações mistas quanto à formação da tribocamada e composição química da mesma.

3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Neste capítulo apresentam-se os principais temas discutidos no presente estudo. Inicialmente aborda-se a ciência da tribologia e os estudos referentes a atrito, desgaste e lubrificação e na sequência são abordados os compósitos autolubrificantes e a sua rota de produção via metalurgia do pó.

3.1 TRIBOLOGIA

O termo tribologia foi relatado pela primeira vez no relatório De Jost (1966), no qual definiu tribologia como a ciência que envolve a interação de superfícies em contato e movimento relativo e suas práticas associadas. As interações de superfícies em uma interface tribológica são altamente complexas e seu entendimento requer conhecimento multidisciplinar que vem ganhando cada vez mais relevância econômica e ambiental (MIYOSHI, 2011). A tribologia, portanto, engloba os estudos para entendimento dos fenômenos relacionados ao atrito, desgaste e lubrificação. Desta forma, as principais características para essa compreensão são a geometria da região do contato, as propriedades mecânicas dos materiais do sistema tribológico, o meio interfacial e a topografia das superfícies envolvidas (PROFITO, 2010).

Estima-se que as perdas resultantes do desconhecimento de boas práticas tribológicas sejam responsáveis por aproximadamente 4 % do PIB dos Estados Unidos que em 1966, resultou em cerca de 200 bilhões de dólares (BHUSHAN, 2013). De acordo com o relatório publicado por Jost (1966) em países industrializados poderia ser economizado cerca de 1 % do PIB devido à implementação de melhores práticas tribológicas. Estudos afirmam ainda que um terço dos custos energéticos mundiais, seja devido a perdas por atrito e que a economia esperada com pesquisas para redução de atrito e controle de desgaste seja 50 vezes o custo desses estudos (BHUSHAN, 2013).

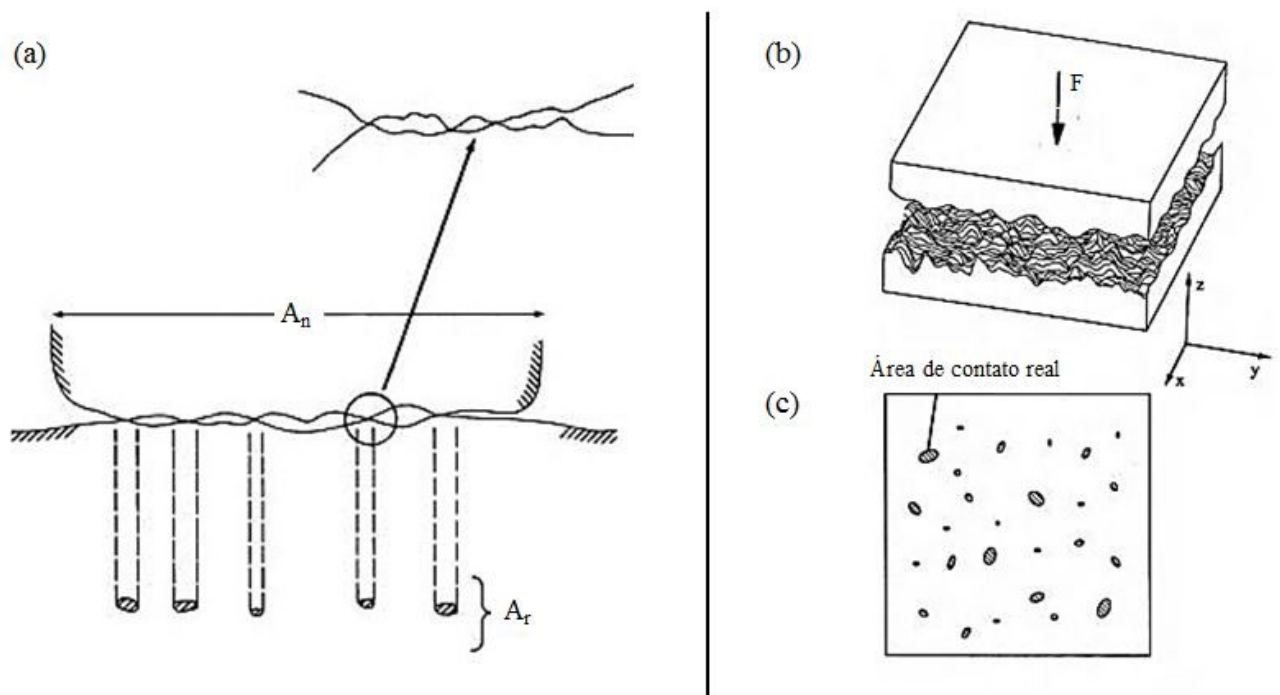
As interações de superfícies ditam e controlam o funcionamento de praticamente todos os dispositivos mecânicos de acordo com o desenvolvimento tecnológico. Um mecanismo fundamental em projetos de máquinas é o mancal, que por definição, consiste em duas superfícies em contato e movimento relativo. Associados ao contato e movimento esse estão as perdas mecânicas, sendo assim, é de interesse que um mancal absorva a menor quantidade

possível de energia do sistema e ocupe o menor espaço, com custo acessível e baixo desgaste (NORTON, 2013).

Uma superfície sólida possui estrutura e propriedades complexas dependentes da natureza dos sólidos, do método de preparação da superfície, e da interação entre a superfície e o meio ambiente. Sendo assim, as propriedades tribológicas não são intrínsecas do material e sim do sistema formado, que engloba corpo, contracorpo, presença de elemento interfacial e o meio ao qual o sistema está exposto. Suas propriedades afetam a área real de contato, atrito, desgaste e lubrificação (BHUSHAN, 2013).

Quando duas superfícies nominalmente planas estão em contato, a rugosidade das superfícies faz com que o contato ocorra em pontos discretos, conforme apresentado na Figura 3.1. A soma das áreas de todos os pontos de contato constitui a área de contato real (A_r) e, para a maioria dos materiais sujeitos à ação de uma carga normal, a área real será apenas uma pequena fração da área aparente (ou nominal) de contato (A_n). Portanto, a área real de contato é uma função da textura da superfície, propriedades do material e condições de carregamento interfacial (BHUSHAN, 2013).

Figura 3.1 – Representação esquemática em (a) de uma interface em 2D mostrando as áreas de contato nominal e real, em (b) contato entre duas superfícies em 3D e em (c) a respectiva área real de contato.



Fonte: Adaptado de Bhushan (2013).

3.1.1 Atrito

O atrito pode ser definido como a força que se opõe ao movimento relativo entre duas superfícies. Em sistemas mecânicos é preferível que essa força possua menor magnitude possível, visto que, sua redução implica em menores gastos de energia para movimentação de componentes e, portanto, maior eficiência (HUTCHINGS, 1992). Uma das maneiras de classificar o atrito é diferenciar o mesmo em estático (associado à força de atrito estática, F_e) e dinâmico (força de atrito dinâmica, F_d), em que o primeiro é referente à força necessária para iniciar o deslizamento relativo das superfícies, e o segundo, representa a força resistente atuante durante um movimento já existente (ASM HANDBOOK, 1992). A razão entre essa força de atrito e a carga normal aplicada é definida como coeficiente de atrito (μ).

Quando duas superfícies entram em contato, há como resultado o contato adesivo nas asperidades, causado por interações interatômicas, de modo a unir esses dois corpos. Nesses pontos de contato, formam-se ligações de força moderada e, para que esses corpos passem a se mover com velocidade relativa entre si, essas ligações devem ser quebradas. Na quebra dessas ligações, são geradas excitações locais que se dissipam pelo material em forma de ondas mecânicas e, portanto, geram calor. Portanto, a força de atrito é gerada principalmente pela contribuição da componente adesiva, referente à adesão química entre as asperezas em contato e a componente de deformação que se intensifica com a presença de partículas de desgaste (HUTCHINGS, 1992; BHUSHAN, 2013). Desse modo, quando há uma área real menor de contato, há como resultado um menor grau de interação entre as asperidades, o que geralmente resulta, portanto, em um menor desgaste.

O contato entre superfícies ocorre inicialmente em apenas alguns pontos para suportar a carga (força) normal. À medida que essa aumenta, as asperidades mais altas das duas superfícies entram em contato e a área real de contato cresce para suportar o aumento da carga. Sendo assim, a deformação ocorre nos pontos de contato, impondo tensões que se opõem à direção da carga aplicada.

3.1.2 Desgaste

Desgaste é definido como um dano em uma superfície provocado pela interação mecânica com outra superfície, e, na maioria dos casos o desgaste ocorre por meio de

interações entre as asperezas das superfícies (BAYER, 1995). Entretanto, esse dano pode ser considerado perda ou apenas deslocamento de material. Durante o movimento relativo, o material pode ser removido de uma superfície e se transferir para a outra ou então se soltar na forma de partículas de desgaste (detritos ou debris). Na primeira situação, a perda de massa na interface é zero, embora uma superfície esteja desgastada.

O desgaste, assim como o atrito, não é uma propriedade do material e sim uma resposta do sistema formado. Além disso, as interfaces que apresentam elevado coeficiente de atrito não necessariamente apresentarão altas taxas de desgaste. Por exemplo, cerâmicas apresentam atrito médio, mas desgaste muito baixo e, o oposto ocorre no caso de lubrificantes sólidos e polímeros.

A formação e circulação de detritos de desgaste, principalmente em aplicações cujos componentes apresentam folgas muito estreitas, podem ser mais cruciais que o volume real de desgaste, tendo em vista que em diversas situações as partículas geradas são maiores que as folgas.

O desgaste pode ser classificado de acordo com a marca de desgaste gerada (riscamento, com pite, polimento, entre outros), mecanismo físico de remoção do material (adesão, oxidação, abrasão, entre outros) e condições na qual ocorreu o desgaste (como exemplo, lubrificado, seco ou por deslizamento). Devido ao contato, há energia térmica gerada na superfície, que pode induzir a alteração da composição química e com exceção do mecanismo de fadiga, todos os outros ocorrem pela remoção gradual de material. Acredita-se que dois terços de todo o desgaste encontrado na indústria seja devido aos mecanismos de desgaste adesivo e abrasivo (BHUSHAN, 2013).

Em sistemas de deslizamento em geral, a influência da rugosidade no desgaste é maior nos períodos iniciais de funcionamento e esse desgaste inicial tende a aumentar o raio de curvatura das asperezas e promover uma distribuição mais uniforme de suas alturas. Segundo Reason (1973), os picos são desgastados, enquanto os vales originais podem ainda permanecer na superfície e podem auxiliar na distribuição do lubrificante. Sendo assim, uma superfície com um perfil de rugosidade com maiores vales tem a tendência de ser mais resistente ao desgaste por deslizamento.

As asperidades das superfícies em contato fornecem pontos nos quais elas se tocam e são responsáveis por suportar a carga normal imposta e, por consequência, gerar forças de atrito que atuam sobre elas e concentram a pressão de contato nessas microasperidades. Se uma corrente elétrica passa de uma superfície para a outra, ela deve percorrer os pontos de contato,

e é devido a isso que comumente se mede a resistência de contato elétrico durante os ensaios tribológicos (HUTCHINGS, 1992).

Tendo em vista a larga utilização de mancais em sistemas mecânicos, uma maneira de minimizar sua contribuição para a perda de eficiência de mecanismos é a adição de lubrificante entre as superfícies do mancal, por se tratar de um material de menor resistência ao cisalhamento (HUTCHINGS, 1992).

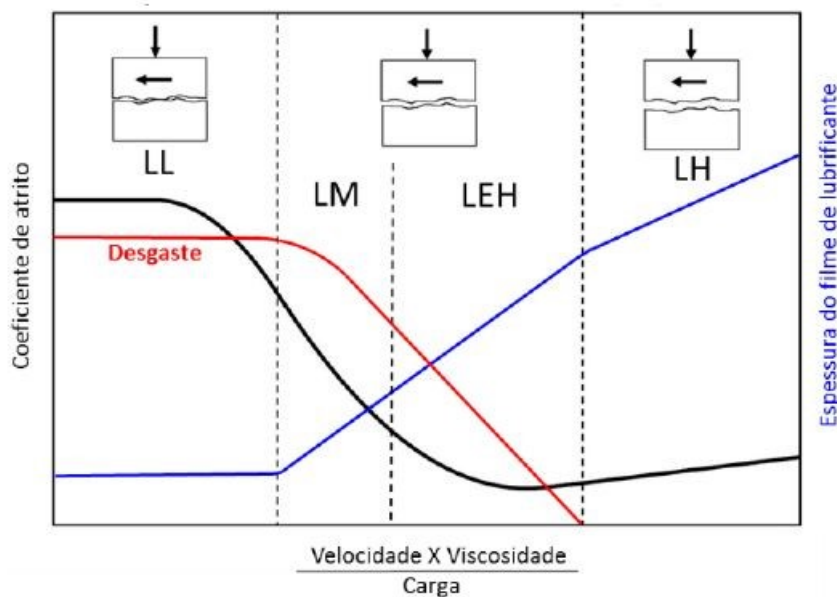
3.1.3 Lubrificação fluida

O princípio da lubrificação é ter uma camada que atue na interface entre duas superfícies em contato e movimento relativo, em que a substância dessa camada deve ter tensão de cisalhamento menor do que a do material que compõe as superfícies. Na maioria das aplicações tribológicas, a lubrificação fluida é utilizada para reduzir o atrito e minimizar as perdas por desgaste (HUTCHINGS, 1992). Entretanto, em condições de trabalho extremas, essa lubrificação perde eficiência e/ou seu uso se torna inviável (MIYOSHI, 2011). Além de atuarem na lubrificação dos sistemas, os lubrificantes fluidos também proporcionam amortecimento e arrefecimentos dos sistemas (GSCHWENDER *et al.*, 2001).

A viscosidade, definida como a resistência ao fluxo de um fluido deformado por forças cisalhantes, é a propriedade mais importante de um lubrificante fluido. Na prática, indica a capacidade do lubrificante de manter as superfícies, em movimento relativo, separadas mesmo sob elevadas cargas (SALVARO, 2015). Sendo assim, quanto maior a viscosidade, maior é a espessura do filme formado entre as superfícies. Os óleos são classificados de acordo com a sua origem, viscosidade e com a presença de aditivos em sua composição (STACHOWIAK; BATCHELOR, 2005).

A Figura 3.2 representa a curva de Stribeck teórica e mostra a variação do coeficiente de atrito para um mesmo fluido e a uma mesma pressão de contato em relação ao parâmetro de mancal (eixo das abscissas) que é uma constante adimensional calculada em função da velocidade, viscosidade e carga aplicada. Além disso, a curva relaciona a espessura do filme de lubrificante e o desgaste gerado nas superfícies durante os quatro regimes de lubrificação.

Figura 3.2 – Curva de Stribeck teórica com os principais regimes de lubrificação fluida.



Fonte: Adaptado de Yazawa, Minami e Prakash (2014).

Durante o movimento recíproco dos componentes de sistemas mecânicos de engenharia, estão presentes quatro regimes de lubrificação: hidrodinâmica (LH), elastohidrodinâmica (LEH), mista (LM) e limite (LL). No primeiro, se a velocidade aumentar e todos os outros parâmetros forem mantidos, ocorre o aumento da espessura do filme de óleo que reduz o contato entre as asperezas das superfícies, até o momento em que toda a superfície esteja envolta por uma camada de lubrificante e toda a carga seja suportada hidrodinamicamente sobre o fluido, portanto, não há desgaste. No regime de lubrificação elastohidrodinâmica, a espessura do filme é da mesma ordem de grandeza das asperezas das superfícies em movimento, fazendo que as deformações elásticas sejam transferidas entre elas. Há ainda o regime de lubrificação mista, na transição entre os dois últimos regimes citados, que consiste em áreas bem lubrificadas e regiões nas quais ocorre o contato direto e a carga é suportada pelas asperidades mais altas das superfícies. Por fim, há o regime de lubrificação limite, no qual ocorre o contato entre as asperidades das superfícies devido à espessura do filme ser menor que a própria aspereza dessas, e neste o desgaste é mais intenso (HAMROCK; SCHMID; JACOBSON, 2004; SALVARO, 2015).

A lubrificação hidrodinâmica somente é efetiva quando existe um valor apreciável na relação entre a velocidade de deslizamento, a viscosidade do fluido lubrificante e a carga normal aplicada entre os corpos. À medida que o valor dessa relação decresce, a espessura do filme lubrificante também é reduzida, conforme indicado pela curva azul da Figura 3.2. Tal

redução leva ao contato entre asperezas das superfícies e resultam na perda do regime de lubrificação hidrodinâmica e aumento do coeficiente de atrito e do desgaste (STACHOWIAK; BATCHELOR, 2005).

Em aplicações tribológicas com movimento de deslizamento alternado, ocorre principalmente o regime LM, visto que nas regiões extremas do movimento harmônico, onde há aceleração e desaceleração do movimento, prevalece a lubrificação limite, devido à baixa velocidade relativa entre as superfícies, enquanto que à medida que se afasta dos pontos extremos, o regime LEH predomina. Além disso, nos momentos iniciais de acionamento dos sistemas, também ocorre a lubrificação mista, o que gera maior atrito e desgaste. Visto isso, uma combinação de lubrificantes sólidos e líquidos é viável e pode ter um efeito sinérgico benéfico na redução do atrito e no aumento da resistência ao desgaste das superfícies de deslizamento, em especial, nos regimes misto e limite de lubrificação (DE MELLO *et al.*, 2009). Em situações de alta rotação e baixas cargas ocorre a mancalização hidrodinâmica e na situação oposta, os regimes elastohidrodinâmico e limite prevalecem. Sendo assim, o óleo atuará no regime LH, no qual a condição de desgaste é branda o suficiente para impedir a ação do lubrificante sólido, que será utilizado então quando houver o contato das superfícies deslizantes. Portanto, o efeito sinérgico ocorrerá, pois cada um dos lubrificantes atuará em regimes diferentes de lubrificação.

3.1.4 Lubrificação sólida

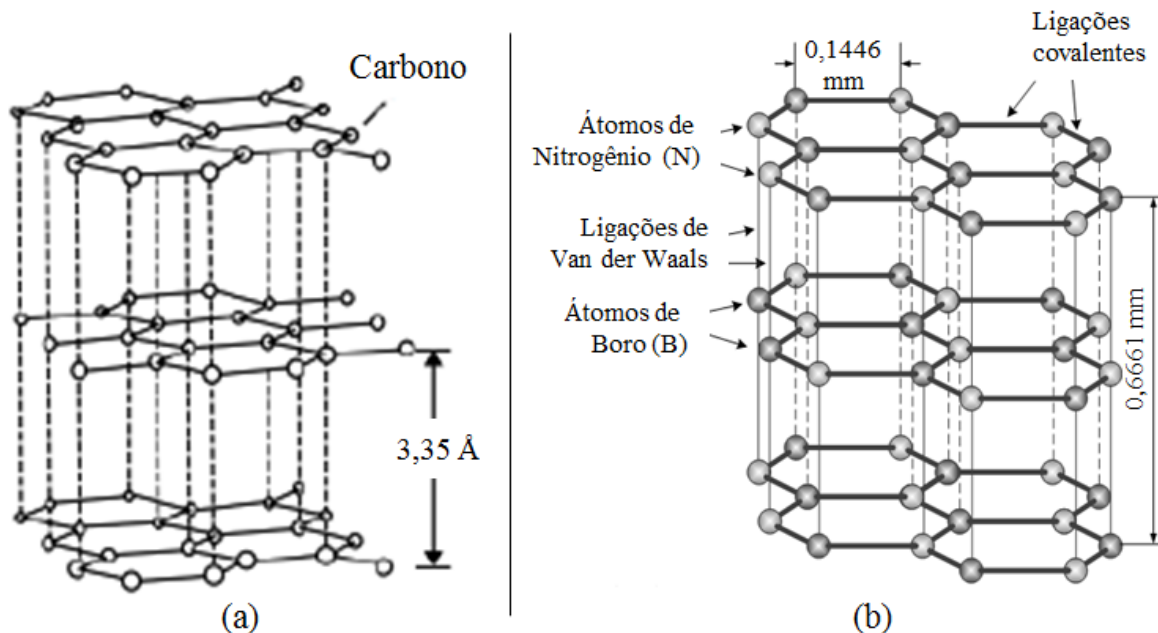
A crescente demanda por sistemas energeticamente eficientes aumentou consideravelmente a severidade dos contatos tribológicos. Uma alternativa para reduzir o desgaste durante o contato entre superfícies em movimento relativo é ter uma camada de lubrificante separando as mesmas. Uma das alternativas mais promissoras é a utilização de lubrificantes sólidos incorporados ao material, cujo objetivo é fornecer uma quantidade suficiente de lubrificante para criar uma interface de alta lubricidade entre as superfícies em contato e movimento relativo, preferencialmente sob condições em que há ausência de lubrificante fluido (a seco) (MIYOSHI, 2011; PODGORNIK *et al.*, 2014).

Quando presentes em uma interface de contato por deslizamento, os lubrificantes sólidos lamelares funcionam de maneira semelhante aos lubrificantes fluidos, pois seus planos cristalinos cisalham facilmente, o que proporciona um baixo coeficiente de atrito e minimiza o desgaste das superfícies (ERDEMIR, 2001).

Em situações de trabalho mais severas – valores extremos de temperatura, vácuo, pressão de contato, entre outros – o uso de lubrificantes fluidos pode se tornar inviável e, como alternativa, recorre-se à lubrificação sólida para controlar o atrito e o desgaste em sistemas mecânicos (CAMPOS *et al.*, 2015). Uma das vantagens do uso de lubrificantes sólidos é a redução do atrito em condições de lubrificação limite (LL), causada em mancais com lubrificação fluida (CLAUSS, 1972; MIYOSHI, 2011). Entretanto, o lubrificante sólido não auxilia no transporte de calor gerado durante o seu uso, devido à baixa taxa de troca térmica (CLAUSS, 1972; BINDER, 2009).

Dentre alguns exemplos de materiais inorgânicos que cumprem o papel de lubrificante sólido estão os sólidos lamelares, como o bissulfeto de molibdênio, o ácido bórico, a grafite e o nitreto hexagonal de boro (hBN). A estrutura cristalina desses materiais, na maioria dos casos, é lamelar ou em camadas, como pode ser visualizada nas estruturas da grafite e do hBN expostas na Figura 3.3. Outros materiais moles como a prata e o chumbo também podem ser utilizados como lubrificantes sólidos (BINDER, 2009; ERDEMIR, 2005).

Figura 3.3 – Estrutura cristalina da (a) grafite e (b) nitreto hexagonal de boro.



Fonte: Adaptado de (a) Erdemir (2001) e (b) Parucker (2008).

No caso dos sólidos lamelares, a sua lubrificidade se manifesta devido aos átomos da mesma camada estarem ligados fortemente uns aos outros, enquanto as lamelas permanecem relativamente longe e com ligações fracas entre si – forças de Van der Waals. Sua estrutura

crystalina lamelar faz com que planos de átomos ligados de maneira forte possam deslizar sobre outros com facilidade quando solicitados por uma carga cisalhante e, portanto, promovem a redução do atrito e do desgaste (ERDEMIR, 2001; PARUCKER, 2008; SLINEY, 1982).

O grafite é uma das formas alotrópicas do carbono, cuja estrutura lamelar é composta por planos de carbono que se ligam entre si por ligações covalentes sp^2 , e esses planos estão empilhados com o auxílio de forças intermoleculares de Van der Waals. As propriedades do grafite como lubrificante sólido são afetadas na presença de umidade, visto que a adsorção de água reduz a energia de adesão entre os planos, o que proporciona melhor cisalhamento. Sendo assim, o grafite é menos eficaz em ambientes de vácuo (CLAUSS, 1972; LIU *et al.*, 2013).

O hBN, uma das estruturas polimórficas do nitreto de boro (BN), é um lubrificante sólido lamelar que cuja aplicação requer pressões e temperaturas extremas, por resistir à degradação e oxidação até cerca de 1000 °C e ser inerte quimicamente. Além disto, é um excelente isolante elétrico e mantém suas propriedades sob vácuo (ERDEMIR, 2001).

3.2 COMPÓSITO AUTOLUBRIFICANTE A SECO

Os lubrificantes sólidos podem ser utilizados na forma de filmes depositados ou camadas geradas na superfície, ou ainda, dispersos no volume da matriz, o que resulta em materiais compósitos autolubrificantes com ausência de lubrificantes fluidos (a seco). Dentre as várias rotas de fabricação, a mais comumente utilizada na indústria para a produção desses compósitos autolubrificantes é a metalurgia do pó, que permite que o lubrificante sólido seja adicionado ao volume da matriz na etapa de mistura dos pós (SLINEY, 1982).

Para a produção de compósitos autolubrificantes com lubrificante sólido incorporado à matriz metálica, a metalurgia do pó é uma técnica atrativa e competitiva, pois possibilita a fabricação de peças com geometria complexa, baixo consumo de energia, elevado aproveitamento da matéria-prima, propriedades mecânicas dimensionadas de acordo com a aplicação, produção de grandes lotes associados ao baixo custo de fabricação, diversas combinações de elementos de liga. Além disso, mediante o controle da porosidade é possível produzir componentes impregnados com óleo (GRUPO SETORIAL DE METALURGIA DO PÓ, 2009). Todavia, dentre as limitações da técnica está o elevado custo do ferramental.

A elevada porosidade e a topografia da superfície dos componentes sinterizados levam

à perda de resistência mecânica e superfícies com baixa capacidade de suporte de carga, quando comparados com materiais totalmente densos. Entretanto, a presença de porosidade possui potencial benéfico, pois permite armazenar lubrificantes que podem ser liberados durante o deslizamento do componente, além da capacidade de armazenar partículas de desgaste (debris) durante o movimento (DE MELLO *et al.*, 2001; DE MELLO; HUTCHINGS, 2001a).

O material é denominado compósito quando contém no mínimo duas fases quimicamente distintas e insolúveis ou que têm baixa solubilidade entre si, além de, possuir uma interface definida. Neste caso, devem apresentar propriedades superiores às dos componentes isoladamente. O material compósito é constituído por uma fase contínua, dada neste estudo por uma matriz metálica ferrosa e outra fase descontínua, referente aos estoques de lubrificante sólido.

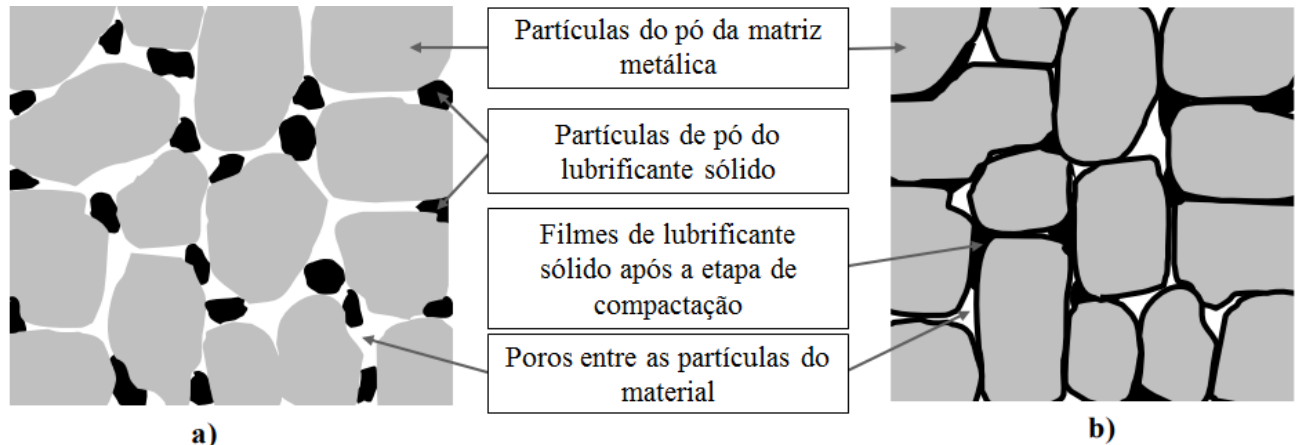
Para atingir os valores de coeficiente de atrito e de taxa de desgaste específica que atendem aos níveis de aceitação para lubrificação sólida, a maior parte desses materiais necessitam de elevado percentual de lubrificante sólido. Entretanto, esses lubrificantes na maioria dos casos são materiais moles que atuam como porosidade na matriz e apresentam baixa resistência ao desgaste e não possuem elevadas propriedades mecânicas, o que limita sua aplicação. Além disto, os lubrificantes sólidos promovem elevado grau de descontinuidade da matriz, visto que durante as etapas de mistura e compactação, ocorre o cisalhamento do lubrificante entres as partículas de pó da matriz, o que prejudica o processo de sinterização (BINDER *et al.*, 2010).

Para que um compósito autolubrificante possua elevada resistência mecânica e ao desgaste e, concomitantemente, baixo coeficiente de atrito, alguns requisitos fundamentais devem ser atingidos. Dentre esses estão a dureza, a resistência mecânica e grau de continuidade da matriz metálica, o tipo e teor volumétrico de lubrificante sólido adicionado ao material, tamanho de partícula e o livre caminho médio (λ) entre as partículas de lubrificante sólido disperso na matriz metálica (HAMMES, 2012).

Durante a homogeneização dos pós, o lubrificante sólido pode cisalhar e espalhar-se entre as partículas do pó metálico, o que é indesejável, visto que impede a formação de contatos durante a etapa de sinterização, o que resulta em maior descontinuidade da matriz (HAMMES, 2012). A Figura 3.4 traz de maneira esquemática em (a) a situação desejada, na qual os lubrificantes encontram-se dispersos no volume do material e em (b) a

situação indesejada que comumente ocorre após a etapa de mistura, que resulta em um filme de lubrificante recobrendo as partículas metálicas.

Figura 3.4 – Distribuição esquemática do lubrificante, em preto, disperso na matriz metálica. Em (a) situação desejada e em (b) a situação real após a etapa de homogeneização da mistura.



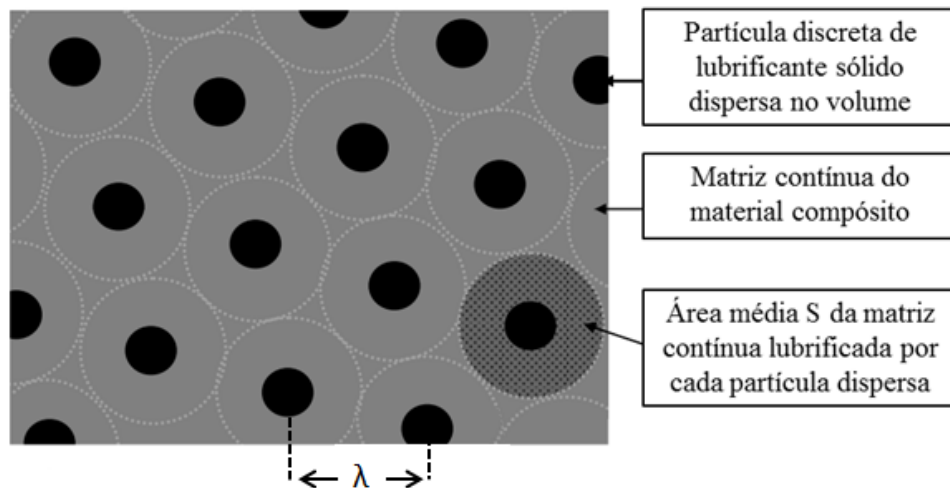
Fonte: Adaptado de Hammes (2012).

Sendo assim, as partículas de lubrificante sólido devem estar dispersas no volume do material de maneira descontínua e com uma distribuição uniforme de partículas com distribuição de tamanho monomodal, mantendo um livre caminho médio regular entre elas, de modo a atingir o modelo idealizado da microestrutura de um compósito autolubrificante, conforme apresentado na Figura 3.5. Dessa maneira, cada partícula deve ser capaz de lubrificar uma área bem definida da interface de contato durante o processo tribológico (HAMMES, 2012).

Durante o deslizamento entre as superfícies em movimento relativo, ocorre deformação da superfície e esta é acompanhada da deformação plástica da região logo abaixo da superfície. Sendo assim, os estoques de lubrificantes também são deformados, de maneira que o lubrificante sólido emerge para a superfície do componente e atua na interface na região de contato. Entretanto, ao mesmo tempo, a matriz metálica também sofre deformação plástica devido ao deslizamento contínuo e tende a restringir a quantidade dos estoques de lubrificante expostos na superfície. Nesse caso, o desempenho do compósito autolubrificante, bem como a quantidade de lubrificante sólido disponível para a lubrificação do sistema, é definido por um equilíbrio entre a quantidade de lubrificante que é expelido dos estoques e a extensão de sua cobertura. Por consequência, há uma quantidade limiar de lubrificante contido na matriz

abaixo da qual a eficiência do sistema é limitada pelo fluxo do material da matriz metálica (LIM; GUPTA; NG, 1997).

Figura 3.5 – Distribuição esquemática da fase lubrificante dispersa no volume do material cuja matriz metálica é contínua.



Fonte: Adaptado de Hammes (2012).

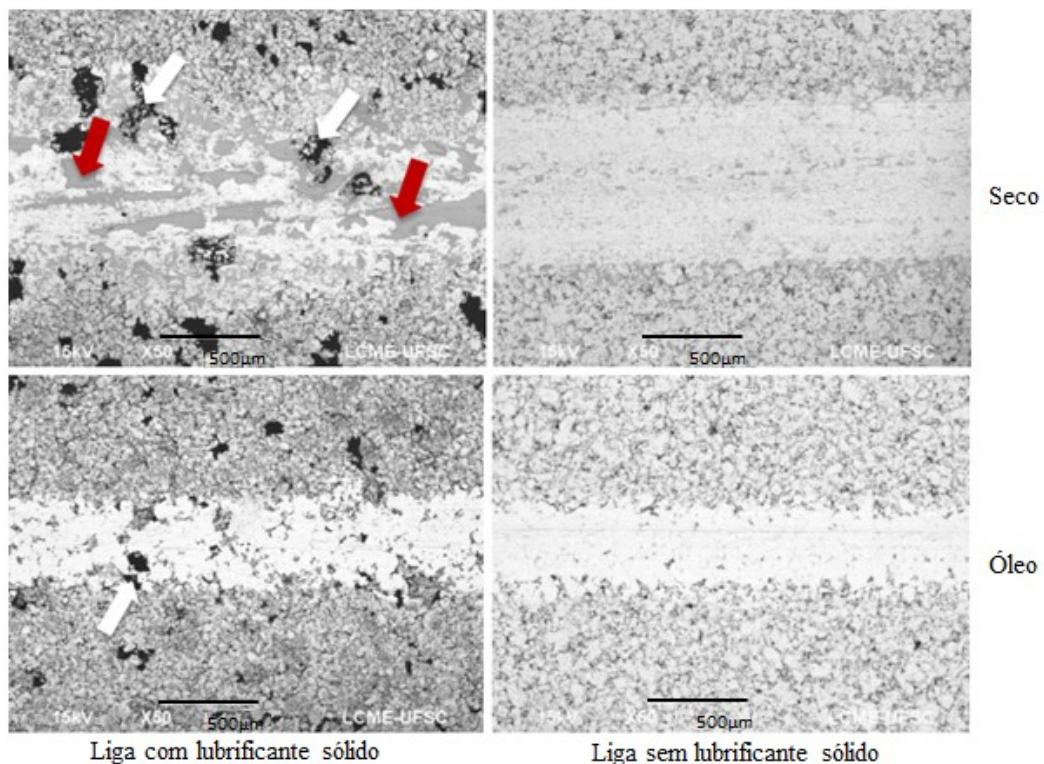
O coeficiente de atrito e o desgaste obtidos em um par tribológico são definidos pela natureza e propriedades das tribocamadas formadas no contato das superfícies em movimento relativo, isto é, são intrínsecos ao sistema definido. Sendo assim, um material, produzido via metalurgia do pó que contém lubrificante sólido, pode apresentar lubrificidade satisfatória sob determinadas condições de carga, velocidade e atmosfera, mas possuir um desempenho inadequado quando um desses parâmetros é alterado (FURLAN, 2016). Por definição, para que um material seja considerado autolubrificante, deve possuir coeficiente de atrito abaixo de 0,2 e taxa de desgaste específica inferior a 10^{-6} mm³/Nm (MIYOSHI, 2011).

O trabalho de De Oliveira Jr e De Mello (2014) estudou o efeito conjunto da lubrificação sólida – compósitos sinterizados contendo partículas de lubrificante sólido dispersos em uma matriz metálica – com a presença de um lubrificante líquido em regime de lubrificação mista em uma configuração de desgaste por deslizamento alternado. Este estudo mostrou que ao adicionar óleo no contato, o coeficiente de atrito foi reduzido em cerca de 25 % e com pouca flutuação durante todo o ensaio, e a taxa de desgaste específica foi reduzida em aproximadamente 50 %. Além disso, observou-se o efeito benéfico de redução do coeficiente de atrito quando comparado apenas com o lubrificante líquido, visto a ação do lubrificante sólido nas extremidades das marcas de desgaste, em que ocorre o regime de

lubrificação misto e/ou limite. A Figura 3.6 mostra as marcas de desgaste das amostras, com e sem lubrificante sólido, ensaiadas a seco e em óleo. É possível observar a formação de uma tribocamada mais intensa (apontada pelas setas vermelhas) na amostra com lubrificante sólido. Além disso, nessa amostra, é possível visualizar estoques de lubrificante abertos dentro da região de contato (setas brancas), embora no ensaio com óleo, parece não haver formação de tribocamada significativa. As pistas resultantes dos ensaios sem lubrificante sólido são mais lisas e com poros fechados.

O estudo de Dos Santos, Costa e De Mello (2015) avaliou por meio da triboscopia compósitos sinterizados que continham partículas de lubrificante sólido dispersas em uma matriz Fe-Si-C e evidenciou que há um aumento do coeficiente de atrito nas extremidades da pista, que pode estar associado à mudança no regime de lubrificação nessa região da pista, devido à baixa velocidade de deslizamento e ainda ao acúmulo de detritos nas extremidades da pista de desgaste.

Figura 3.6 – Mecanismos de desgaste das amostras com e sem lubrificante sólido ensaiadas a seco e em óleo.



Fonte: Adaptado de De Oliveira e De Mello (2014).

Diversos são os trabalhos encontrados na literatura que estudam o efeito da combinação entre a lubrificação sólida e fluida, entretanto, muitos parâmetros de ensaio não são condizentes com aplicação reais, como é o caso de superfícies brutas sinterizadas, cujos parâmetros topográficos estão fora do especificado normalmente por projetos mecânicos de componentes reais de engenharia, pressões de contato diferentes daquelas vistas em sistemas mecânicos e óleos que não são utilizados comercialmente.

3.3 CALIBRAÇÃO

O processo de calibração ocorre pós-sinterização e é comumente utilizado em peças fabricadas por meio da rota da metalurgia do pó, como em freios e revestimentos de embreagem, com o intuito de melhorar as propriedades físicas, a resistência mecânica e a dureza, além de obter superfícies com menor rugosidade e com tolerâncias dimensionais mais estreitas, apropriadas para a peça final (JAIN *et al.*, 2010).

Este processo normalmente ocorre em temperatura ambiente, utilizando matrizes semelhantes às utilizadas durante a compactação do pó (HARDING *et al.*, 2017). Propriedades físicas e mecânicas, tais como, densidade, dureza e resistência mecânica foram superiores após a calibração, conforme investigado para componentes à base de cobre e ferro produzidos via metalurgia do pó (JAIN *et al.*, 2010).

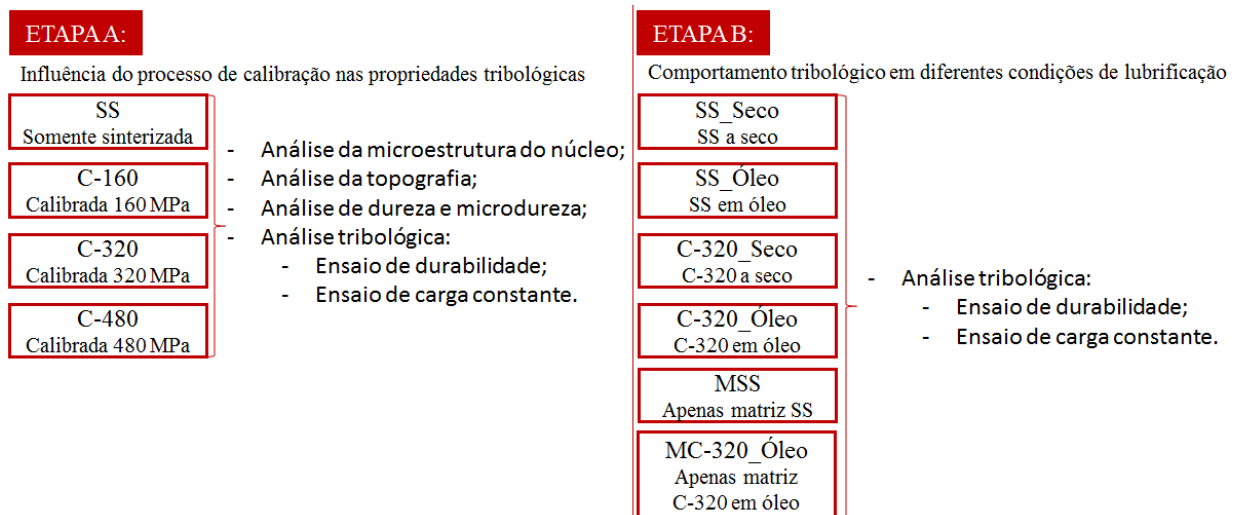
Além disso, este processo pode ser utilizado em conjunto com processos de tratamentos térmicos, entretanto, há um desafio em aplicar a calibração antes, durante ou após o tratamento. Por exemplo, se a calibração for aplicada antes da solubilização, quaisquer alterações causadas pela operação de calibração seriam amplamente aniquiladas durante o tratamento térmico, e o produto pode estar propenso à distorção induzida pela têmpera. Há um claro vazio na literatura sobre os efeitos da operação de calibração em relação às propriedades tribológicas e é isso que este trabalho se propõe.

4 DELINEAMENTO EXPERIMENTAL

A partir deste capítulo, o trabalho apresentará cada uma das duas etapas individualmente, em que se abordarão seus objetivos, materiais e métodos, discussão dos resultados e conclusão. A etapa A correspondeu ao estudo da influência do processo de calibração pós-sinterização nas propriedades tribológicas de um compósito autolubrificante sinterizado com matriz metálica composta por Fe-Ni-Si e com os lubrificantes sólido grafite e hBN dispersos. Para isto, três pressões de calibração (160, 320 e 480 MPa) foram estudadas quanto ao impacto na topografia, na dureza e principalmente nas propriedades tribológicas deste compósito. A amostra que apresentou melhores resultados quanto ao desgaste e com topografia coerente com a aplicação industrial foi escolhida para dar continuidade à etapa seguinte. A etapa B teve por objetivo avaliar o comportamento tribológico da superfície resultante em diferentes condições de lubrificação (a seco e em óleo), para compreender a interação entre as lubrificações sólida e fluida considerando uma topografia coerente com a aplicação industrial.

A Figura 4.1 traz a representação esquemática das etapas de desenvolvimento do trabalho. Os experimentos e caracterizações desta pesquisa foram realizados no Laboratório de Materiais da UFSC com o auxílio da empresa *Nidec Global Appliance* (Embraco).

Figura 4.1 – Representação esquemática das etapas de desenvolvimento do trabalho.



Fonte: Autoria própria.

5 ETAPA A - CALIBRAÇÃO

A etapa A teve por objetivo compreender como o processo de calibração influencia o compósito autolubrificante a seco quanto à topografia da superfície, às propriedades mecânicas e, por fim, quanto às propriedades tribológicas.

O LabMat possui uma ampla linha de pesquisa com inúmeros trabalhos publicados com foco no desenvolvimento de compósitos autolubrificantes a seco por meio da rota de produção da metalurgia do pó, o que propiciou um grande portfólio dessas ligas com diferentes propriedades mecânicas e custos de fabricação (PARUCKER, 2008; BINDER, 2009; HAMMES, 2012; FURLAN, 2016; MÔNEGO, 2017). A partir desse portfólio foi possível definir o compósito a ser utilizado nesta dissertação, cujas propriedades mecânicas e tribológicas melhor se adequam com o projeto de um componente real de engenharia e que apresente um custo de matéria-prima atrativo e coerente para manufatura de componentes.

Sendo assim, a etapa A iniciou pela produção das amostras conforme rota de produção convencional da metalurgia do pó e teve como foco a variação da pressão de calibração pós-sinterização em três níveis diferentes (160 MPa, 320 MPa e 480 MPa). Como referência, foi utilizada a amostra somente sinterizada (0 MPa de pressão de calibração). Os resultados da etapa A foram publicados na revista *Wear* com o título “*Influence of post-sintering sizing process on the tribological behaviour of self-lubricating iron-based composite*” (ANSELMO *et al.*, 2022).

5.1 MATERIAIS E MÉTODOS – ETAPA A

Para este estudo, um compósito de matriz metálica à base de ferro-silício-níquel contendo grafite e hBN como lubrificantes sólidos foi produzido pela rota convencional da metalurgia do pó. A Tabela 5.1 detalha a composição nominal do compósito autolubrificante e as especificações técnicas das matérias-primas utilizadas.

A quantidade específica de 6,5 % de grafite e 1 % de hBN foi baseada no trabalho de (HAMMES *et al.*, 2017), onde foram avaliados diferentes teores totais de grafite e hBN (5,0, 7,5 e 10 % vol.). De acordo com este estudo, um maior teor total de lubrificantes sólidos é prejudicial às propriedades mecânicas do compósito e uma menor proporção de hBN melhora as propriedades mecânicas e tribológicas. Além disso, níquel foi adicionado à mistura de pós para aumentar a tenacidade e a dureza do compósito por solução sólida substitucional,

enquanto o pó de Fe45Si (portador de carga do silício) ajuda a estabilizar a fase alfa do ferro devido às características alfacênicas do silício. Assim, a difusão do carbono na matriz é desfavorecida, e este elemento é mantido na forma de reservatórios de lubrificante sólido de grafite no volume do compósito (HAMMES *et al.*, 2017; DE MELLO *et al.*, 2017; DE MELLO *et al.*, 2013).

Tabela 5.1 – Composição nominal do compósito autolubrificante e especificações técnicas das matérias-primas utilizadas.

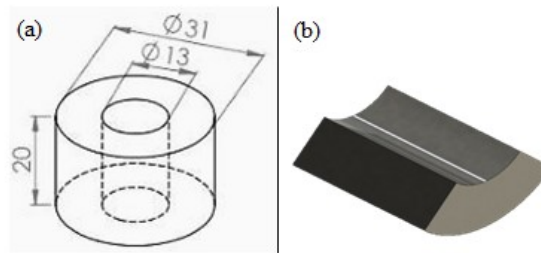
Pó	Porcentagem	Fabricante	Tamanho de partícula d50	Tamanho de partícula d90
Fe (AHC 100.29)	balanço	Höganäs	100 µm	165 µm
Ni	4,0 % m	Osprey Sandvik	10,5 µm	22 µm
Si (Fe45Si)	0,5 % m	Osprey Sandvik	10 µm	20,5 µm
C (Micrograph 99545HP)	6,5 % vol.	Nacional de Grafite	32 µm	72 µm
hBN (AC6028)	1,0 % vol.	Momentive	125 µm	180 µm

Fonte: Autoria própria.

A liga foi homogeneizada em um misturador Y durante 45 min, sem esferas, com uma rotação de 35 RPM e com a adição de 0,8 %, em massa, de lubrificante de compactação (Kenolube) para auxiliar na conformação dos pós. A mistura de pós foi compactada na forma de um cilindro de 31 mm de diâmetro e 20 mm de altura com um furo passante de 13 mm de diâmetro, como apresentado na Figura 5.1(a). A definição da geometria se deu por assemelhar-se a um mancal e mais especificamente a uma bucha. A pressão de compactação aplicada ao corpo de prova foi de 600 MPa em uma prensa hidráulica automática da marca Gabbrielli com matriz de duplo efeito.

Os corpos de prova foram sinterizados em um forno industrial (Elnik), em atmosfera controlada de mistura padrão, composta por 95 % de argônio e 5 % de hidrogênio. O ciclo térmico iniciou com taxa de aquecimento de 3 °C/min até 400 °C, depois prosseguiu até 550 °C a 1 °C/min e nessa temperatura permaneceu por 90 min para extração do Kenolube adicionado para auxiliar a compactação. Por fim, o ciclo seguiu até 1120 °C, com taxa de aquecimento de 5 °C/min e permaneceu nesta temperatura por 60 min.

Figura 5.1 – Em (a) representação esquemática do corpo de prova compactado e (b) amostra utilizada para caracterização microestrutural e ensaios tribológicos.



Fonte: Autoria própria.

O pós-processo de calibração foi realizado prensando novamente os corpos de prova cilíndricos sinterizados em uma matriz de prensa hidráulica automática (Gabbrielli). Antes da calibração, os corpos de prova foram submersos em óleo apropriado para lubrificar as peças antes do processo de calibração (Former S-4020), o qual foi completamente extraído após a operação por aquecimento ao ar em forno tubular a 100 °C por 3 h. Para avaliar a influência da pressão de calibração, três cargas distintas foram testadas: 160 MPa (10 t), 320 MPa (20 t) e 480 MPa (30 t). Além disso, uma amostra apenas sinterizada foi testada para estabelecer uma base de comparação. A Tabela 5.2 apresenta os códigos dos corpos de prova utilizados nesta etapa do trabalho e a descrição de seus respectivos processos e parâmetros.

Os corpos de prova foram cortados, para obtenção de amostras como a mostrada na Figura 5.1(b). Além da caracterização microestrutural, essa geometria também foi utilizada para os ensaios tribológicos. A microestrutura resultante do compósito autolubrificante foi analisada em microscópio óptico (Leica DM4000M) em uma amostra preparada metalograficamente por meio de corte, embutimento, lixamento e polimento. Dessa forma, foi possível verificar a distribuição dos poros, reservatórios de lubrificante sólido e identificar qualitativamente as fases presentes no material, por meio de ataque químico com Nital 2 % (98 % de álcool etílico absoluto e 2 % de ácido nítrico).

O microscópio eletrônico de varredura (MEV) Tescan – Vega3 LM foi utilizado para adquirir as imagens com elétrons secundários (SE), cujo contraste na imagem é dado, sobretudo, pelo relevo da amostra, e por elétrons retroespalhados (BSE), com contraste, devido ao número atômico dos elementos presentes. Essas imagens foram utilizadas para compreender como os estoques de lubrificante sólido e as matrizes respondem à calibração e ainda para avaliar a evolução da topografia das superfícies.

Tabela 5.2 – Identificação das amostras com os respectivos códigos, processos e parâmetros das condições estudadas na etapa A.

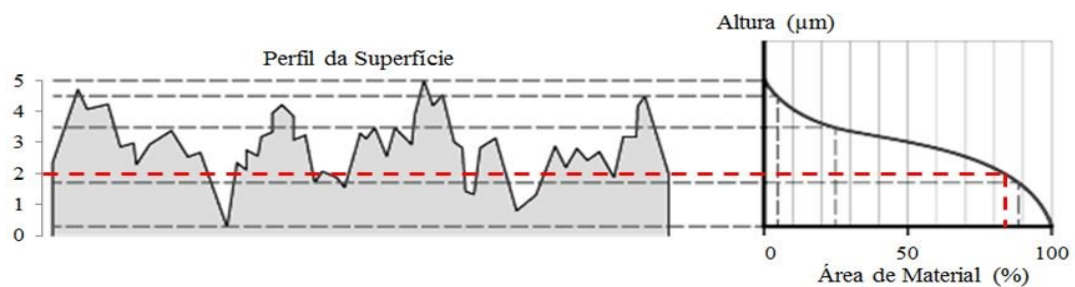
Código	Processo	Pressão de Calibração (MPa)
SS	Somente sinterização	0
C-160	Sinterização + Calibração	160
C-320	Sinterização + Calibração	320
C-480	Sinterização + Calibração	480

Fonte: Autoria própria.

Os mapas topográficos foram obtidos por meio de um interferômetro de luz branca da marca Zygo, modelo Newview 7300. Para os parâmetros topográficos, pelo menos 10 áreas de 1 mm² foram processadas e analisadas por amostra usando o software MountaisMap® Universal 7.4. Primeiramente, a forma e a ondulação foram removidas e, por fim, os parâmetros de rugosidade foram extraídos e analisados.

Há uma variedade de parâmetros topográficos capazes de caracterizar uma superfície e recomenda-se que a escolha dos parâmetros topográficos deva abranger parâmetros de todas as classes, isto é, de altura, funcional, espacial e híbridos. Dentre os parâmetros topográficos analisados, o principal deles foi o parâmetro funcional de fração de apoio (ou de contato, Smr%), presente na curva de Abbott-Firestone, que representa a relação entre altura e a razão da área de material, conforme representado esquematicamente na Figura 5.2. Esse representa a proporção, em percentual, de material que segmenta o perfil de rugosidade em uma altura pré-determinada. No caso deste estudo, a altura selecionada foi de 3 µm abaixo do ponto mais alto do perfil e espera-se que a proporção de material seja superior a 80 %, conforme definido em projeto. A escolha desse parâmetro se deu por ser fundamental no desenvolvimento de componentes, principalmente daqueles cujas superfícies sofrem mancalização.

Figura 5.2 – Curva de Abbott-Firestone.

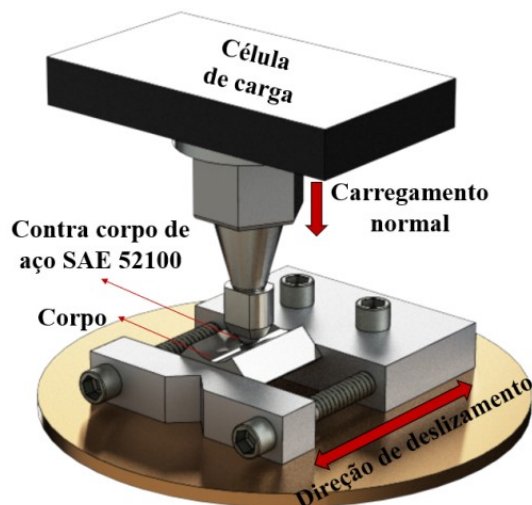


Fonte: Adaptado de Salcedo, Coral e Ochoa (2018).

A dureza foi avaliada por meio de ensaios de macrodureza (EMCO-TEST, M4C 250 G3) e microdureza (Shimadzu HMV-2T E) e foram realizadas cinco indentações para cada amostra. O ensaio de dureza Brinell (HBW 2,5/31,25) foi realizado na parede interna das amostras cilíndricas para calcular a dureza aparente do compósito. As medidas foram realizadas utilizando um indentador esférico de tungstênio de 2,5 mm de diâmetro sob uma força de ensaio de 31,25 kgf por 10 s, seguindo o método definido na norma MPIF 43 (METAL POWDER INDUSTRY FEDERATION, 2012). O ensaio de microdureza Vickers foi realizado na seção transversal para avaliar um possível efeito de encruamento (endurecimento por deformação plástica) da matriz metálica devido à deformação a frio do processo de calibração. Para tanto, os corpos de prova foram submetidos a um procedimento metalográfico prévio para realização da medição exclusivamente na matriz metálica, aplicando-se uma carga de 0,5 kg (HV0,5) de acordo com a norma MPIF 51 (METAL POWDER INDUSTRY FEDERATION, 2012).

As propriedades tribológicas dos sistemas foram avaliadas por meio de ensaios de deslizamento alternado a seco usando uma configuração de esfera contra cilindro em um tribômetro CETR (UMT-4), esquematizado na Figura 5.3. Todos os ensaios foram conduzidos na parede interna da amostra cilíndrica sob curso constante (10 mm), frequência (2 Hz), temperatura ambiente (22 ± 4 °C) e umidade relativa (30 ± 10 %). Uma esfera de aço para rolamento ao cromo AISI 52100 com 5 mm de diâmetro foi utilizada como contracorpo. Para cada condição foram realizadas cinco réplicas, e um novo contracorpo foi utilizado.

Figura 5.3 – Esquema da configuração utilizada nos ensaios tribológicos.



Fonte: Autoria própria.

Dois diferentes conjuntos de ensaios tribológicos de deslizamento alternado foram realizados neste estudo: carga variável para obter a durabilidade da lubricidade e carga constante para obter a taxa de desgaste específica. O primeiro consistiu em um ensaio de carga incremental para avaliar a durabilidade do regime de lubrificação dos sistemas, seguindo a metodologia de (DE MELLO; BINDER, 2006). Para este ensaio, um incremento de 7 N na carga normal foi aplicado a cada 10 min até que o coeficiente de atrito do sistema atingisse valores superiores a 0,20, o que representa a perda do efeito de lubricidade (MIYOSHI, 2011). Assim, a durabilidade do sistema tribológico foi calculada como o trabalho até o fim do regime de lubricidade (produto entre carga e distância onde termina o regime de lubricidade). Para este tipo de ensaio foram realizadas ao menos quatro repetições por condição de pressão de calibração.

Por fim, a taxa de desgaste específica dos sistemas foi avaliada por meio de ensaios de carga constante (7 N) por 120 min. Para quantificar as taxas de desgaste, um perfilômetro (Taylor Hobson, Form Taylorsurf série 120 mm) foi utilizado para analisar os perfis das marcas de desgaste das amostras. Dez perfis foram medidos na região central de cada pista de desgaste e, posteriormente, suas áreas desgastadas foram quantificadas usando o software MountainsMap Universal[®] 7.4. Em seguida, os volumes desgastados foram calculados multiplicando as áreas desgastadas pelo comprimento do curso e as taxas de desgaste foram finalmente obtidas por meio da equação: Taxa de desgaste específica = $V/(C * d)$, de acordo com o modelo de Archard. Onde V é o volume desgastado em mm^3 , C é a carga normal aplicada em Newton e d é a distância total de deslizamento em metro.

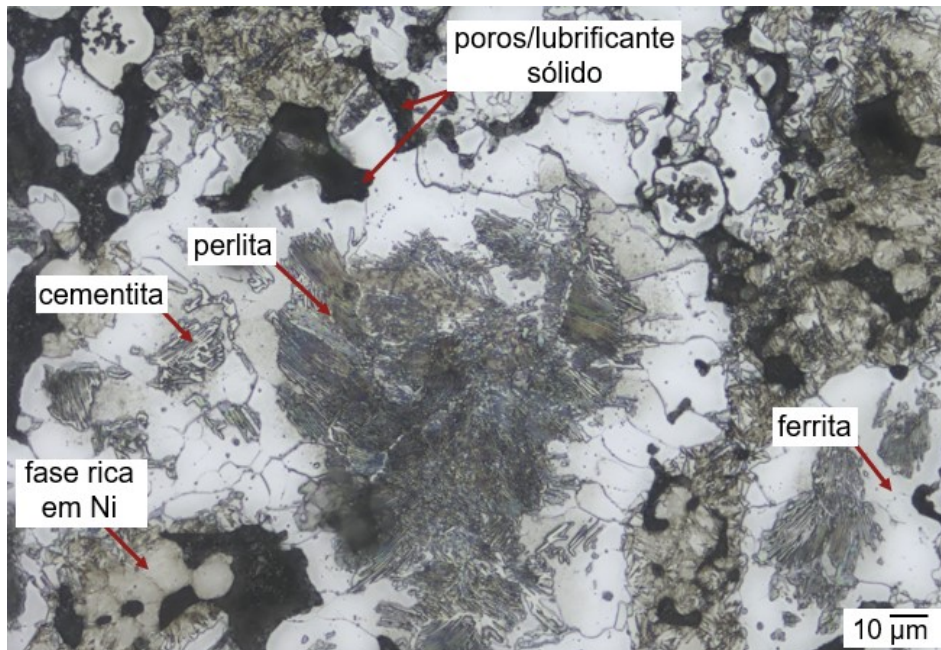
As marcas de desgaste foram examinadas via MEV (imagens adquiridas com 15 kV) e a análise química foi realizada por espectroscopia de raios X por dispersão de energia dispersiva de raios-X (EDS) utilizando 10 kV para aquisição dos espectros. A menor voltagem utilizada na análise de EDS teve como objetivo minimizar o volume de interação do feixe de elétrons com o substrato.

5.2 RESULTADOS – ETAPA A

A microestrutura típica do compósito autolubrificante produzido neste trabalho é mostrada na Figura 5.4, a qual foi obtida a partir do núcleo da seção transversal de um corpo de prova sinterizado, utilizado como referência. O compósito sinterizado apresentou microestrutura de matriz metálica predominantemente perlítica, com a fase ferrita presente em

regiões onde inicialmente foram encontradas partículas pré-ligadas de ferro-silício. Além dessas, cementita e uma fase rica em níquel também foram detectadas na microestrutura da matriz metálica. Em contrapartida, as áreas escuras estão relacionadas às descontinuidades da matriz, que compreendem os reservatórios de lubrificantes sólidos (grafite e hBN) e poros inerentes ao processo de fabricação por metalurgia do pó. Todos esses constituintes microestruturais estão de acordo com a microestrutura dos compósitos autolubrificantes sinterizados contendo Fe-C-Si apresentados na literatura (HAMMES *et al.*, 2017; DE MELLO *et al.*, 2017; DE MELLO *et al.*, 2011; DE MELLO *et al.*, 2013; HAMMES *et al.*, 2014; BINDER *et al.*, 2016), onde detalhes sobre os aspectos metalúrgicos destes materiais podem ser encontrados. Além disso, de acordo com De Mello *et al.* (2013), embora a adição de níquel na matriz metálica não altere substancialmente os constituintes microestruturais do compósito, a adição desse elemento de liga melhora as propriedades mecânicas e tribológicas do compósito.

Figura 5.4 – Microestrutura típica do compósito sinterizado autolubrificante.

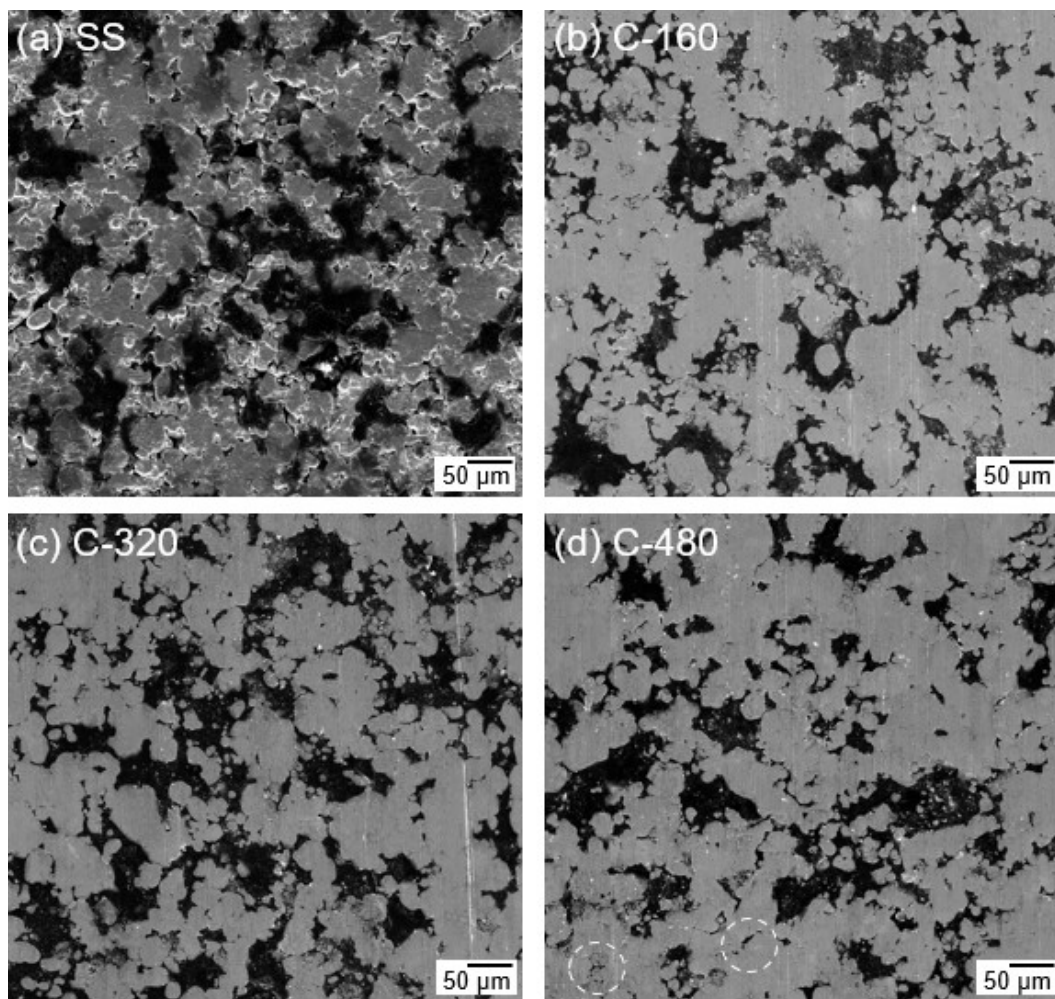


Fonte: Autoria própria.

A Figura 5.5 apresenta as imagens de MEV das superfícies típicas das amostras apenas sinterizadas (SS) e das três amostras calibradas, utilizando um detector de elétrons secundários (SE). As regiões cinza estão relacionadas à matriz metálica do compósito e as regiões escuras aos vazios, poros e/ou estoques de lubrificante sólido. O processo de

calibração levou a uma modificação significativa na topografia do componente autolubrificante sinterizado, gerando um acabamento superficial mais liso. Os corpos de prova calibrados apresentaram redução visível na quantidade e no tamanho das regiões escuras na superfície quando comparados ao corpo de prova apenas sinterizado, conforme Figura 5.5(a). O escoamento plástico causado pela compressão do material durante a operação de pós-sinterização induz o fechamento dos vazios entre as partículas da matriz metálica, os poros e os reservatórios de lubrificante, conforme apontado anteriormente na literatura (RECKNAGEL *et al.*, 2011; HARDING *et al.*, 2017; JAIN *et al.*, 2010). Tal fenômeno parece intensificado para maiores pressões de calibração, como visto na superfície da amostra C-480, em que os menores poros/estoques de lubrificante estão mais fechados e em forma de veios finos, conforme destacados na Figura 5.5(d) pelos círculos brancos tracejados.

Figura 5.5 – Imagens da superfície, obtidas via MEV, para as amostras (a) SS, (b) C-160, (c) C-320 e (d) C-480.

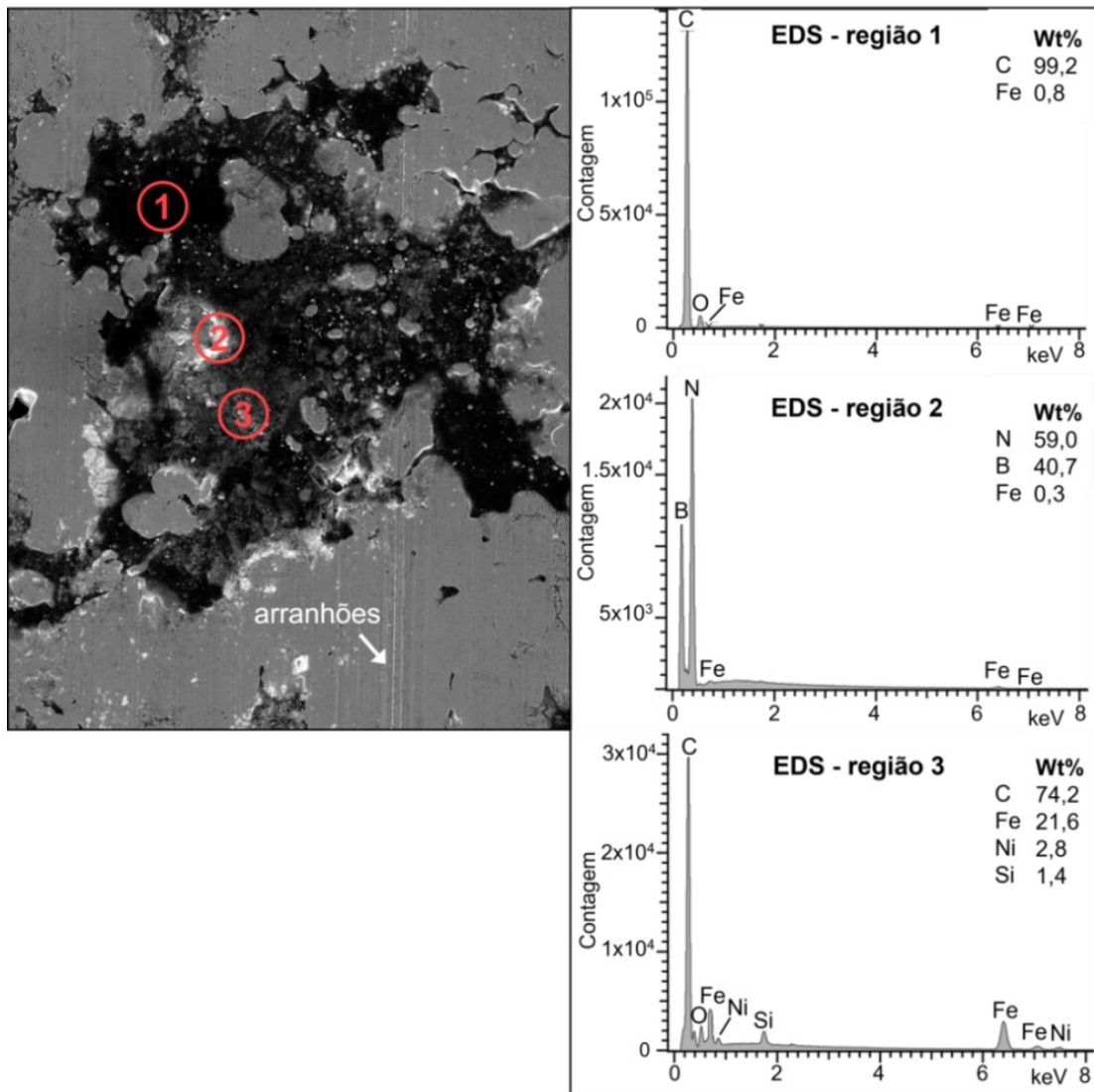


Fonte: Autoria própria.

A morfologia típica e a composição química (lado esquerdo) de um estoque de lubrificante sólido apresentado na superfície de uma amostra calibrada (C-320) são mostradas na Figura 5.6. É importante notar que mesmo após a deformação plástica da superfície, os lubrificantes sólidos (grafite e hBN) permanecem expostos na superfície, conforme indicado pela análise química EDS da região 1 e região 2, respectivamente, o que deve promover a lubrificação da superfície durante o contato tribológico. Entretanto, foi observado um fluxo plástico da matriz metálica sobre algumas regiões dos estoques de lubrificantes sólidos produzido pelo processo de calibração. Conforme pode-se observar no espectro de EDS da região 3, localizado dentro de um estoque de lubrificante sólido, que além da presença de carbono (grafite) há uma grande quantidade de Fe (~21 % em massa) e ainda traços de Ni e Si provenientes da matriz do compósito. Embora este efeito de cobertura tenha sido detectado para todos os corpos de prova calibrados, não foi possível estabelecer uma relação direta entre sua intensidade e a pressão de calibração. Além disso, algumas marcas de desgaste decorrentes da matriz de calibração podem ser vistas sobre a matriz metálica ao longo da direção do processo de calibração (seta branca).

A Figura 5.7 mostra as projeções axonométricas de todas as condições estudadas (lado esquerdo) e seus respectivos perfis médios de superfície (lado direito), em que o eixo das ordenadas é relacionado às alturas das irregularidades (picos e vales) e o eixo das abcissas ao comprimento das áreas analisadas. Estes resultados fornecem detalhes da superfície que ajudam a entender a evolução da topografia causada pelo processo de calibração pós-sinterização. O corpo de prova apenas sinterizado, Figura 5.7(a), exibiu a topografia mais irregular, constituída por picos médios mais altos e vales mais profundos (~0,6 μm em relação à linha média), em que estes últimos estão diretamente associados aos poros e estoques de lubrificante sólido. A calibração com 160 MPa (Figura 5.7(b)) melhorou o acabamento superficial do compósito autolubrificante, achatando os altos picos e reduzindo a profundidade dos vales (<0,15 μm em relação à linha média), o que confirma um efeito de fechamento da porosidade e dos estoques de lubrificantes após o processo de calibração devido à deformação plástica da superfície.

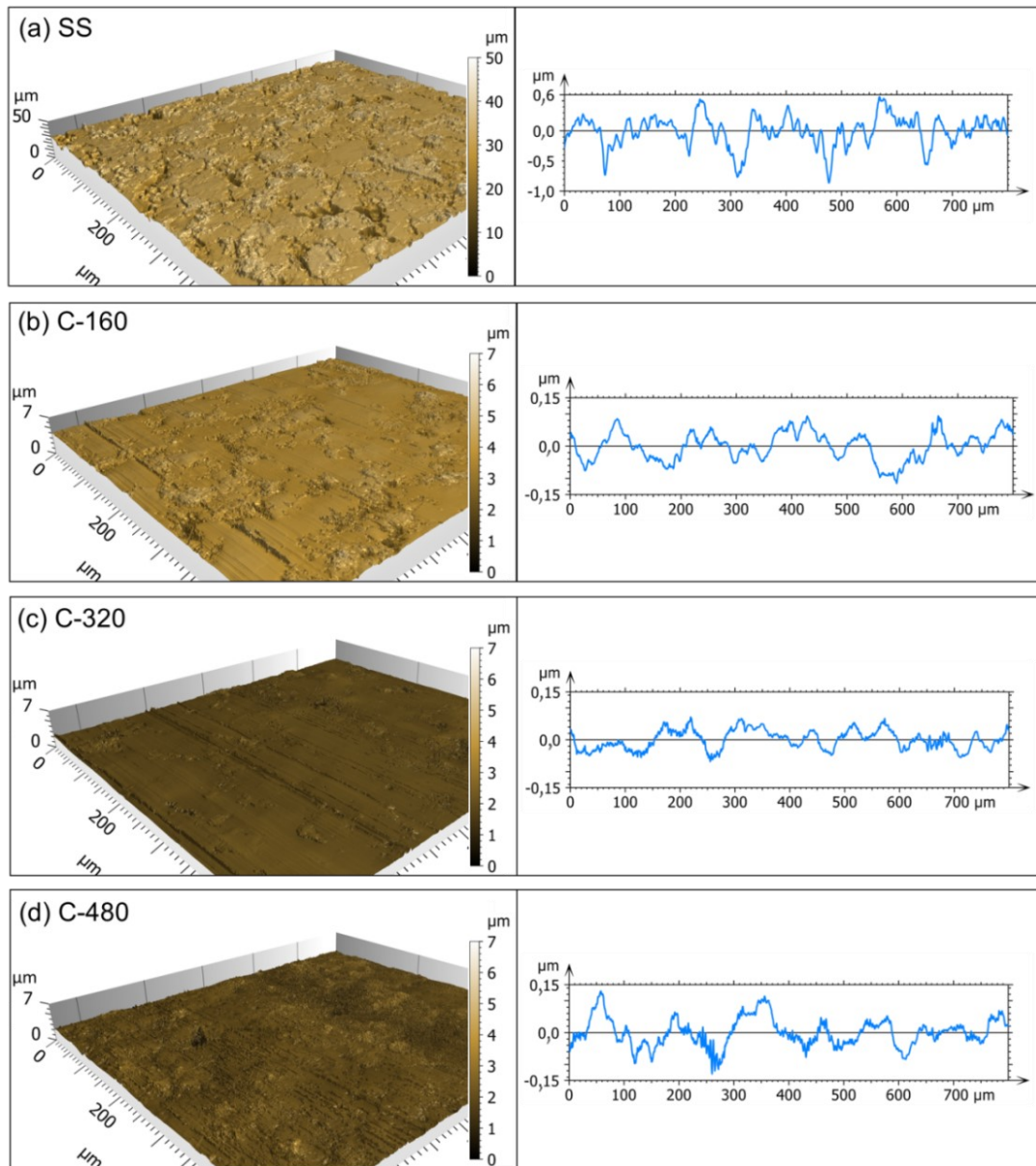
Figura 5.6 – Morfologia típica e composição química de um estoque de lubrificante sólido para a amostra calibrada C-320.



Fonte: Autoria própria.

Todos esses aspectos foram intensificados com o aumento da pressão de calibração para 320 MPa, em que se observou uma topografia de superfície mais homogênea e lisa (Figura 5.7(c)). A amostra C-320 apresentou um aumento no número de marcas (arranhões) na superfície, uma redução na altura dos picos e também vales mais rasos quando comparado à amostra C-160. Porém, em pressões de calibração mais elevadas (480 MPa), a quantidade e as alturas dos picos aumentaram em comparação com a amostra C-320, gerando uma textura na topografia da superfície como visto na Figura 5.7(d).

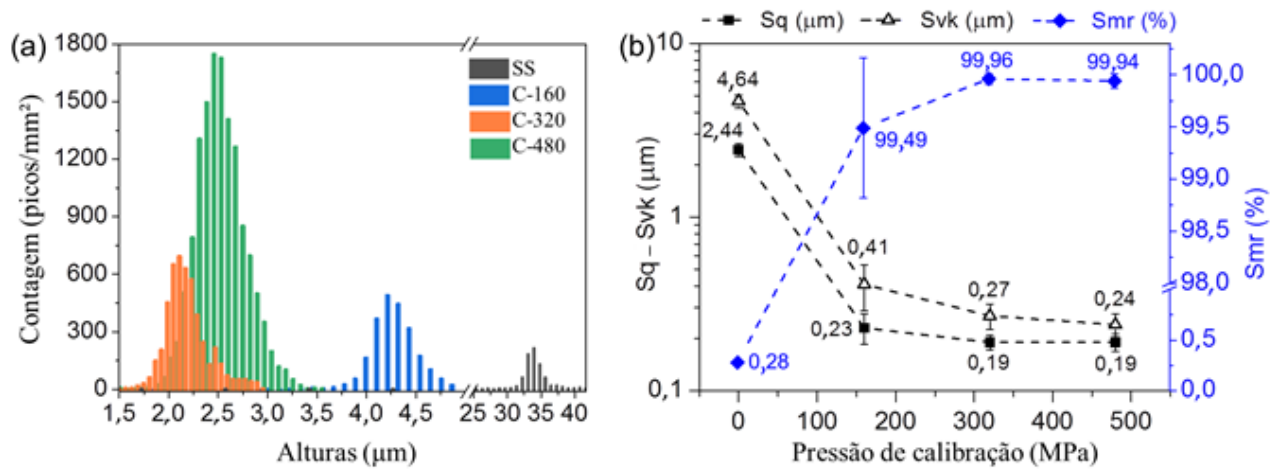
Figura 5.7 – Projeções axonométricas e os respectivos perfis médios da superfície das amostras: (a) SS, (b) C-160, (c) C-320 e (d) C-480.



Fonte: Autoria própria.

Esta evidência é apoiada pelos histogramas de distribuição de contagem de picos (DCP) da Figura 5.8(a). O eixo vertical representa a densidade de picos, e o horizontal são as alturas dos picos, medidas desde o pico mais alto até o vale mais profundo da superfície. O DCP é uma ferramenta do software MountainsMap® baseada no método de segmentação e na norma ISO 25178-2, que permite a identificação e caracterização das características relevantes da superfície como picos e vales.

Figura 5.8 – Em (a) histograma de distribuição de contagem de picos e (b) parâmetros topográficos de superfície S_q , S_{vk} e S_{mr} dos componentes apenas sinterizados e calibrados.



Fonte: Autoria própria.

É possível observar um aumento na densidade dos picos e uma redução progressiva em suas alturas até 320 MPa de pressão de calibração (C-320), ambos motivados pela deformação plástica da superfície e pelo efeito de fechamento da porosidade. Em 480 MPa (C-480), além do aumento significativo na densidade de picos, o centro da distribuição é deslocado para a direita, o que indica que os picos se tornaram mais altos em comparação com a amostra C-320. O que corrobora a textura gerada na superfície da amostra C-480, conforme visto na Figura 5.7. Tais fenômenos provavelmente estão associados ao maior fluxo de material imposto pela maior pressão de calibração.

Essas modificações na topografia da superfície também foram analisadas quantitativamente pela evolução dos parâmetros topográficos S_q (altura quadrada média), S_{vk} (profundidade reduzida do vale) e S_{mr} (c) (proporção do material) com a pressão de calibração, conforme mostrado na Figura 5.8(b). O parâmetro S_q caracteriza a rugosidade da superfície e é equivalente ao desvio padrão das alturas da superfície. O S_{vk} mede a profundidade do vale abaixo da rugosidade do núcleo, portanto, este parâmetro indica a profundidade da região de superfície na qual os lubrificantes sólidos podem se acumular e se deslocar durante o contato tribológico. Além disso, o S_{mr} (c) é um parâmetro essencial para o desenvolvimento de componentes mecânicos, pois mede a quantidade de área de contato remanescente após a retirada de certa profundidade do material, isto é, indica a capacidade de suporte de carga após a retirada de uma certa altura de material resultante do desgaste durante o movimento dos componentes mecânicos. Neste estudo, foi estabelecida altura de 3 μm,

seguindo os requisitos do projeto de pesquisa estabelecidos pela empresa financiadora, visto que, após esse desgaste o sistema mecânico não atua mais.

Em comparação com a amostra apenas sinterizada, os parâmetros topográficos S_q e S_{vk} foram reduzidos em aproximadamente 91 % após calibração com 160 MPa (Figura 5.8(a)). Ao aumentar a pressão de calibração para 320 e 480 MPa não foram observadas diferenças estatísticas para o parâmetro S_q quando comparado a 160 MPa. Porém, nessas pressões mais altas, o parâmetro S_{vk} foi reduzido ainda mais e atingiu atingindo 94 % de redução quando comparado ao corpo de prova apenas sinterizado. Esses resultados mostram que apesar do aumento na quantidade e alturas dos picos a 480 MPa (Figura 5.8(a)) em comparação a 320 MPa, a compressão aplicada durante o processo de calibração promove uma deformação plástica superficial suficiente para reduzir a rugosidade superficial, preencher os vales mais rasos e reduzir a profundidade dos mais profundos. Como resultado, há uma melhoria geral do acabamento superficial do compósito quando comparado ao corpo de prova apenas sinterizado, conforme também relatado por (HARDING *et al.*, 2017).

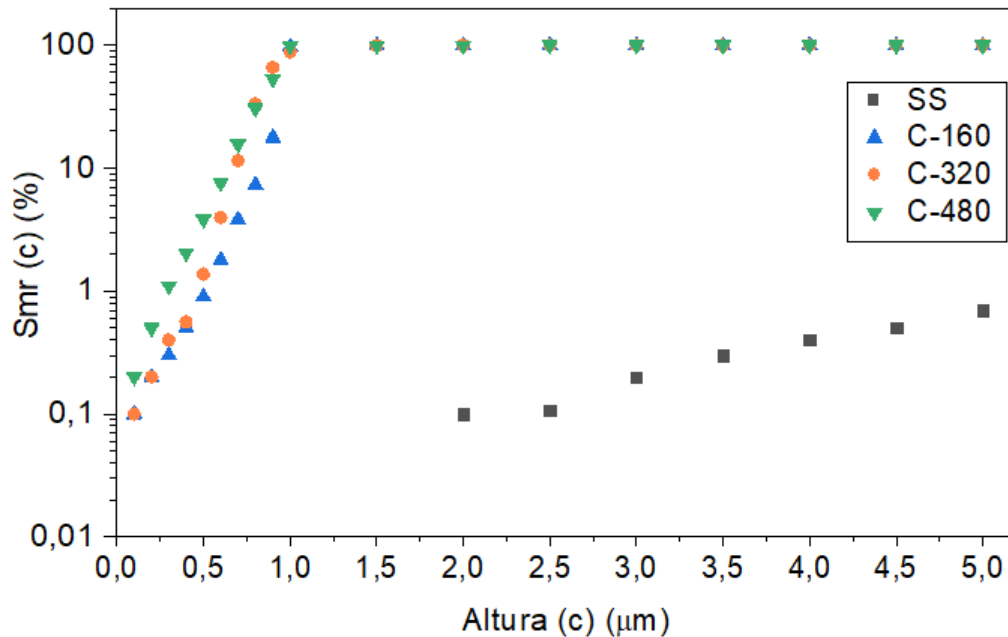
Para o parâmetro topográfico $S_{mr}(c)$, conforme Figura 5.9, pode-se observar que a superfície do corpo de prova apenas sinterizado (0 MPa) teve uma fração de contato inferior a 0,5 %, o que indica que a capacidade de suporte de carga após a retirada de 3 μm de material da superfície durante o desgaste ainda foi muito baixa. Por outro lado, o processo de calibração aumentou a fração de apoio da superfície para valores acima de 99 %, sem diferenças estatísticas significativas entre as três pressões de calibração.

Embora esses parâmetros expliquem relativamente bem o efeito da calibração no fechamento dos vazios como um todo, eles possuem uma limitação porque são calculados para toda a superfície, por exemplo, medidos do pico mais alto ao vale mais profundo da superfície, o que mascara o processo de fechamento que ocorre apenas em uma região bastante superficial. Nesse sentido, o $S_{mr}(c)$, definido como a razão (expressa em porcentagem) da área da seção transversal da superfície a uma altura (c) em relação à área da seção transversal de avaliação, permite avaliar o fechamento gradual da superfície. A referência foi adotada como o ponto em que a superfície possui 0,1 % de área de contato, Figura 5.9.

Supondo que o fechamento dos poros e estoques de lubrificante sólido induzam maiores fração de áreas de apoio, o efeito de fechamento da calibração foi evidente. Mesmo a 5 μm de profundidade, a área de contato do material não calibrado foi inferior a 1 %. Observa-se que o efeito da calibração foi considerável, principalmente, na maior pressão

(480 MPa). Em comparação com a pressão de calibração mais baixa (160 MPa), é encontrado um aumento na área de fração de área de apoio de até 320 % ($h(c) = 0,6 \mu\text{m}$).

Figura 5.9 – Razão de área de material ($S_{mr}(c)$) em função da profundidade a partir do ponto máximo da curva de razão de área de material, ($h(c)$).

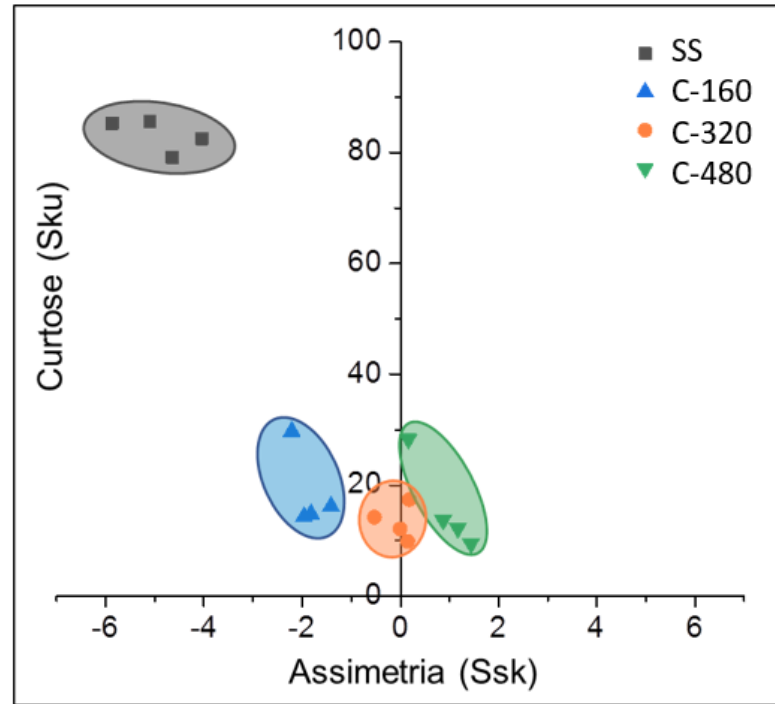


Fonte: Autoria própria.

A Figura 5.10 mostra o espaço morfológico definido pela assimetria (S_{sk}) e curtose (S_{ku}) das funções de distribuição de alturas da topografia para as amostras apenas sinterizadas e calibradas. A amostra apenas sinterizada (SS) apresentou a superfície com o grau de simetria mais negativo em relação ao plano médio (S_{sk}) entre todas as condições, uma vez que sua topografia é composta principalmente por vales profundos associados à porosidade decorrente do processo de metalurgia do pó. À medida que a pressão de calibração aumentou, o parâmetro S_{sk} tendeu a valores mais positivos devido ao aumento da deformação plástica da superfície, que promoveu um efeito de fechamento gradual dos poros e estoques de lubrificantes sólidos na superfície do compósito sinterizado. A amostra C-320 apresentou a superfície com a distribuição mais simétrica entre picos e vales ($S_{sk} \sim 0$), enquanto a C-480 mostrou a assimetria mais positiva, o que confirma a evidência anterior da Figura 5.7(d), em que o desenvolvimento de uma textura de superfície foi notado. Além disso, os maiores valores de S_{ku} apresentados pela amostra SS estão relacionados a uma distribuição de altura topográfica com a presença de poros abertos profundos e altos picos na superfície. Assim, a

redução do parâmetro *Sku* após o processo de calibração também indica uma melhora na regularidade da distribuição das alturas topográficas (picos e vales), em que a amostra C-320 apresentou a menor curtose da função densidade de probabilidade das alturas do perfil de rugosidade (*Sku*).

Figura 5.10 – Espaço morfológico para superfícies apenas sinterizada e calibradas.

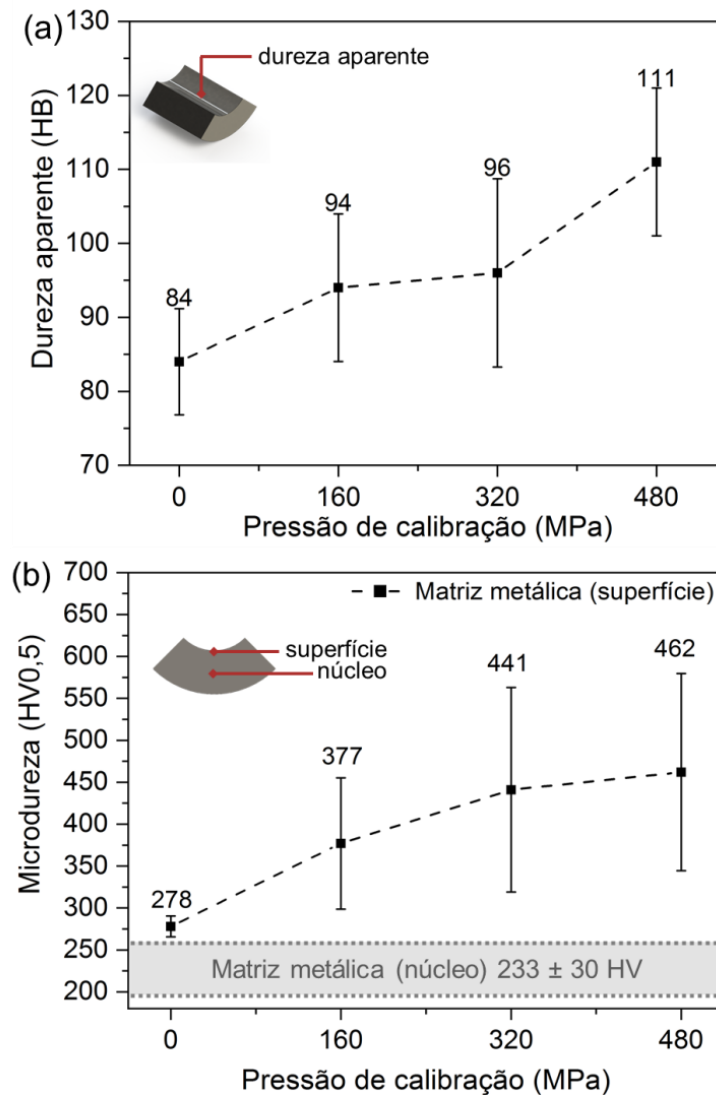


Fonte: Autoria própria.

A Figura 5.11 apresenta as análises de dureza dos corpos de prova apenas sinterizados e calibrados, onde o alto desvio padrão das medições é devido às descontinuidades do compósito da matriz (poros e/ou estoques de lubrificante) e à presença de constituintes microestruturais com grandes diferenças de propriedades (ferrita, perlita, cementita e fase rica em Ni). A dureza aparente do compósito foi medida na parede interna dos corpos de prova por meio do método de dureza Brinell, conforme esquematicamente representado na Figura 5.11(a). É possível observar que a calibração aumentou a dureza aparente média do compósito e esse efeito de endurecimento parece intensificado pela pressão utilizada durante o processo de pós-sinterização. A amostra apenas sinterizada (0 MPa), por exemplo, apresentou dureza aparente média de 84 HB, enquanto o corpo de prova calibrado com 480 MPa apresentou 110 HB, o que representa um aumento de 30 % após a operação de pós-sinterização. Além da propriedade do material *bulk*, a dureza aparente dos componentes produzidos via rota

convencional de metalurgia do pó também é afetada pela porosidade, pois enquanto a porosidade diminui, a dureza aumenta (BOCCHINI, 1986). De acordo com Jain *et al.* (2010) e Recknagel *et al.* (2011), o processo de calibração aumenta a densidade do material *bulk* devido ao fechamento de vazios e porosidade, resultando em componentes sinterizados com propriedades mecânicas aprimoradas. Assim, o aumento da dureza aparente com a pressão de calibração apresentado na Figura 5.11(a) pode ser explicado pelo efeito de fechamento gradual da porosidade previamente, observado por MEV e análise topográfica por interferometria (Figura 5.5 e Figura 5.7), bem como pelo encruamento da superfície da matriz metálica na superfície interna da amostra, como pode ser visto na Figura 5.11(b).

Figura 5.11 – (a) Dureza aparente do compósito autolubrificante e (b) microdureza da superfície e núcleo da matriz metálica.

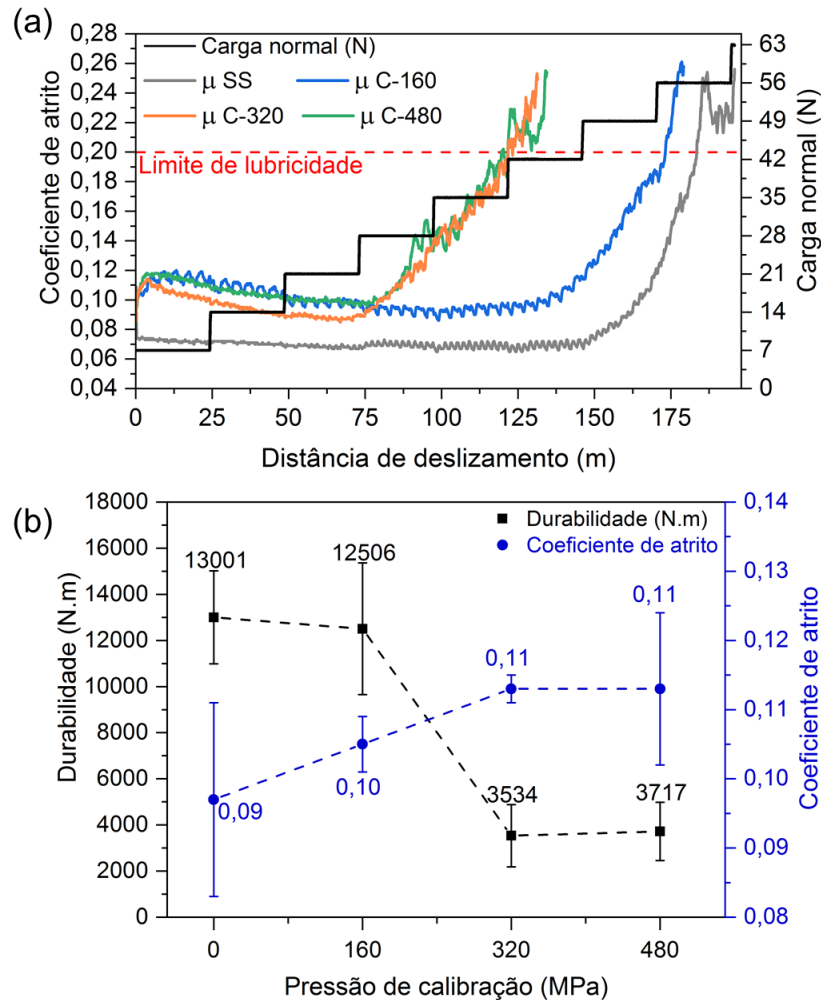


Fonte: Autoria própria.

O processo de calibração também aumentou a microdureza da superfície da matriz metálica quando comparada ao seu núcleo, conforme mostrado na Figura 5.11(b). A faixa cinza reta no gráfico representa a microdureza do núcleo da matriz metálica, enquanto a linha tracejada preta gradativa refere-se às medições realizadas na superfície da matriz metálica, que é a região mais afetada pelo processo de calibração. A matriz metálica do corpo de prova apenas sinterizado (0 MPa) não apresentou diferença estatisticamente significativa entre o núcleo e a superfície. No entanto, um aumento gradual na microdureza da superfície da matriz metálica é verificado nos corpos de prova calibrados, o que indica um efeito de endurecimento superficial induzido pelo processo de calibração. A amostra C-160 apresentou um aumento de 62 % na microdureza da superfície da matriz metálica em relação ao seu núcleo. Ao aumentar a pressão de calibração para 320 e 480 MPa, essa diferença entre a microdureza da superfície e do núcleo da matriz metálica foi de 90 % e 98 %, respectivamente, o que sugere uma redução na taxa de efeito de endurecimento superficial com a pressão de calibração. Como as medidas foram realizadas diretamente na matriz metálica do compósito, espera-se que tal efeito de endurecimento gradual esteja principalmente associado ao endurecimento por deformação do material *bulk* por uma deformação a frio induzida pelo processo de calibração (JAIN *et al.*, 2010). As análises das superfícies dos corpos de prova calibrados (Figura 5.5 e Figura 5.7) mostraram evidências de um processo de deformação plástica gradual com a pressão de calibração, o que confirma a abordagem de endurecimento por deformação sugerida por Jain *et al.* (2010).

A Figura 5.12(a) apresenta a evolução típica do coeficiente de atrito com a distância de deslizamento para os ensaios tribológicos com carga incremental, realizados com o intuito de avaliar a durabilidade da lubrificidade dos compósitos. Os coeficientes de atrito das condições apenas sinterizada (SS) e calibrada C-160 permaneceram abaixo do limite de lubrificidade ($\mu < 0,2$) por períodos mais longos, portanto, sob condições tribológicas com carga normal mais severa quando comparados às amostras calibradas C-320 e C-480. Como resultado, as maiores durabilidades médias foram exibidas pela amostra apenas sinterizada (13.000 Nm) e a calibrada com 160 MPa (12.500 Nm), enquanto um aumento na pressão de calibração para 320 e 480 MPa reduziu esta propriedade tribológica em aproximadamente 72 %, conforme exibido na Figura 5.12(b). No entanto, não foi observada uma diferença significativa entre os coeficientes de atrito médio durante os regimes estacionários de lubrificação das condições estudadas, os quais situaram-se entre 0,10 e 0,11 (Figura 5.12(b)).

Figura 5.12 – (a) Comportamentos típicos do coeficiente de atrito durante os ensaios de deslizamento alternado com carga incremental e (b) durabilidade e coeficiente de atrito médio no regime de estado estacionário dos componentes apenas sinterizados e calibrados.



Fonte: Autoria própria.

A estrutura lamelar dos lubrificantes sólidos (grafite e hBN) permite a formação de uma tribocamada protetora no compósito sinterizado durante o processo tribológico, o que induz coeficientes de atrito baixos desde o início do ensaio (HAMMES *et al.*, 2017). O regime de lubrificação sólida com $\mu < 0,2$ é então relacionado à formação e manutenção desta tribocamada contendo grafite e hBN, que depende diretamente de um auto-reabastecimento contínuo de partículas de lubrificante sólido na área de contato pelos estoques de lubrificantes abertos na superfície do compósito (HAMMES *et al.*, 2017; DE MELLO *et al.*, 2017). No entanto, o tamanho dos estoques de lubrificante é progressivamente reduzido durante o ensaio tribológico. Esse processo de fechamento natural reduz gradativamente a disponibilidade de

lubrificante sólido na interface ativa até o ponto em que a tribocamada protetora não é mais reabastecida, levando à sua destruição e ao fim do regime de lubrificação sólida ($\mu > 0,2$) (HAMMES *et al.*, 2017; RIVERA, 2020).

É razoável supor que as operações de pós-sinterização que induzem o fechamento dos poros e dos estoques de lubrificante sólido, devido à deformação plástica da superfície, tendem a diminuir a durabilidade do regime lubrificante de lubrificação sólida do compósito sinterizado. Assim, a maior durabilidade e o menor coeficiente de atrito exibidos pela amostra apenas sinterizada (0 MPa) estão principalmente associados ao melhor arranjo e maior disponibilidade de estoques de lubrificante sólido na superfície do compósito. Além disso, apresentou maiores valores de S_{vk} e S_{ku} e S_{sk} mais negativo que indica que sua topografia é composta principalmente por vales profundos associados à porosidade decorrente do processo de metalurgia do pó

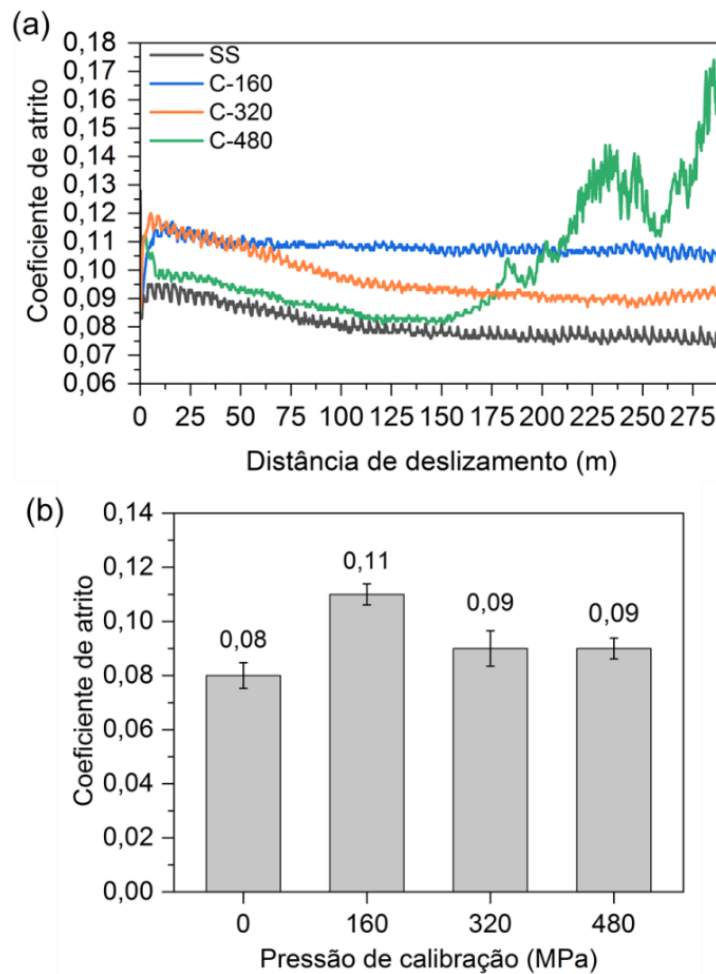
Apesar das modificações significativas observadas na topografia de superfície dos componentes calibrados, que incluíram principalmente uma redução na quantidade e profundidade dos vales, o corpo de prova calibrado com 160 MPa apresentou uma durabilidade semelhante ao apenas sinterizado. Entre as condições calibradas, a C-160 apresentou a superfície com os valores de assimetria (S_{sk}) mais negativos e os maiores valores de S_{vk} (Figura 5.8 e Figura 5.10), o que sugere uma maior quantidade de poros abertos mais profundos e estoques de lubrificante após o processo de calibração, o que resultou em um regime de lubrificação sólida 3,4 vezes mais longo do que as amostras de 320 e 480 MPa (Figura 5.12(b)).

Além da influência da topografia, vale ressaltar que o corpo de prova calibrado com 160 MPa apresentou a menor microdureza da matriz metálica entre as condições calibradas (Figura 5.11(b)). Uma matriz metálica com maior capacidade de deformação plástica favorece um maior desgaste durante o processo tribológico, o que pode ter contribuído para a durabilidade do regime de lubrificação sólida de duas maneiras: (i) facilitando o acesso a novos estoques de lubrificante na sub-superfície do compósito e espalhando o lubrificante sobre a superfície, e (ii) retardando a formação de detritos de desgaste no contato tribológico. Portanto, essa característica também pode ter contribuído para a maior durabilidade da amostra calibrada com 160 MPa (C-160) quando comparada àquelas calibradas em pressões mais altas que apresentaram maiores valores de dureza.

A evolução típica dos coeficientes de atrito durante os ensaios de carga constante é mostrada na Figura 5.13(a). Baixos coeficientes de atrito foram estabelecidos nos

tribossistemas de todas as amostras desde o início do ensaio, mas algumas diferenças relacionadas à distância de deslizamento para atingir o regime de estado estacionário podem ser observadas. Enquanto o corpo de prova calibrado C-160 atingiu o regime estacionário antes de 50 m de distância de deslizamento, as demais condições, incluindo o corpo de prova apenas sinterizado (SS), o alcançaram após 100 m. Além disso, um comportamento particular foi observado para a amostra calibrada com a pressão mais alta (C-480): regime de estado estacionário mais curto entre as quatro condições estudadas, e um aumento progressivo do coeficiente de atrito a partir de 150 m de distância de deslizamento que permaneceu alto até o final do ensaio. Além disso, não foram encontradas diferenças significativas nos coeficientes de atrito médios durante o regime de estado estacionário (Figura 5.13(b)).

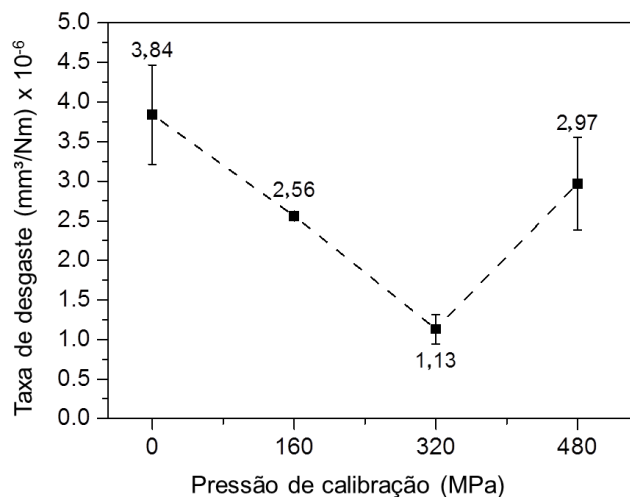
Figura 5.13 – (a) Comportamentos típicos do coeficiente de atrito durante os ensaios de deslizamento alternado com carga constante e (b) coeficiente de atrito médio no regime de estado estacionário das amostras apenas sinterizadas e calibradas.



Fonte: Autoria própria.

A Figura 5.14 mostra as taxas de desgaste específicas das amostras SS e calibradas. Em contraste com os resultados de durabilidade, a amostra SS apresentou a maior taxa de desgaste específica entre todas as condições ($3,84 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$), apesar da maior disponibilidade de estoques de lubrificante sólido em sua superfície. Ao realizar o processo de pós-sinterização a taxa de desgaste específica foi reduzida gradativamente com a pressão de calibração, em torno de 33 % a 160 MPa e 70 % a 320 MPa, para a qual foi observada a menor taxa de desgaste específica ($1,13 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{N.m}$). Além disso, vale salientar o baixo desvio padrão da amostra C-160 que indica uma superfície mais homogênea. Por outro lado, ao aumentar a pressão de calibração para 480 MPa, a taxa de desgaste específica aumentou novamente para $2,9 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$, o que sugere que há um valor limite no qual a pressão de calibração pode ser ajustada para reduzir a taxa de desgaste específica das amostras.

Figura 5.14 – Taxas de desgaste específicas das amostras SS, C-160, C-320 e C-480.

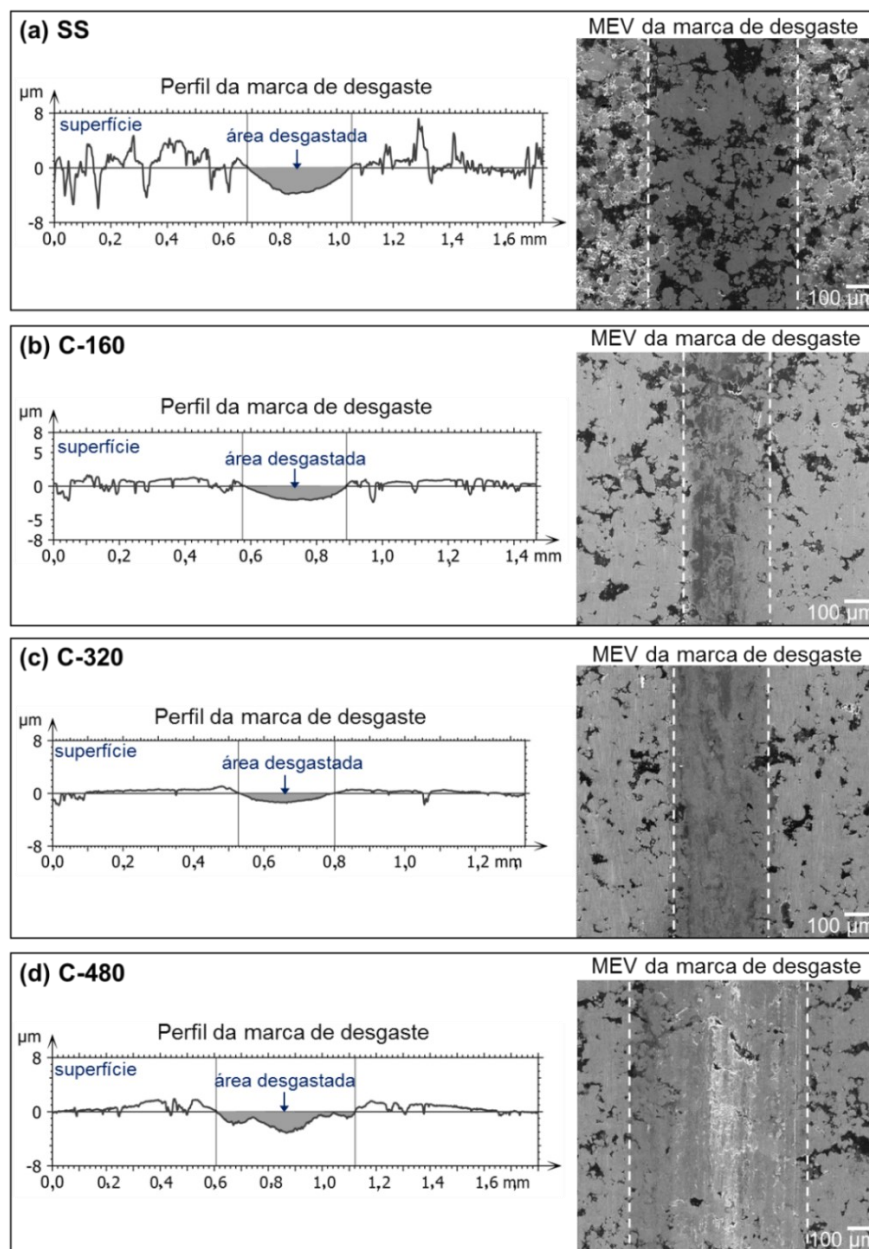


Fonte: Autoria própria.

Os perfis típicos das marcas de desgaste (lado esquerdo) e suas respectivas morfologias (imagens em MEV - lado direito) são apresentados na Figura 5.15. Pode-se observar que o corpo de prova apenas sinterizado (SS), que exibiu a maior taxa de desgaste específica, apresentou a maior quantidade de poros e estoques de lubrificante sólido na região central da marca de desgaste (Figura 5.15(a), lado direito). Além disso, há uma redução visual de poros + lubrificante sólido na área de contato tribológico das amostras calibradas (Figura 5.15(b-d), lado direito). De acordo com esses resultados, fica evidente que a disponibilidade de estoques de lubrificante sólido na superfície de deslizamento ativa não é o principal fator

que influencia a taxa de desgaste específica dos corpos de prova até a pressão de calibração de 320 MPa, conforme observado anteriormente para a propriedade de durabilidade. Isso indica que a alta taxa de desgaste específica apresentada pela amostra SS gera muitas partículas de matriz e principalmente de lubrificante sólido, o que justifica a maior durabilidade da lubrificação sólida desta amostra (Figura 5.12).

Figura 5.15 – Perfis típicos (lado esquerdo) e imagens típicas de MEV das marcas de desgaste das amostras obtidas por detector de elétron secundário (SE) (lado direito) a partir do ensaio de desgaste por deslizamento alternado: (a) SS, (b) C- 160, (c) C-320 e (d) C-480.



Fonte: Autoria própria.

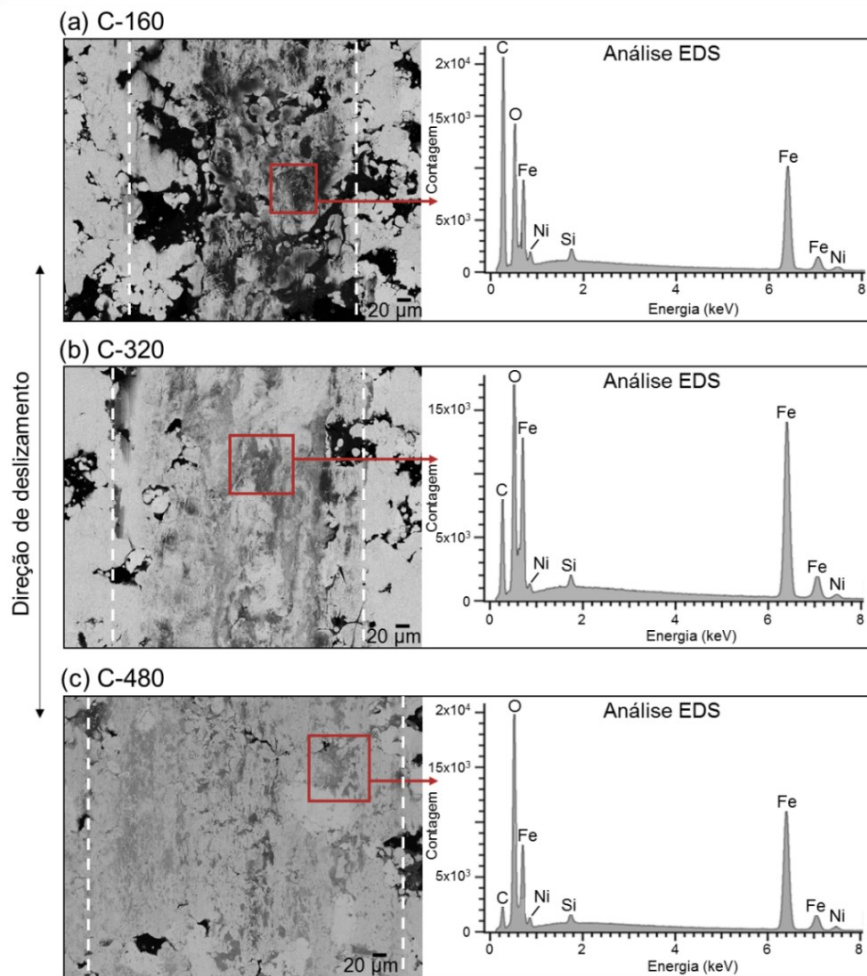
Uma vez que os picos mais altos, sejam estes referentes à matriz metálica ou aos lubrificantes sólidos, são os primeiros pontos de contato durante o processo de desgaste, a maior taxa de desgaste específica da amostra SS (0 MPa) pode ter sido afetada pelas características topográficas de sua superfície, como uma distribuição aleatória de altos picos (Figura 5.15(a)), que se desprendem facilmente da superfície durante o contato tribológico, tornando-se detritos que intensificam o desgaste. Além disso, a amostra apenas sinterizada apresentou a matriz metálica superficial mais mole entre todas as condições (Figura 5.11(b)), o que da mesma forma pode ter influenciado negativamente na sua resistência ao desgaste. Assim, a redução da taxa de desgaste específica com a pressão de calibração até valores de 320 MPa pode estar relacionada à mudança da topografia da superfície do componente sinterizado pelo processo de calibração (Figura 5.15(b-d), lado esquerdo), que gerou superfícies mais lisas com maior capacidade de suporte de carga, e também com o aumento da dureza da matriz metálica da superfície por um efeito de endurecimento por deformação durante a operação de calibração. Conforme visto na Figura 5.11(b), a microdureza da superfície aumenta gradativamente com a pressão de calibração, portanto, a área de contato tribológico torna-se mais resistente à deformação plástica, o que neste caso pode ter contribuído para a redução da taxa de desgaste específica até 320 MPa.

Apesar do aumento contínuo da dureza em maiores pressões de calibração, as amostras calibradas com 480 MPa (C-480) apresentaram a maior taxa de desgaste específica (Figura 5.14) entre as amostras que passaram pelo pós-processo de sinterização, modificando a tendência de redução da taxa de desgaste específica em função da pressão de calibração. Além disso, esta amostra apresentou dois comportamentos distintos: (i) o regime de estado estacionário mais curto seguido por um aumento do coeficiente de atrito após 150 m de distância de deslizamento (Figura 5.13(a)), e (ii) traços de um processo de desgaste mais severo (Figura 5.15(d), lado esquerdo), o que sugere uma falha prematura da tribocamada protetora de lubrificante sobre a pista de desgaste da amostra C-480.

A Figura 5.16 apresenta a visão ampliada das marcas de desgaste obtidas por um detector de elétrons retroespalhados (BSE) (lado esquerdo) e suas típicas análises por EDS (lado direito). O resultado mostra que a morfologia e a composição das tribocamadas detectadas sobre as superfícies desgastadas (quadrados vermelhos) dependem da pressão de calibração. As pressões de calibração mais baixas (C-160) permitem uma maior disponibilidade de estoques de lubrificante sólido na superfície deslizante ativa, levando à formação de uma tribocamada de ferro-carbono-oxigênio bem espalhada com a maior

presença de carbono Figura 5.16(a). O MEV utilizado no presente estudo não é ideal para quantificar elementos leves e por isso o boro, presente no hBN, nem sempre é identificado no espectro. No entanto, à medida que a pressão de calibração aumenta, há uma redução significativa na intensidade de carbono no espectro EDS desta tribocamada ferro-carbono-oxigênio, que se torna mais acinzentada e esparsamente distribuída sobre a superfície desgastada (Figura 5.16(b-c)). Este fenômeno pode ser atribuído ao aumento da deformação plástica da superfície em pressões de calibração mais elevadas, portanto, um aumento do fechamento dos poros e reservatórios de lubrificante na superfície do composto, dificultando um auto reabastecimento contínuo de partículas de grafite e hBN na interface ativa (RIVERA *et al.*, 2021).

Figura 5.16 – Visão ampliada das marcas de desgaste das amostras calibradas, obtidas por BSE (lado esquerdo) e análise EDS típica da tribocamada indicada no quadrado vermelho (lado direito), sendo (a) C-160, (b) C-320 e (c) C-480.



Fonte: Autoria própria.

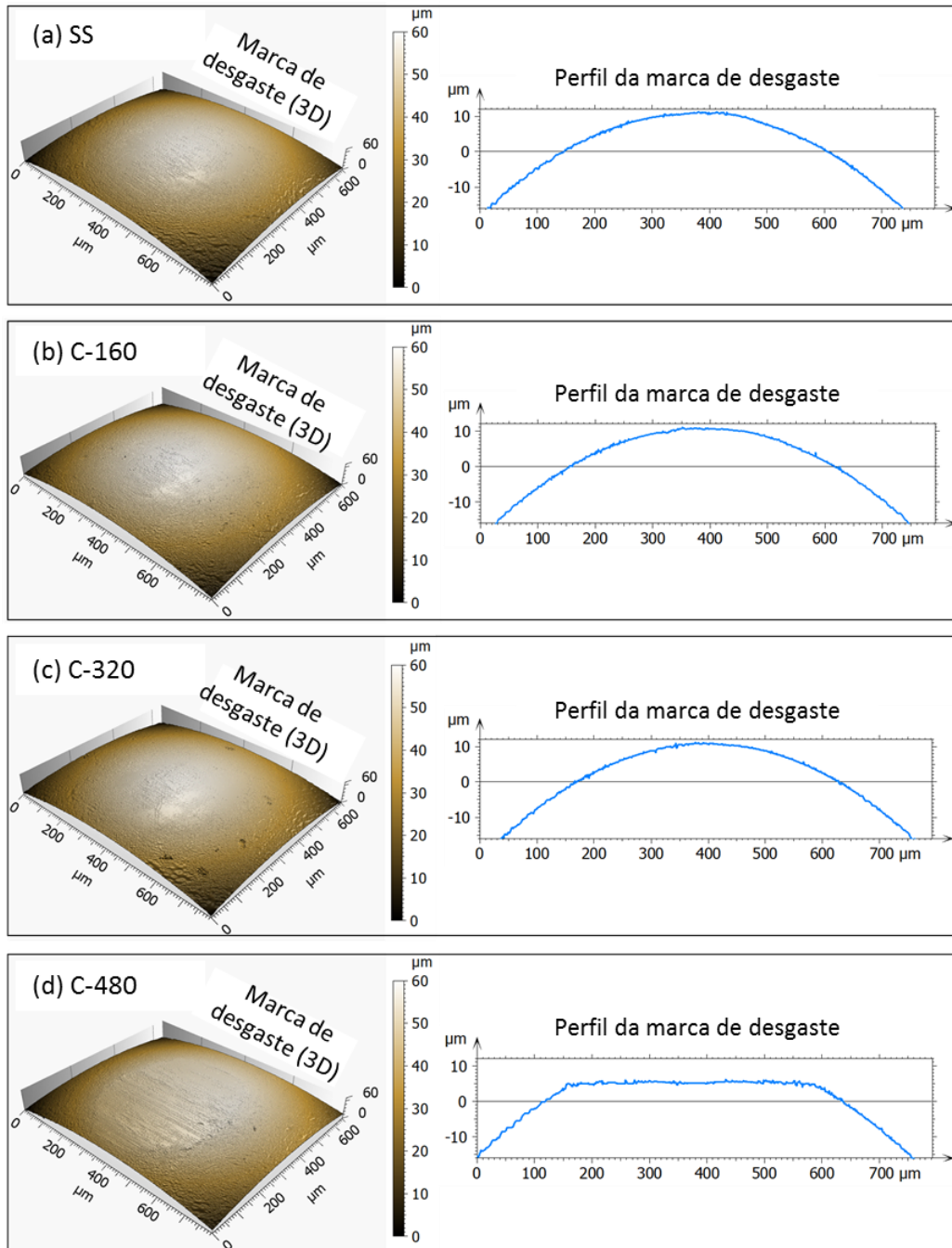
A tribocamada com a menor intensidade de carbono e a maior presença de oxigênio foi identificada na amostra calibrada com 480 MPa (C-480), que apresentou distribuição de alturas de asperezas com maior assimetria positiva (Ssk), conforme anteriormente visto na Figura 5.10. Isso indica um efeito de fechamento dos poros mais intenso do que os demais corpos de prova calibrados e, como consequência, dificultou a manutenção de uma tribocamada protetora no contato tribológico, o que justifica seu maior desgaste, o aumento do coeficiente de atrito, e o processo de desgaste severo observado para esta amostra. De Mello *et al.* (2017) observaram o mesmo efeito prejudicial na taxa de desgaste específica e coeficiente de atrito de compósitos autolubrificantes sinterizados após o polimento da superfície dos corpos de prova.

Com base nisso, fica evidente que a resistência ao desgaste dos compósito o que exige exigindo um equilíbrio entre esses dois aspectos. Além disso, existe um limiar onde a melhoria do acabamento superficial pelo processo de calibração torna-se prejudicial para a resistência ao desgaste devido à redução do suprimento de lubrificante na interface ativa para a manutenção da tribocamada protetora e lubrificante, conforme visto para a calibração com maior pressão deste trabalho (480 MPa).

A Figura 5.17 mostra as projeções axonométricas das marcas de desgaste típicas dos contracorpos de aço AISI 52100 (lado esquerdo) e seus respectivos perfis (lado direito), ambos obtidos por interferometria de luz branca. As superfícies desgastadas dos contracorpos usados contra a superfície apenas sinterizadas (SS) e as calibradas C-160 e C-320 (Figura 5.17(a-c)) mostraram-se sem crateras de desgaste que não foi possível quantificar seu desgaste com as técnicas de caracterização empregadas nesse trabalho. Por outro lado, o contracorpo utilizado no ensaio da amostra C-480 apresentou um processo de desgaste mais severo, o que resultou em uma cratera esférica visível em sua superfície desgastada (Figura 5.17(d)), que permitiu a quantificação da sua taxa de desgaste específica média ($\sim 4,95 \times 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{Nm}$), que é uma ordem de grandeza menor que a taxa de desgaste específica do seu respectivo corpo de prova C-480 ($2,97 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ – Figura 5.14). Portanto, o desgaste dos diferentes tribossistemas foi controlado principalmente pelos mecanismos que ocorrem em seus corpos de prova, e dentre eles, aquele calibrado com a maior pressão (C-480) apresentou a maior taxa de desgaste específica dos tribossistemas entre todas as condições estudadas.

Figura 5.17 – Projeções axonométricas das marcas de desgaste 3D típicas dos contracorpos e seus respectivos perfis obtidos por interferometria de luz branca:

(a) SS, (b) C-160, (c) C-320, e (d) C-480.

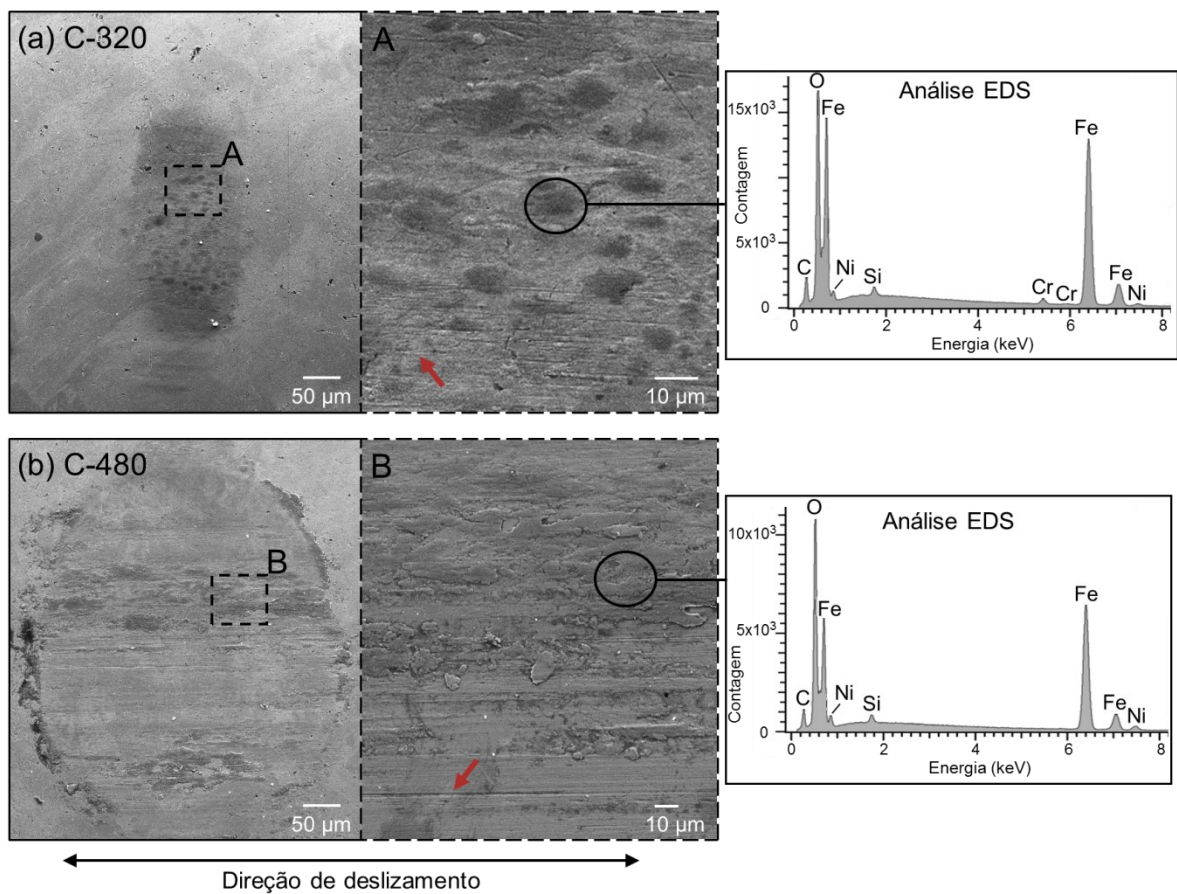


Fonte: Autoria própria.

Para melhor compreensão desses resultados, a Figura 5.18 compara os aspectos morfológicos da marca de desgaste formada sobre um dos contracorpos que não apresentou um processo de desgaste mensurável (C-320) com aquele usado contra os corpos de prova

C-480. Os espectros de EDS nas imagens do lado direito correspondem às análises químicas típicas das regiões indicadas nos círculos pretos, que estão relacionadas às tribocamadas formadas sobre as superfícies desgastadas dos contracorpos.

Figura 5.18 – Imagens típicas de MEV da marca de desgaste dos contracorpos (lado esquerdo) e sua respectiva visão ampliada (quadrados pretos tracejados - lado direito) e espectros EDS das tribocamadas: (a) C-320 e (b) C-480.



Fonte: Autoria própria.

A marca de desgaste do contracorpo usado contra a amostra C-320 apresenta maior extensão da tribocamada protetora (Figura 5.18(a)), o que explica a ausência da cratera de desgaste e, conseqüentemente, o leve processo de desgaste que dificultou a medição da taxa de desgaste específica. Além do desgaste oxidativo que levou à formação de uma tribocamada rica em oxigênio, a visão ampliada da marca de desgaste (imagem do lado direito) mostra a presença de arranhões superficiais paralelos às marcas de direção de deslizamento (seta vermelha), o que sugere que um mecanismo de desgaste de micropolimento operou

simultaneamente neste contracorpo. A presença de níquel indica a transferência de material da amostra para o contracorpo. Características semelhantes foram detectadas para os contracorpos das amostras apenas sinterizadas (SS) e calibrada C-160. Assim, o processo de desgaste mais moderado observado para esses contracorpos pode estar relacionado: (i) às propriedades mecânicas superiores significativas do AISI 52100 quando comparado às amostras (compósito à base de ferro sinterizado autolubrificante), (ii) maior manutenção da tribocamada protetora e lubrificante no contato tribológico devido à maior disponibilidade de poros e estoques de lubrificantes nas superfícies dos corpos de prova SS, C-160 e C-320, o que promoveu uma maior transferência de material do corpo para o contracorpo e formou uma camada mais homogênea.

Em relação ao contracorpo usado com a amostra C-480, a composição química de sua tribocamada foi semelhante à do contracorpo do C-320, entretanto, a tribocamada foi encontrada principalmente como uma faixa central sobre a marca de desgaste e em suas bordas e ainda parece possuir maior teor de oxigênio devido à intensidade do pico de EDS (Figura 5.18(b)). Além disso, um fenômeno abrasivo foi notado nas regiões onde o contracorpo não foi coberto pela tribocamada, como pode ser visto pelas marcas do sulco indicadas por uma seta vermelha na Figura 5.18(b). Esse mecanismo de desgaste mais severo pode estar associado a uma exposição prematura das superfícies das amostras e do contracorpo ao processo de desgaste devido a uma falha da tribocamada protetora, motivada pela dificuldade da superfície da amostra calibrada C-480 em fornecer um auto reabastecimento contínuo de lubrificantes sólidos na interface ativa.

5.3 CONCLUSÃO PARCIAL – ETAPA A

Em suma, a etapa A deste trabalho investigou o efeito do processo de calibração na topografia da superfície, na dureza e nas propriedades tribológicas de compósitos autolubrificantes sinterizados à base de ferro. Os resultados desta etapa permitem concluir que:

- O processo de calibração promoveu uma deformação plástica superficial suficiente para melhorar o acabamento da superfície do compósito sinterizado. Em comparação com a amostra apenas sinterizada, o parâmetro de rugosidade S_q foi reduzido em aproximadamente 91 % após o processo de calibração, enquanto o parâmetro S_{vk} foi reduzido ainda mais

(94 %). Além disso, o processo de pós-sinterização aumentou a fração de apoio/contato para valores acima de 99 %;

- A dureza da superfície da matriz metálica aumentou gradativamente com a pressão de calibração, chegando a um aumento de 98 %, em relação ao seu núcleo, para o corpo de prova calibrado com 480 MPa. Esse efeito foi atribuído ao encruamento do material logo abaixo da superfície por uma deformação a frio induzida pelo processo de calibração;

- O efeito de fechamento da porosidade e a deformação plástica promovidos pelo processo de calibração aumentou a dureza aparente dos compósitos em até 30 %;

- A maior durabilidade da lubrificação sólida foi exibida pela amostra apenas sinterizada (13.000 Nm), enquanto um aumento na pressão de calibração para 320 e 480 MPa reduziu esta propriedade tribológica em aproximadamente 72 %, devido a uma dificuldade na manutenção da tribocamada protetora no contato tribológico, induzido pelo fechamento de poros e dos estoques de lubrificantes sólidos na superfície dos compósitos;

- As taxas de desgaste específicas dos compósitos foram reduzidas gradativamente em 70 % com pressão de calibração até 320 MPa, motivado pela melhoria do acabamento superficial e o aumento da dureza da matriz metálica. No entanto, a elevação da pressão de calibração para 480 MPa reduziu significativamente a disponibilidade de estoques de lubrificantes sólidos na superfície do compósito, o que promoveu um efeito prejudicial em sua resistência ao desgaste;

- A definição da pressão de calibração é essencial para os melhores resultados de resistência ao desgaste de compósitos autolubrificantes sinterizados, pois é diretamente afetado por sua topografia e dureza de sua superfície. Além disso, há um limite entre a melhora no acabamento superficial e o fornecimento de lubrificante para a manutenção da tribocamada protetora e lubrificante no contato tribológico;

- A amostra C-320 foi escolhida para dar continuidade à etapa B do trabalho, pois além de apresentar a superfície com a distribuição mais simétrica entre picos e vales, apresentou ainda, a menor taxa de desgaste específica dentre todas as amostras ensaiadas. Como comparação, utilizou-se também a condição SS.

6 ETAPA B – ESTUDO TRIBOLÓGICO

Esta etapa teve como objetivo estudar a influência da adição de um lubrificante fluido (óleo linear alquilbenzeno ISO 5 – cujo nome comercial é LAB240A) nas propriedades tribológicas de um compósito autolubrificante (lubrificação sólida) com topografia de superfície coerente com a aplicação industrial (calibrado) em uma configuração de desgaste por deslizamento alternado. Além disso, comparou-se o efeito conjunto da lubrificação mista com o efeito isolado das lubrificações fluida e sólida (a seco) na formação e manutenção da tribocamada.

6.1 MATERIAIS E MÉTODOS – ETAPA B

O lubrificante fluido utilizado no presente trabalho foi o LAB240A, devido a sua ampla utilização na indústria de compressores herméticos. Este lubrificante é caracterizado como um óleo linear alquilbenzeno ISO 5 que contém 2 % em massa do aditivo antidesgaste butilado trifenil fosfato (BTP), e com viscosidade entre 4,10 e 4,80 g/cm³ a 40 °C. A composição química do lubrificante está exposta na Tabela 6.1.

Tabela 6.1 – Composição química do óleo LAB240A.

Fórmula molecular	Quantidade	Número CAS
$C_6H_5C_nH_{2n-1}$ (n=10÷13)	> 95 %	65652-41-7
$C_{26}H_{31}O_4P$	< 1 %	56803-37-3
$C_{30}H_{39}O_4P$	< 0,5 %	67774-74-7
$C_{22}H_{23}O_4P$	< 0,5 %	78-33-1
$C_{18}H_{15}O_4P$	< 1 %	115-86-6

Fonte: Adaptado de Salvaro (2015).

A água no geral não possui boas propriedades lubrificantes, sendo assim, torna-se bastante prejudicial para sistemas mecânicos, por isso o controle da umidade do óleo é fundamental para atingir maior eficiência dos componentes. O óleo ao se combinar quimicamente com a água, na presença do calor gerado pelo contato e movimento relativo de superfícies metálicas, produz ácidos, que são responsáveis pela corrosão dos componentes e

prejudicam a lubrificação hidrodinâmica. Por isso, neste trabalho, tornou-se necessário desumidificar o óleo antes de realizar os ensaios tribológicos.

Devido ao material sinterizado possuir elevada porosidade, ao realizar o ensaio tribológico com lubrificante fluido, o óleo penetra no material através dos estoques de lubrificantes e poros disponíveis na superfície e, portanto, deixa de atuar no contato. Além disso, deve-se levar em consideração que se trata de lubrificação *starving*, onde há uma quantidade limitada de lubrificante, caso o método fosse o de piscina, não seria necessária a vedação e posterior impregnação. Sendo assim, a alternativa encontrada para evitar que isto ocorresse foi realizar uma prévia impregnação do material com óleo e assim saturar os espaços vazios internos do mesmo lubrificante fluido utilizado no ensaio. Para isso, a metodologia de impregnação foi definida em cinco etapas. A primeira correspondeu à vedação da superfície e consistiu em passar duas camadas de esmalte nas faces de cada corpo de prova (em vermelho na Figura 6.1), com exceção do diâmetro interno, para evitar que, devido ao movimento do óleo, esse fosse expulso do material durante o ensaio tribológico.

Figura 6.1 – Vedação da superfície do corpo de prova com esmalte.

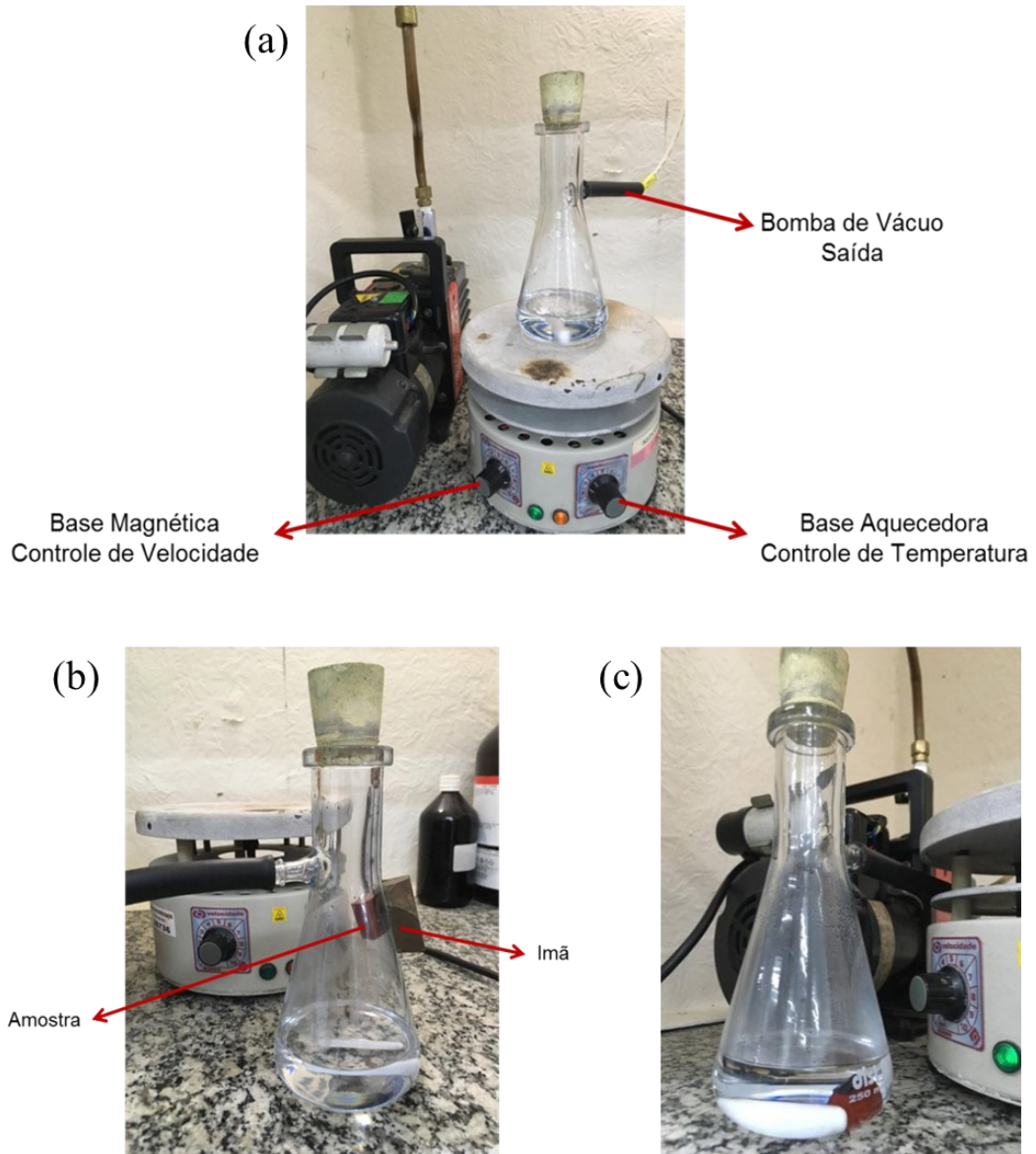


Fonte: Autoria própria.

A desumidificação do óleo foi imprescindível e para isto adicionou-se 100 ml do lubrificante LAB240A em um kitassato juntamente com uma barra magnética para agitação do óleo e todo esse conjunto sob uma base magnética e aquecedora, para auxiliar na redução da umidade do óleo. Ajustou-se a temperatura em $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ e o sistema permaneceu em vácuo por 1 h (Figura 6.2(a)). Para resfriar o óleo, retirou-se o kitassato da base aquecedora e este ficou sob uma pedra de mármore por 5 min com a bomba de vácuo ligada. A amostra foi colocada em vácuo com o auxílio de um imã pelo lado externo da vidraria e posicionada na altura da saída da bomba de vácuo por 15 min com o intuito de remover o ar retido da porosidade do material (Figura 6.2(b)). Por fim, para finalizar a impregnação, o imã foi

removido e a amostra permaneceu submersa no óleo por 15 min (Figura 6.2(c)). Após esse tempo a amostra foi extraída do kitassato com o auxílio de uma pinça e suas faces esmaltadas foram secas com papel.

Figura 6.2 – Processo de impregnação: (a) desumidificação do óleo, (b) amostra em vácuo e (c) impregnação da amostra.

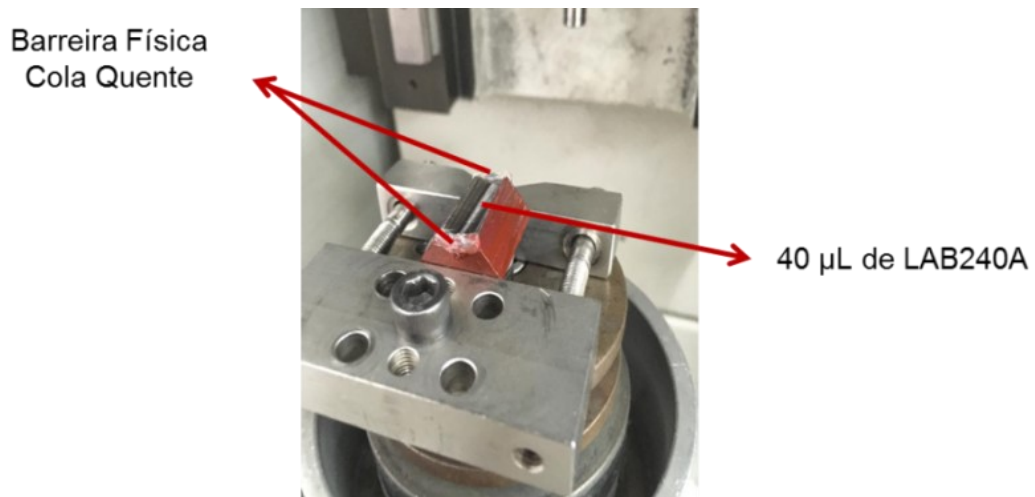


Fonte: Autoria própria.

Os ensaios tribológicos foram realizados com a mesma configuração exposta no item 5.1 e foram realizados cinco ensaios para cada amostra. Todavia, nesta etapa do trabalho, 40 μ l do óleo LAB240A desumidificado foram adicionados na superfície de cada amostra

com o auxílio de uma micropipeta, para garantir sua disponibilidade no contato tribológico. A definição da quantidade de óleo se deu mediante testes exploratórios. O aparato experimental consistiu em colocar cola quente nas duas extremidades da amostra com o intuito de formar uma barreira física para impedir o escoamento do lubrificante fluido para fora do tribossistema. A configuração dos ensaios tribológicos está exposta na Figura 6.3.

Figura 6.3 – Configuração do ensaio tribológico com lubrificação fluida.



Fonte: Autoria própria.

Foram realizados ensaios de desgaste por deslizamento alternado com carga constante de 7 N por 2 h. Todas as marcas de desgaste do corpo e contracorpo foram analisadas por MEV com o intuito de verificar a morfologia da superfície das amostras e assim identificar os mecanismos de desgaste atuantes. Além disso, para identificar a formação das tribocamadas foi realizada análise de composição química, por meio de EDS, dentro e fora das marcas desgastadas.

A Espectroscopia Raman é uma técnica sensível à vibração da estrutura molecular, e, nesse trabalho, forneceu informações sobre a organização estrutural do carbono e os níveis de desordem estrutural. Essa técnica foi utilizada com o intuito de verificar a hibridização, distância interplanar e grau de orientação dos elementos presentes nas tribocamadas e complementar a análise química dessas. A técnica ainda foi utilizada para caracterizar o óleo antes e após cada ensaio tribológico e verificar se houve mudança química dele. O equipamento utilizado é da marca Renishaw InVia, modelo 2000, com laser de argônio, cuja fonte monocromática possui comprimento de onda de 514,5 nm. O foco do laser foi realizado com auxílio de um microscópio óptico Leica acoplado ao aparelho e como parâmetro para a

aquisição, a varredura de análise foi no intervalo da região de 300-3200 cm^{-1} . Em todas as medições foram realizadas 5 acumulações dos espectros com 30 a 60 s de tempo de aquisição em cada acumulação para redução de ruído e uma melhor definição dos picos. Os espectros foram tratados matematicamente com o auxílio do software Origin 2018 a fim de identificar e quantificar a contribuição de cada banda.

Considerando que lubrificantes fluidos são comumente utilizados em sistemas mecânicos reais, cujos componentes possuem superfícies calibradas e o desgaste passa a ser um fator preponderante, o presente estudo procedeu a ensaios em condições a seco e lubrificadas com óleo LAB240A, utilizando as amostras calibradas com 320 MPa (C-320), bem como as somente sinterizadas (SS) com o intuito de compará-las.

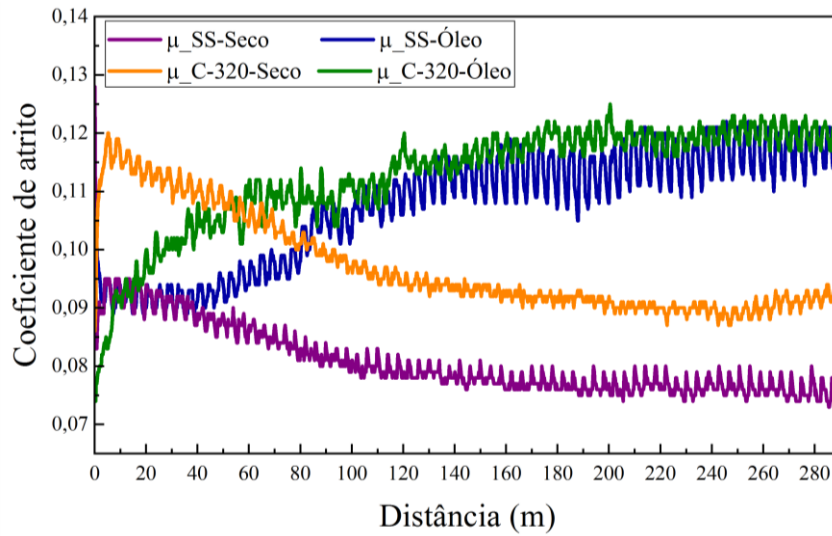
6.2 RESULTADOS – ETAPA B

A evolução típica do coeficiente de atrito durante os ensaios com carga constante, a seco e lubrificado, para as amostras sinterizadas e calibradas com 320 MPa é apresentada na Figura 6.4. Embora houvesse expectativa que a lubrificação fluida apresentasse menor valor de coeficiente de atrito, o resultado foi inesperado, tendo em vista que, independentemente da condição superficial, para os ensaios com óleo, houve um aumento do coeficiente de atrito em comparação com os ensaios realizados a seco, cerca de 30 % para a superfície apenas sinterizada e 40 % para a calibrada com 320 MPa. Esse comportamento pode ser justificado pela pequena quantidade de lubrificante fluido disponível no contato tribológico. Além disso, nos ensaios realizados a seco, observa-se que nos instantes iniciais do movimento houve um aumento do coeficiente de atrito, seguido de uma redução progressiva no decorrer do movimento, justificada pela ativação da lubrificação sólida, até que o regime estacionário foi atingido (~120 m). Para os ensaios com óleo, ocorreu o oposto, visto que o início do movimento foi caracterizado pelo baixo coeficiente de atrito devido à atuação do lubrificante fluido e, em seguida, ocorreu um aumento progressivo até a estabilização do regime estacionário.

A Figura 6.5 traz os valores resultantes da taxa de desgaste específica e do coeficiente de atrito médio no regime estacionário das amostras apenas sinterizada (SS) e calibrada com 320 MPa (C-320), ensaiadas a seco e em óleo. Pode-se observar que ao adicionar óleo na superfície apenas sinterizada houve uma redução de 30 % na taxa de desgaste específica, que atingiu o valor de $2,78 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$. Entretanto, ocorreu o oposto para a superfície

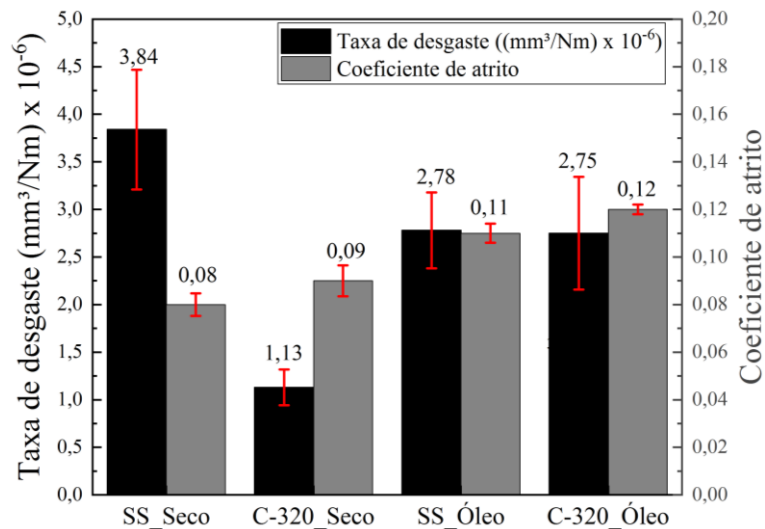
calibrada com 320 MPa, a qual apresentou uma taxa de $2,75 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$, 140 % maior que a mesma amostra ensaiada a seco. A amostra C-320 ensaiada a seco apresentou a menor taxa de desgaste, enquanto as amostras testadas com óleo apresentaram valores semelhantes, tanto para a taxa de desgaste específica quanto para o coeficiente de atrito médio, dentro do regime estacionário, independente da condição da superfície.

Figura 6.4 – Coeficiente de atrito no ensaio de carga constante das amostras somente sinterizadas (SS) e calibradas com 320 MPa (C-320) em ensaios a seco e lubrificados.



Fonte: Autoria própria.

Figura 6.5 – Taxa de desgaste específica e coeficiente de atrito das amostras SS e C-320 ensaiadas a seco e em óleo.



Fonte: Autoria própria.

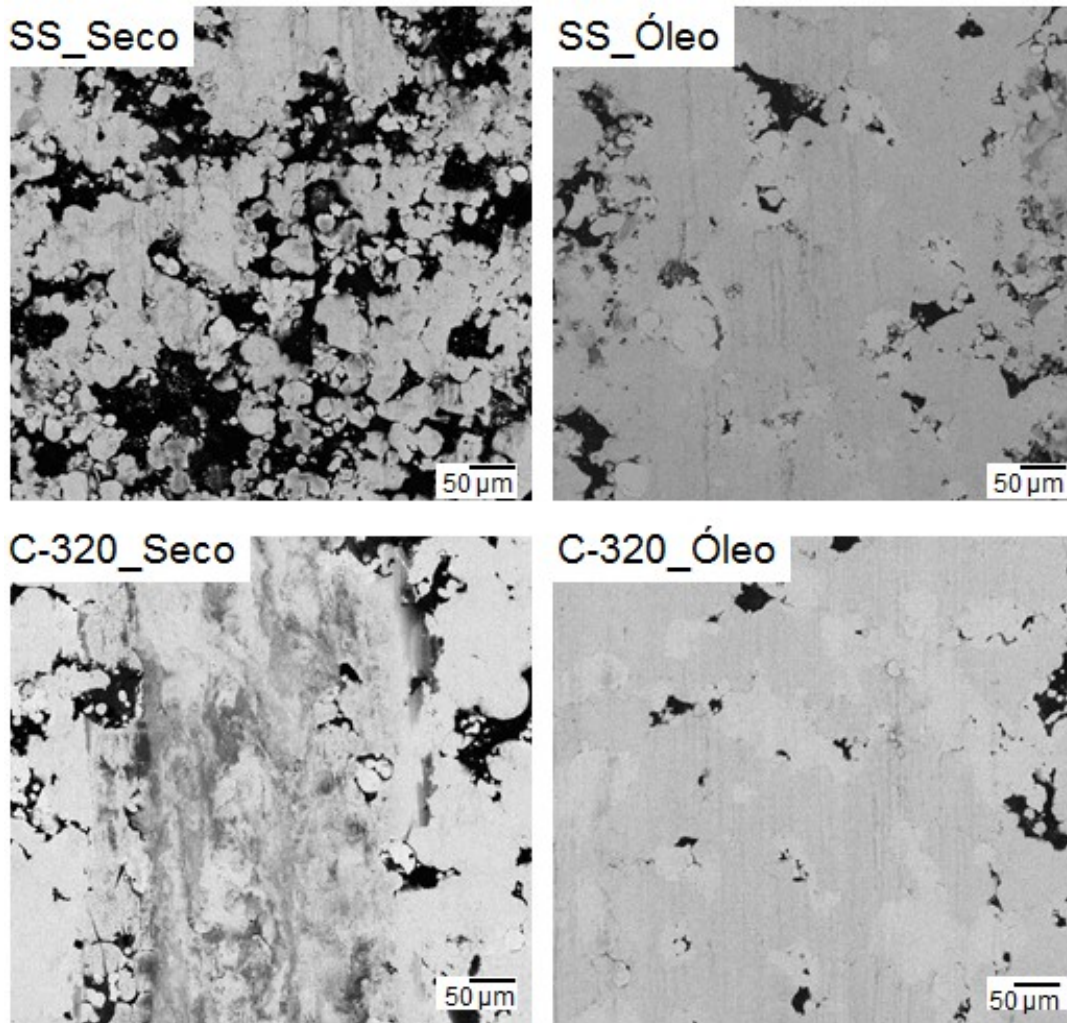
Ao analisar as pistas de desgaste por microscopia eletrônica (Figura 6.6), pode-se observar que, para o ensaio a seco, a amostra C-320 apresentou uma tribocamada diferenciada das demais condições (regiões cinza), o que indica ter uma quantidade maior de grafite espalhado, que pode ter minimizado o contato entre as superfícies e que poderia justificar o desempenho superior desta amostra quanto à taxa de desgaste específica. As amostras testadas com lubrificante fluido mostraram uma redução desta tribocamada típica e devido a um desgaste mais acentuado, geraram o efeito de fechamento da porosidade, o que tornou a superfície mais lisa.

Alguns autores afirmam que a tribocamada é formada pela agregação de detritos oxidados e fragmentados durante o contato (AIZAWA *et al.*, 2005; BISWAS, 2000). Como hipótese, o fluido lubrificante adicionado sobre as amostras tendeu a remover os detritos da região central da pista, o que resultou em uma menor formação da tribocamada de óxido e rica em carbono, e assim, favoreceu o maior desgaste da amostra calibrada com 320 MPa testada com óleo. Nos ensaios realizados a seco, houve uma tribocamada rica em carbono e oxigênio, que impactou diretamente no desempenho dessas superfícies quanto ao atrito, durabilidade e desgaste, conforme resultados apresentados na Etapa A. Já nos sistemas lubrificados com óleo, o aditivo do óleo a base de fósforo, reduz a importância do carbono e passa a ser preponderante no desempenho dessas superfícies. Sendo assim, nos ensaios cuja lubrificação é mista, a oferta de carbono das superfícies SS e C-320 não gera diferença significativa no desempenho tribológico.

Além da hipótese de que o fluido removeu as partículas que formam a tribocamada principalmente rica em carbono, um segundo efeito pode ter ocorrido. De acordo com a literatura (MARTIN, 1999; MOHAMED FARUCK *et al.*, 2020; SALVARO, 2015), o fósforo oriundo do aditivo BTP presente no óleo precisa reagir com a superfície do aço (que contém ferro ou óxido de ferro) para formar uma tribocamada de fosfato de ferro, responsável por minimizar o contato direto entre os metais e, portanto, contribuir para a redução do desgaste da superfície sob lubrificação limite. Quanto ao caso das amostras estudadas no presente trabalho, nos ensaios a seco, ocorre a formação de uma tribocamada com alto teor de carbono que promove redução do atrito e desgaste devido ao maior cisalhamento do grafite, conforme visto na Figura 5.16 da Etapa A. Quando há a lubrificação mista, o grafite não consegue cisalhar na mesma proporção e ainda dificulta o mecanismo de formação da tribocamada com fosfato devido à redução da interação do fosfato com o ferro presente no corpo de prova. Esses dois fatores combinados (redução do cisalhamento e da quantidade de partículas

formadoras da tribocamada rica em carbono e a inibição da formação de fosfato na tribocamada pela presença de carbono em algumas áreas do contato), podem explicar o pior desempenho tribológico da amostra C-320 lubrificada com óleo.

Figura 6.6 – Aspectos típicos das pistas de desgaste das amostras SS e C-320 após os ensaios de deslizamento alternado com carga constante a seco e em óleo.

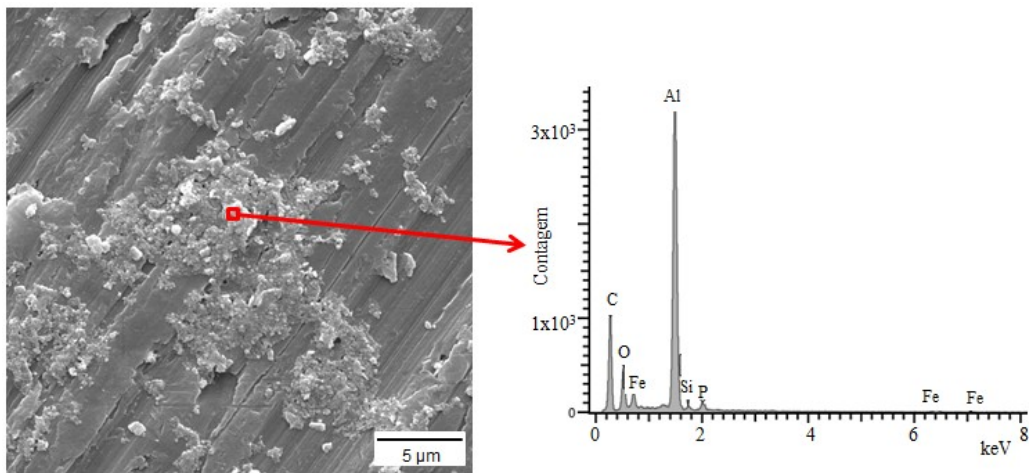


Fonte: Autoria própria.

Após os ensaios com lubrificante fluido, foi coletado com uma micropipeta o óleo com os resíduos resultantes da amostra SS_Óleo. A amostra C-320_Óleo apresentou uma quantidade limitada de óleo na superfície da amostra, o que impediu a sua coleta para posteriores análises. A Figura 6.7 mostra a imagem de MEV das partículas e a respectiva análise química via EDS. Verificou-se que esses detritos são compostos principalmente de carbono, contendo oxigênio e ferro, o que indica a interação entre esses elementos durante os

ensaios de deslizamento alternado. Também foi detectada a presença do elemento fósforo (P), indicando que as tribocamadas são oriundas da interação do aditivo do óleo com a superfície metálica da amostra, conforme observado por Salvaro (2015) em amostras com superfícies de ferro fundido ensaiadas com o mesmo óleo do presente estudo (LAB240A). O alumínio se refere ao material de suporte usado para a análise.

Figura 6.7 – Imagem MEV e análise EDS dos detritos presentes no óleo após o ensaio tribológico da amostra apenas sinterizada (SS_Óleo).



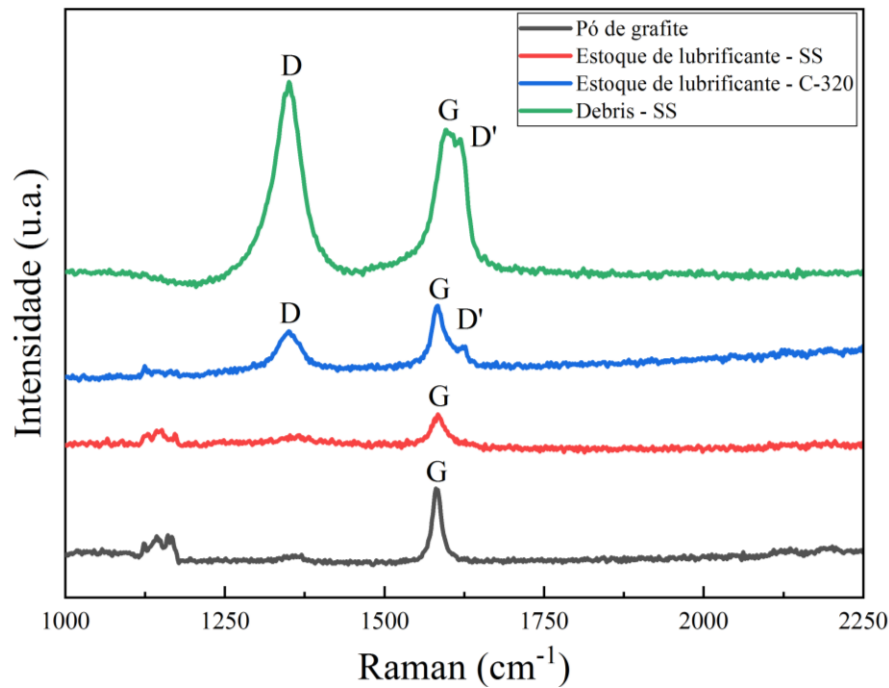
Fonte: Autoria própria.

Os espectros Raman do pó de grafite usado no processamento dos compósitos autolubrificantes, dos reservatórios de lubrificante sólido nas amostras SS e C-320 antes do ensaio e, dos detritos coletados do óleo após os ensaios tribológicos com a amostra SS são mostrados na Figura 6.8. De acordo com Ferrari e Robertson (2001), a banda D ($\sim 1350\text{ cm}^{-1}$), também conhecida como banda da desordem está relacionada ao distúrbio da cristalinidade e à ruptura na repetibilidade das estruturas carbonáceas envolvidas, enquanto a banda G (1580 cm^{-1}), chamada de banda do grafite ou tangencial, está associada à hibridização sp^2 e à extensão das estruturas que ocorrem de forma repetitiva no mesmo cristal (ROBERTSON, 2002). Finalmente, a banda D' (1620 cm^{-1}) refere-se aos diferentes tipos de defeitos estruturais.

O aparecimento de bandas D e D' nos reservatórios de lubrificante de amostras calibradas antes do ensaio indica que a etapa de calibração causa mudanças na estrutura de carbono, o que indica que quanto mais trabalho plástico é realizado na superfície, mais desordenado o carbono fica. Pode-se observar que os detritos apresentaram estruturas de

carbono mais desordenadas, caracterizadas por maior intensidade e alargamento da banda D e D'.

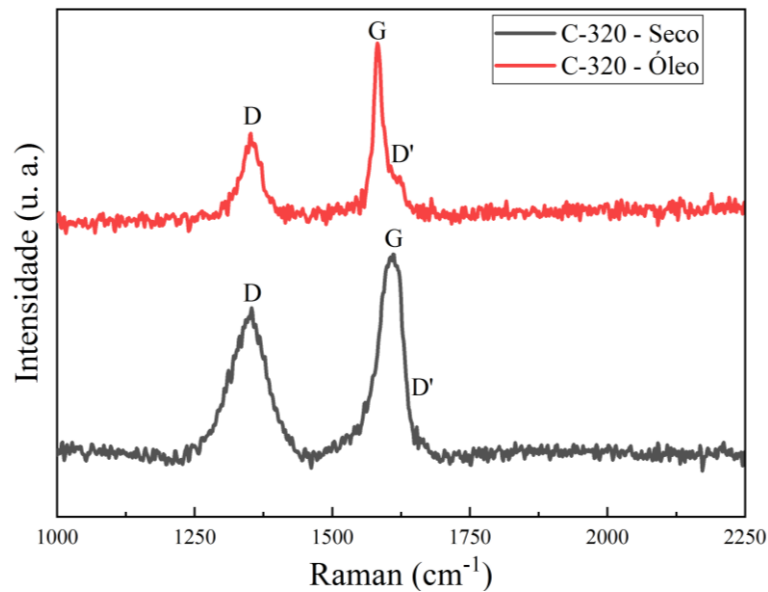
Figura 6.8 – Espectro de Raman do pó de grafite usado no processamento dos compósitos autolubrificantes, dos estoques de lubrificante sólido nas amostras SS e C-320 antes do ensaio e, dos detritos coletados do óleo após os ensaios tribológicos com a amostra SS.



Fonte: Autoria própria.

Ao comparar os espectros de tribocamadas formadas nas amostras calibradas durante os ensaios a seco e com lubrificação fluida (Figura 6.9), é notado que as bandas D e D' se intensificam e se alargam para a amostra a seco. Isso indica que, com a presença de óleo nos ensaios, há menos desordem de carbono, o que demonstra que o óleo dificulta o cisalhamento dos planos da estrutura do grafite, o que também pode interferir nos mecanismos de desgaste e coeficiente de atrito, uma vez que estruturas de carbono mais desordenadas proporcionam propriedades tribológicas aprimoradas (BINDER *et al.*, 2017). Ao comparar estes resultados, observa-se que os detritos após o ensaio lubrificado (curva verde - Figura 6.8) apresentam picos mais largos que tribocamada após ensaio em óleo (curva vermelha – Figura 6.9), indicando que as partículas arrancadas do compósito tendem a maior desordem devido à fragmentação sofrida durante o contato no decorrer do ensaio.

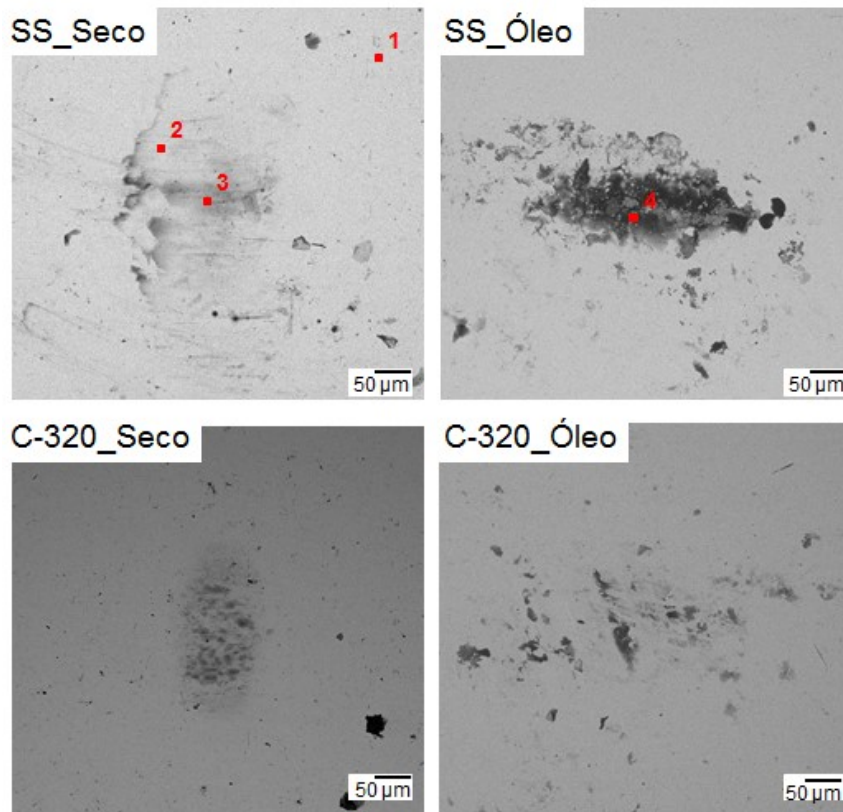
Figura 6.9 – Espectros da tribocamada da amostra C-320 em ensaios realizados a seco e lubrificado.



Fonte: Autoria própria.

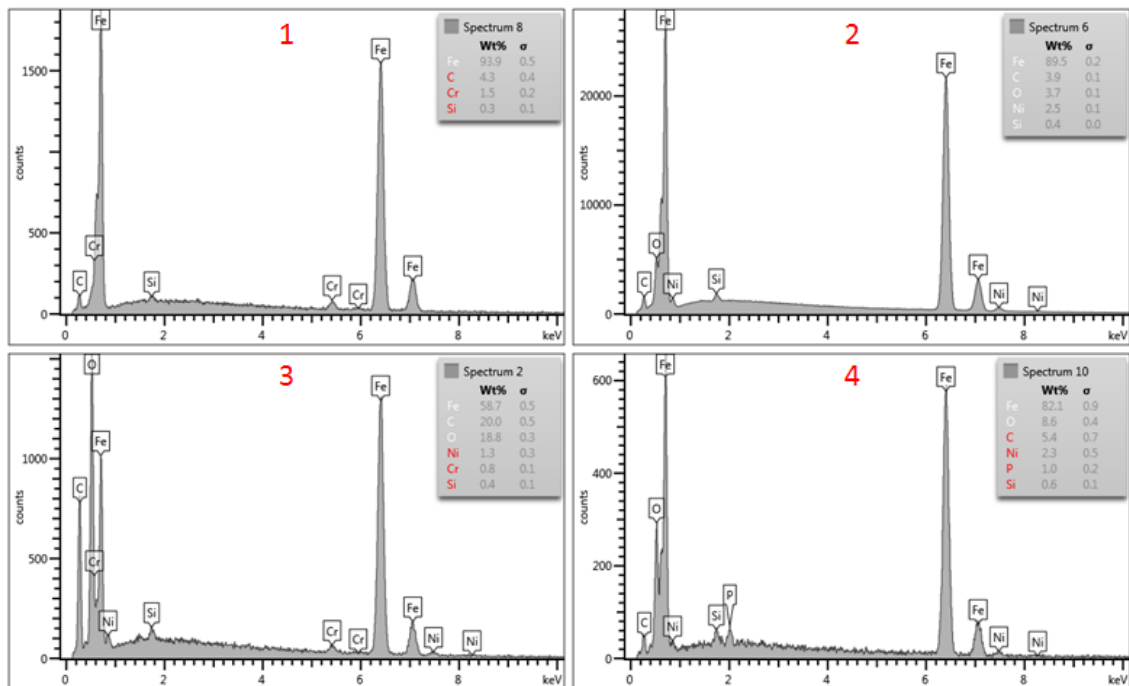
A Figura 6.10 mostra as imagens de MEV dos contracorpos após os ensaios de carga constante e a Figura 6.11 os espectros obtidos em EDS. Antes das análises todos os contracorpos foram limpos em banho ultrassônico com acetona por cinco minutos e secas com fluxo de ar quente. Não houve desgaste significativo nos contracorpos, devido ao seu material possuir melhores propriedades mecânicas em relação ao material das amostras de compósitos autolubrificantes. É possível visualizar apenas as tribocamadas (regiões mais escuras) formadas durante o contato. A região 4 é um espectro referente à tribocamada do ensaio com a amostra somente sinterizada realizado com lubrificantes fluido. Nessa amostra, não apenas o fósforo está presente, mas também há uma redução no teor de oxigênio e carbono quando comparado à mesma região do ensaio a seco (região 3).

Figura 6.10 – Imagens MEV de marcas de desgaste nos contracorpos.



Fonte: Autoria própria.

Figura 6.11 – Análises de EDS típicas de regiões de tribocamada.

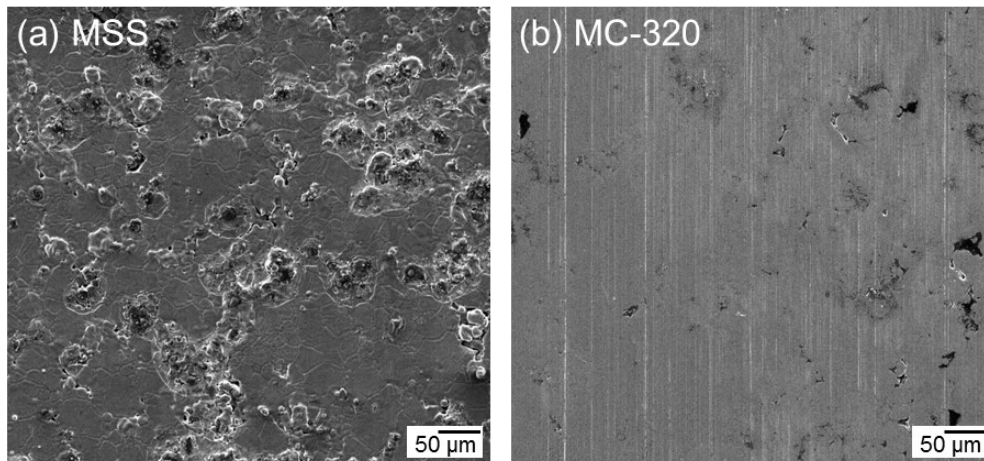


Fonte: Autoria própria.

Com o intuito de comparar o efeito do lubrificante sólido e fluido de maneira isolada, foram produzidas amostras sem os lubrificantes sólidos, isto é, com composição nominal equivalente à matriz da liga utilizada no decorrer deste trabalho (Fe + 4 % Ni + 0,5 % Si), o que resultou em mais duas condições: MSS, matriz somente sinterizada, e MC-320, matriz calibrada com 320 MPa. Estas duas novas amostras foram ensaiadas a seco e em óleo.

A Figura 6.12 traz as imagens de MEV das superfícies destas duas novas amostras, em que é possível visualizar melhor o efeito da calibração em relação ao fechamento da porosidade.

Figura 6.12 – Imagens em MEV das superfícies das condições (a) MSS e (b) MC-320.



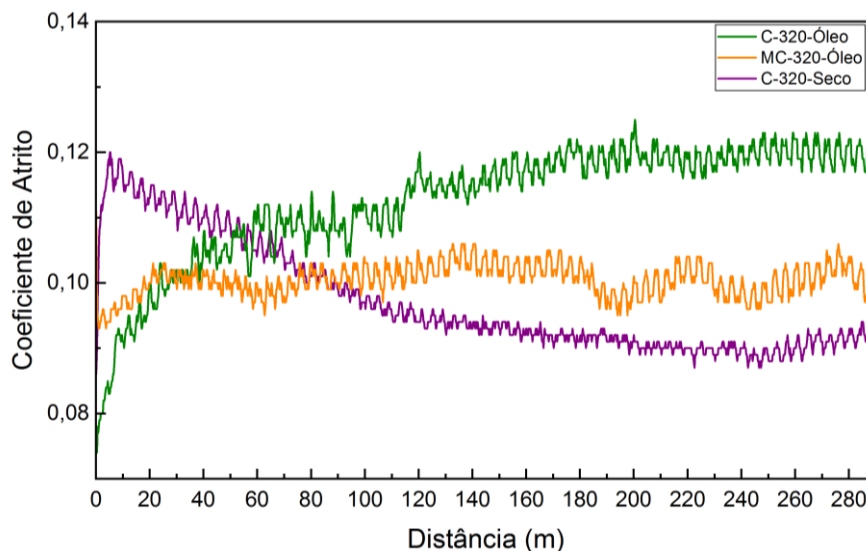
Fonte: Autoria própria.

Devido à falta de qualquer lubrificação, as amostras MSS e MC-320 ensaiadas a seco e sem lubrificação fluida, resultaram em coeficientes de atrito médio de 0,45, independente do acabamento da superfície.

A Figura 6.13 apresenta o comportamento do coeficiente de atrito durante o ensaio de deslizamento alternado das amostras C-320 a seco, C-320 em óleo e MC-320 em óleo. Verifica-se que ensaios em óleo mantiveram o comportamento de iniciar com coeficiente de atrito menor, enquanto que a ação do lubrificante sólido isolado apresentou um pico de 0,12 até estabilizar em valores médios de 0,09. O menor coeficiente de atrito foi apresentado pela amostra da matriz com apenas o lubrificante sólido ensaiada a seco, enquanto que a combinação das duas lubrificações apresentou a curva com maiores valores de coeficiente de atrito ($\sim 0,12$). A amostra com somente lubrificação fluida (MC-320- Óleo) apresentou valores intermediários ($\sim 0,10$). Isto demonstra que a combinação das duas lubrificações, nas

condições do presente estudo, não é benéfica do ponto de vista do coeficiente de atrito, pois isoladas apresentam coeficientes de atrito menores. Uma hipótese é que uma lubrificação inibe a outra, de maneira que o óleo promove menor densidade de defeitos do carbono quando comparado a seco. Sendo assim, além do carbono diminuir a quantidade de fosfato, a sua parcela que permanece na tribocamada tem um nível de defeitos menor que a seco. Portanto, a combinação destas duas situações (pouco fosfato e carbono com menor desordem), levam a um pior desempenho tribológico.

Figura 6.13 – Comportamento dos coeficientes de atrito no ensaio de carga constante das amostras C-320 a seco, C-320 em óleo e MC-320 em óleo.



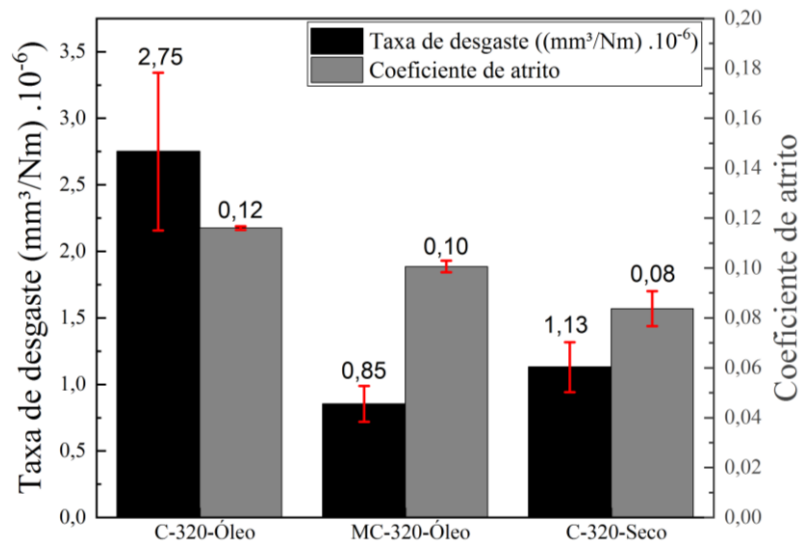
Fonte: Autoria própria.

A Figura 6.14 traz a média da taxa de desgaste específica e do coeficiente de atrito das três condições apresentadas na Figura 6.13. A menor taxa de desgaste específica foi observada para a amostra MC-320-Óleo ($0,85 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$), amostra utilizando somente a lubrificação fluida. Já a amostra com somente lubrificante sólido (C-320-Seco) apresentou um aumento de 33 % ($1,13 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$) em relação à amostra anterior. A combinação das lubrificações a seco e fluida da amostra C-320-Óleo resultou em um aumento de mais de 200 % ($2,75 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$) em relação à menor taxa de desgaste específica. Para efeito comparativo, a amostra MC-320 a seco, isto é, apenas a matriz calibrada e isenta de qualquer lubrificante, apresentou uma taxa de desgaste específica de $23,5 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$. Sendo assim, demonstra-se que, em condições em que a lubrificação fluida é ineficiente, a taxa de desgaste específica pode subir consideravelmente e, nesses casos, o compósito

autolubrificante pode apresentar benefícios na prática, embora estas duas lubrificações concomitantes tenham apresentado uma taxa maior do que isoladas.

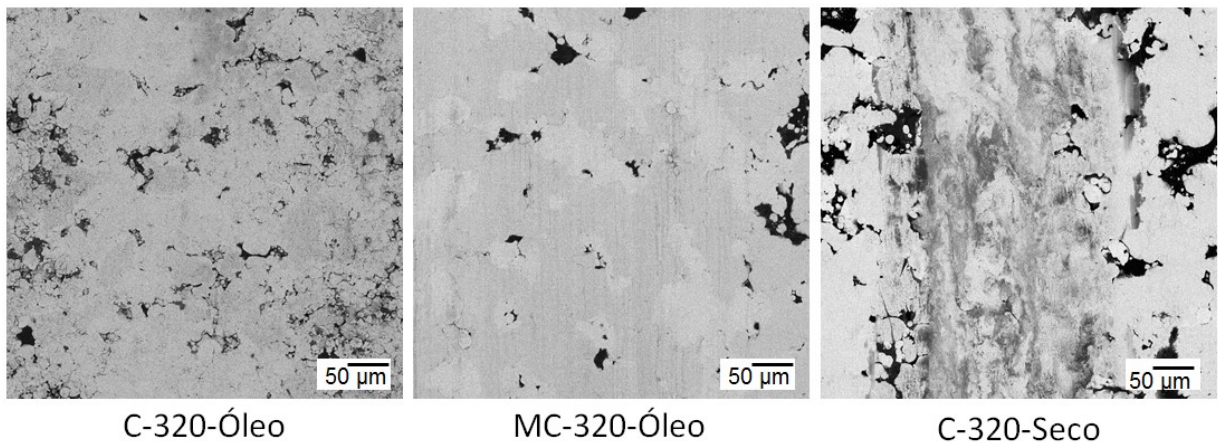
A Figura 6.15 traz os aspectos típicos das marcas de desgaste das condições C-320 a seco, C-320 em óleo e MC-320 em óleo visualizadas nas imagens de MEV por BSE. Observe-se que as regiões cinza escuro, características da tribocamada composta de oxigênio e carbono, só estão presentes na superfície da amostra ensaiada a seco, enquanto as marcas de desgaste das amostras ensaiadas com óleo são dificilmente distinguíveis.

Figura 6.14 – Taxa de desgaste específica e coeficiente de atrito das amostras C-320 a seco, C-320 em óleo e MC-320 em óleo.



Fonte: Autoria própria.

Figura 6.15 – Aspectos típicos das marcas de desgaste das amostras C-320 a seco, C-320 em óleo e MC-320 em óleo.



C-320-Óleo

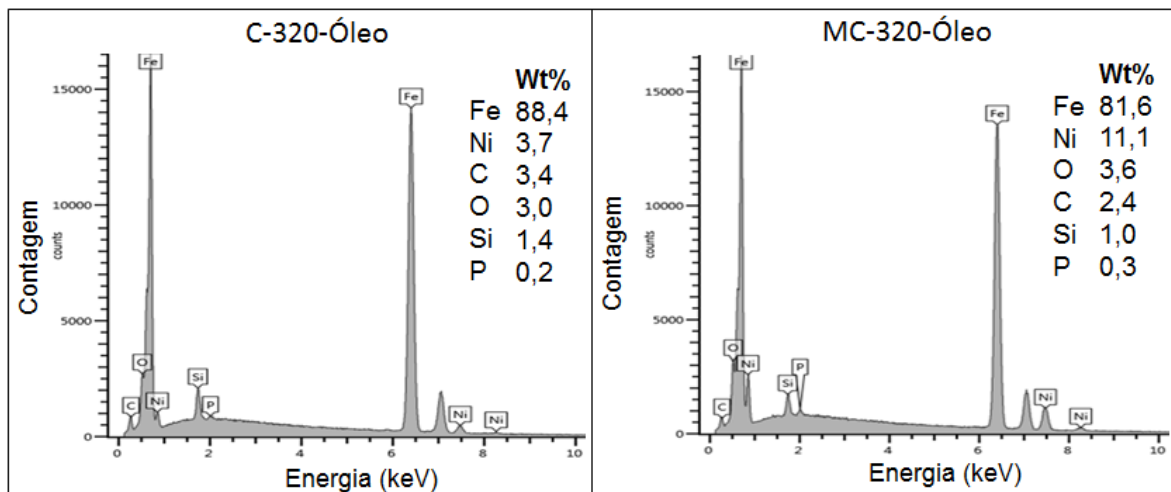
MC-320-Óleo

C-320-Seco

Fonte: Autoria própria.

A Figura 6.16 apresenta o espectro típico das condições ensaiadas em óleo, enquanto o resultado da amostra C-320 a seco encontra-se na Figura 5.16. Embora o EDS seja apenas qualitativo para cálculo de percentuais de C e O, observa-se uma redução significativa destes elementos na região da marca de desgaste e concomitantemente o aparecimento do fósforo nesta região.

Figura 6.16 – Análise EDS das pistas das amostras C-320 em óleo e MC-320 em óleo.



Fonte: Autoria própria.

6.3 CONCLUSÃO PARCIAL – ETAPA B

Em suma, a etapa B deste trabalho teve por objetivo comparar o efeito da lubrificação mista (sólida e fluida) e isolada e assim estudar a formação e manutenção da tribocamada formada nestas condições utilizando um compósito autolubrificante calibrado com lubrificante sólido incorporado ao volume da matriz. Os resultados desta etapa permitiram concluir que:

- Entre as condições estudadas, melhores propriedades tribológicas foram encontradas para as amostras calibradas com 320 MPa, em ensaios a seco, o que pode ser atribuído, além das características topográficas e de dureza aprimoradas, à presença de carbono com estrutura mais desordenada, formados durante os ensaios tribológicos;

- O pior desempenho tribológico para as condições com lubrificante fluido pode ser atribuído a estes dois fatores combinados: redução na quantidade de partículas formadoras de

tribocamada devido ao menor cisalhamento do carbono e inibição da formação de fosfato na tribocamada pela presença de carbono em algumas áreas contato;

- A amostra C-320 apresentou as melhores condições para fornecer uma superfície tribológica com topografia adequada, ótima fração de apoio/contato e uma tribocamada adequada para a aplicação. Entretanto, o óleo LAB240A foi projetado inicialmente para um sistema cuja superfície fosse ferrosa e não à base de carbono. Sendo assim, demonstrou-se que o sistema tribológico estava desfavorável para o compósito autolubrificante e favorável para o óleo atuando sob superfície ferrosa.

7 CONSIDERAÇÕES FINAIS

O desenvolvimento deste estudo permitiu compreender os efeitos da calibração e da utilização de lubrificação fluida nas propriedades tribológicas de compósitos autolubrificantes produzidos via metalurgia do pó. As etapas A e B permitiram definir algumas conclusões e dentre estas:

- O processo pós-sinterização de calibração resultou em um aumento significativo da fração de apoio superficial (acima de 99 %) e a deformação plástica superficial resultante desta etapa foi suficiente para melhorar o acabamento da superfície do compósito sinterizado;

- O aumento da dureza das superfícies calibradas em até 30 % foi resultado do efeito do fechamento da porosidade e do encruamento do material logo abaixo da superfície;

- Em relação às propriedades tribológicas a seco, a maior durabilidade foi exibida pela amostra apenas sinterizada e o aumento na pressão de calibração reduziu esta propriedade devido a uma dificuldade na manutenção da tribocamada protetora no contato tribológico, induzido pelo fechamento de poros e dos estoques de lubrificantes sólidos na superfície dos compósitos;

- A menor taxa de desgaste específica foi obtida para a amostra calibrada com 320 MPa, motivado pela melhoria do acabamento superficial, da dureza da matriz metálica e devido à presença de carbono com estrutura mais desordenada, formados durante os ensaios tribológicos. No entanto, o uso de uma pressão de calibração superior a 320 MPa resultou na redução da disponibilidade de estoques de lubrificantes sólidos na superfície do compósito, o que promoveu um efeito prejudicial em sua resistência ao desgaste;

- A definição da pressão de calibração é essencial para os melhores resultados de resistência ao desgaste de compósitos autolubrificantes sinterizados, pois é diretamente afetada por sua topografia e dureza de sua superfície. Além disso, há um limite entre a melhora no acabamento superficial e o fornecimento de lubrificante para a manutenção da tribocamada protetora e lubrificante no contato tribológico;

- O pior desempenho tribológico do compósito autolubrificante para as condições com lubrificante fluido pode ser atribuído a dois fatores combinados: redução na quantidade de partículas formadoras de tribocamada devido ao menor cisalhamento do carbono e inibição da formação de fosfato na tribocamada pela presença de carbono em algumas áreas de contato.

8 SUGESTOES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar ensaios interrompidos para compreender a evolução dos mecanismos de desgaste e lubrificação;
- Investir em diferentes técnicas de caracterização da tribocamada para entender sua natureza química, estrutura, propriedades mecânicas e fenômenos que ocorrem da ação da lubrificação mista. Técnicas como XPS, nanodureza, FIB-FEG, ROF SIMS (não há atualmente no Brasil);
- Realizar ensaios com as superfícies C-320 em um emulador para avaliar condições reais de trabalho;
- Investigar o uso da lubrificação mista utilizando outros lubrificantes fluidos que favoreçam o desempenho tribológico de superfícies à base de carbono.

REFERÊNCIAS

- AIZAWA, T.; MITSUO, A.; YAMAMOTO, S.; SUMITOMO, T.; MURAISHI, S.. Self-lubrication mechanism via the in situ formed lubricious oxide tribofilm. **Wear**, [S.L.], v. 259, n. 1-6, p. 708-718, jul. 2005. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2005.02.025>.
- ANSELMO, L. M.; LAMIM, T. S.; HROMATKA, M.; MELLO, J. D. B. de; KLEIN, A. N.; HAMMES, G.; BINDER, C.. Influence of post-sintering sizing process on the tribological behaviour of self-lubricating iron-based composite. **Wear**, [S.L.], v. 496-497, p. 204287, maio 2022. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2022.204287>.
- ASM HANDBOOK. ASM Handbook. Asm Intl, v. 18: **Friction, Lubrication and Wear Technology**, 1992.
- BAYER, R. G. **Mechanical wear prediction and prevention**. Marcel Dekker Inc, 1995. 657 p. ISBN ISBN 0 8247 9027 8.
- BHUSHAN, B. **Introduction to Tribology**. 2ª. ed. Columbus, Ohio: John Wiley & Sons Ltd, 2013.
- BINDER, C.. **Desenvolvimento de novos tipos de aços sinterizados autolubrificantes a seco com elevada resistência mecânica aliada a baixo coeficiente de atrito via moldagem de pós por injeção**. 2009. 170 f. Tese (Doutorado) - Curso de Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Centro Tecnológico, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2009.
- BINDER, C.; HAMMES, G.; SCHROEDER, R.; KLEIN, A. N.; MELLO, J. D. B. de; BINDER, R.; RISTOW, W. J.. 'Fine tuned' steels point the way to a focused future. **Metal Powder Report**, v. 65, n. 4, p. 29-37, maio 2010. Mark Allen Group. [http://dx.doi.org/10.1016/s0026-0657\(10\)70108-9](http://dx.doi.org/10.1016/s0026-0657(10)70108-9).
- BINDER, C.; BENDO, T.; PEREIRA, R. V.; HAMMES, G.; MELLO, J. D. B. de; KLEIN, A. N.. Influence of the SiC content and sintering temperature on the microstructure, mechanical properties and friction behaviour of sintered self-lubricating composites. **Powder Metallurgy**, [S.L.], v. 59, n. 5, p. 384-393, 19 out. 2016. Informa UK Limited. <http://dx.doi.org/10.1080/00325899.2016.1250036>.
- BINDER, C.; BENDO, T.; HAMMES, G.; NEVES, G.O.; BINDER, R.; MELLO, J.D.B. de; KLEIN, A.N.. Structure and properties of in situ-generated two-dimensional turbostratic graphite nodules. **Carbon**, [S.L.], v. 124, p. 685-692, nov. 2017. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbon.2017.09.036>.
- BISWAS, S.K. Some mechanisms of tribofilm formation in metal/metal and ceramic/metal sliding interactions. **Wear**, [S.L.], v. 245, n. 1-2, p. 178-189, out. 2000. Elsevier BV. [http://dx.doi.org/10.1016/s0043-1648\(00\)00477-4](http://dx.doi.org/10.1016/s0043-1648(00)00477-4).
- BLAIS, C. **Machining of PM Materials: A Secondary Shaping Operation of Primary Concern**. Int. J. Powder Metall., v. 4, p. 13-14, 2008.

BOCCHINI, G. F. **The influences of Porosity on the Characteristics of Sintered Materials.** SAE Technical Paper Series., v. 95, p. 790-805, 1986.
<http://dx.doi.org/10.4271/860148>.

BOWDEN, F. P.; ROWE, G. W. **The Adhesion of Clean Metals.** Proceedings of The Royal Society A, n. 233, p. 429-442, 1956. <http://dx.doi.org/10.1098/rspa.1956.0001>.

BUCKLEY, D. H. **Surface Effects in Adhesion, Friction, Wear, and Lubrication.** 1^a. ed. Amsterdam: Elsevier, v. 5, 1981. 631 p. ISBN 0444419667.

CAMPOS, K.R.; KAPSA, P.; BINDER, C.; KLEIN, A.N.; MELLO, J.D.B. de. Tribological evaluation of self-lubricating sintered steels. **Wear**, [S.L.], v. 332-333, p. 932-940, maio 2015. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2015.01.056>.

CLAUSS, F. J. **Solid Lubricants and Self-Lubricating Solids.** 1. ed. [S.l.]: Academic Press, 1972.

DANNINGER, H.; GIERL-MAYER DR, C. **Advanced powder metallurgy steel alloys.** Advances in Powder Metallurgy, p. 149-201, 2013.
<http://dx.doi.org/10.1533/9780857098900.2.149>.

MELLO, J.D.B. de; BINDER, R.; KLEIN, A. N.; HUTCHINGS, I. M.. Effect of compaction pressure and powder grade on microstructure and hardness of steam oxidised sintered iron. **Powder Metallurgy**, [S.L.], v. 44, n. 1, p. 53-61, jan. 2001. Informa UK Limited.
<http://dx.doi.org/10.1179/003258901666176>.

MELLO, J.D.B. de; BINDER, R.; DEMAS, N.G.; POLYCARPOU, A.A.. Effect of the actual environment present in hermetic compressors on the tribological behaviour of a Si-rich multifunctional DLC coating. **Wear**, [S.L.], v. 267, n. 5-8, p. 907-915, jun. 2009. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2008.12.070>.

MELLO, J. D. B. de; BINDER, C.; BINDER, R.; KLEIN, A. N.. Effect of precursor content and sintering temperature on the scuffing resistance of sintered self lubricating steel. **Wear**, [S.L.], v. 271, n. 9-10, p. 1862-1867, jul. 2011. Elsevier BV.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2010.11.038>.

MELLO, J. D. B. de; BINDER, C.; HAMMES, G.; KLEIN, A. N.. Effect of the metallic matrix on the sliding wear of plasma assisted debinded and sintered MIM self-lubricating steel. **Wear**, [S.L.], v. 301, n. 1-2, p. 648-655, abr. 2013. Elsevier BV.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2013.01.011>.

MELLO, J. D. B. de; JUSTE, K. C.; KAPSA, P.; BINDER, C.; KLEIN, A. N.. Influence of Surface Finishing on the Tribological Behavior of Self-Lubricating Iron-Based Composites. **Tribology Transactions**, [S.L.], v. 61, n. 3, p. 560-568, 12 dez. 2017. Informa UK Limited. <http://dx.doi.org/10.1080/10402004.2017.1378393>.

MELLO, J. D. B. de; BINDER, C.; HAMMES, G.; BINDER, R.; KLEIN, A. N.. Tribological behaviour of sintered iron based self-lubricating composites. **Friction**, [S.L.], v. 5, n. 3, p.

285-307, set. 2017. Springer Science and Business Media LLC.
<http://dx.doi.org/10.1007/s40544-017-0186-2>.

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. <http://dx.doi.org/10.1016/j.triboint.2005.07.015>.

DE MELLO, J. D. B. de; HUTCHINGS, I. M. Effect of processing parameters on the surface durability of steam-oxidized sintered iron. **Wear**, v. 250, n. 1-12, p. 435-448, 2001a. ISSN ISSN 0043-1648.

OLIVEIRA, M.M. de; HAMMES, G.; BINDER, C.; KLEIN, A.N.; MELLO, J.D.B. de. Solid lubrication in fluid film lubrication. **Lubrication Science**, [S.L.], v. 30, n. 3, p. 102-115, 15 jan. 2018. Wiley. <http://dx.doi.org/10.1002/ls.1408>.

DE OLIVEIRA JR, M. M.; DE MELLO, J. D. B de. **Comportamento tribológico de ligas autolubrificantes na presença de um lubrificante líquido**. Faculdade de Engenharia Mecânica – Universidade Federal de Uberlândia. Uberlândia - MG. 2014.

DOS SANTOS, M. B.; COSTA, H. L.; DE MELLO, J. D. B de. Potentiality of triboscopy to monitor friction and wear. **Wear**, v. 332-333, p. 1134-1144, 2015.
<https://doi.org/10.1016/j.wear.2014.10.017>.

DUBRUJEAUD, B.; VARDAVOULIAS, M.; JEANDIN, M. The role of porosity in the dry sliding wear of a sintered ferrous alloy. **Wear**, v. 174, p. 155-161, 1994.
[http://dx.doi.org/10.1016/0043-1648\(94\)90097-3](http://dx.doi.org/10.1016/0043-1648(94)90097-3).

EBERSBACH, F. G.; CARVALHO, D. L.; SCHROETER, R. B.; BINDER, C. ; KLEIN, A. N.. Effect of turning parameters on the surface of sintered self-lubricating composites. **The International Journal Of Advanced Manufacturing Technology**, [S.L.], v. 101, n. 9-12, p. 3143-3156, 17 dez. 2018. Springer Science and Business Media LLC.
<http://dx.doi.org/10.1007/s00170-018-3168-2>.

EBERSBACH, F. G.; BUILES, S. D., DORNELES, C. F., SCHROETER, R. B.; BINDER, C. ; KLEIN, A. N., MELLO, J.D.B. de.. Effect of cutting parameters in machining force, surfacetexture and chips morphology obtained in turning of sintered self-lubricating composites. **Materials Research**, v. 23, p. 1-10, 2020. <http://dx.doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2020-0120>.

ERDEMIR, A. **Solid Lubricants and self-lubricating films**. In: BRUSHAN, B. Modern Tribology Handbook. [S.l.]: CRC Press LLC, v. II, 2001. Cap. 22, p. 787-825.

ERDEMIR, A. Review of engineered tribological interfaces for improved boundary lubrication. **Tribology International**, v. 38, n. 3, p. 249-256, 2005.

ERDEMIR, A.; HOLMBERG, K. **Energy consumption due to friction in motored vehicles and low-friction coatings to reduce it**. Coating technology for vehicle applications, p. 1-23, 2015. <http://dx.doi.org/10.1007/978-3-319-14771-0>.

FERRARI, A. C.; ROBERTSON, J. Resonant Raman spectroscopy of disordered amorphous and diamond like carbon. **Phys. Rev B** 24, 2001.
<https://doi.org/10.1103/PhysRevB.64.075414>.

FURLAN, K. P. **Desenvolvimento de compósitos autolubrificantes de matriz ferrosa contendo MoS₂**. Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis. 2016.

FURLAN, K. P. et al. Metallurgical Aspects of Self-lubricating Composites Containing Graphite and MoS₂. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 26, p. 1135-1145, 2017. <http://dx.doi.org/10.1007/s11665-017-2563-4>.

FURLAN, K. P.; DE MELLO, J. D. B. de; KLEIN, A. N. Self-lubricating composites containing MoS₂: A review. **Tribology International**, v. 120, p. 280-298, 2018.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.triboint.2017.12.033>.

GALIOTTO, A. **Estudo da sinterabilidade de materiais ferrosos contendo elevados teores de sulfetos como aditivos**. Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis. 2005.

GRUPO SETORIAL DE METALURGIA DO PÓ. **A Metalurgia do Pó: alternativa econômica com menor impacto ambiental**. 1^a. ed. São Paulo: Metallum, 2009.

GSCHWENDER, L. J. et al. In: BRUSHIAN, B. (.). **Modern Tribology Handbook**. [S.l.]: CRC PRESS LLC, v. I, 2001. p. 351-372.

HAMMES, G. **Desenvolvimento de compósitos sinterizados autolubrificantes a seco, com lubrificantes granulados a seco**. Universidade Federal de Santa Catarina. [S.l.]. 2012.

HAMMES, G.; SCHROEDER, R.; BINDER, C.; KLEIN, A. N.; MELLO, J. D. B. de. Effect of double pressing/double sintering on the sliding wear of self-lubricating sintered composites. **Tribology International**, [S.L.], v. 70, p. 119-127, fev. 2014. Elsevier BV.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.triboint.2013.09.016>.

HAMMES, G.; MUCELIN, K. J.; GONÇALVES, P. da C.; BINDER, C.; BINDER, R.; JANSSEN, R.; KLEIN, A. N.; MELLO, J. D. B. de. Effect of hexagonal boron nitride and graphite on mechanical and scuffing resistance of self lubricating iron based composite. **Wear**, [S.L.], v. 376-377, p. 1084-1090, abr. 2017. Elsevier BV.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2017.01.115>.

HAMROCK, B. J.; SCHMID, S. R.; JACOBSON, B. O.. **Fundamentals of fluid film lubrication**. [S.l.]: CRC Press, 2004.

HARDING, M.; DONALDSON, I.; HEXEMER JUNIOR, R.; BISHOP, D.. Effects of Post-Sinter Processing on an Al–Zn–Mg–Cu Powder Metallurgy Alloy. **Metals**, [S.L.], v. 7, n. 9, p. 370, 13 set. 2017. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/met7090370>.

HOLMBERG, K.; ANDERSSON, P.; NYLUND, N-O.; MÄKELÄ, K.; ERDEMIR, A.. Global energy consumption due to friction in trucks and buses. **Tribology International**, [S.L.], v. 78, p. 94-114, out. 2014. Elsevier BV.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.triboint.2014.05.004>.

HOLMBERG, K.; KIVIKYTÖ-REPONEN, P.; HÄRKISAARI, P.; VALTONEN, Ka.; ERDEMIR, A.. Global energy consumption due to friction and wear in the mining industry. **Tribology International**, [S.L.], v. 115, p. 116-139, nov. 2017. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.triboint.2017.05.010>.

HOLMBERG, K.; ERDEMIR, A. The impact of tribology on energy use and CO2 emission globally and in combustion engine and electric cars. **Tribology International**, v. 135, p. 389-396, 2019. <http://dx.doi.org/10.1016/j.triboint.2019.03.024>.

HUTCHINGS, I. M. Tribology: friction and wear of engineering materials. [S.I.]: CRC Press, 1992.

JAIN, V.; SARAVANAN, M.; ANANDANI, R. C.; SIKAND, R.; GUPTA, A. K.. Effect of sizing on friction and wear properties of copper-iron based sintered composites. **Transactions Of The Indian Institute Of Metals**, [S.L.], v. 63, n. 1, p. 43-54, fev. 2010. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1007/s12666-010-0007-z>.

JOHNSON, K. I.; KELLER, D. V. Effect of Contamination on the Adhesion of Metallic Couples in Ultra-High Vacuum. **Journal of Applied Physics**, v. 38(4), p. 1896-1904, 1967. <http://dx.doi.org/10.1063/1.1709780>.

JOST, P. **Jost Report**. London. 1966.

LEMOISSON, F.; FROYEN, L. Understanding and improving powder metallurgical processes. **Fundamentals of Metallurgy**, p. 471-502, 2005. <http://dx.doi.org/10.1533/9781845690946.2.471>.

LI, X.; OLOFSSON, U. A study on friction and wear reduction due to porosity in powdermetallurgic gear materials. **Tribology International**, v. 110, p. 86-95, 2017. <http://dx.doi.org/10.1016/j.triboint.2017.02.008>.

LIM, S. C.; BRUNTON, J. H. The unlubricated wear of sintered iron. **Wear**, v. 113, p. 371-382, 1986. [http://dx.doi.org/10.1016/0043-1648\(86\)90035-9](http://dx.doi.org/10.1016/0043-1648(86)90035-9).

LIM, S. C.; GUPTA, M.; NG, W. B. Friction and wear characteristics of Al-Cu/C composites synthesized using partial liquid phase casting process. **Materials & Design**, v. 18, n. 3, p. 161-166, 1997. [http://dx.doi.org/10.1016/s0261-3069\(97\)00095-2](http://dx.doi.org/10.1016/s0261-3069(97)00095-2).

LIU, E-Y.; WANG, W-Z.; GAO, Y-M.; JIA, J-H.. Tribological properties of Ni-based self-lubricating composites with addition of silver and molybdenum disulfide. **Tribology International**, [S.L.], v. 57, p. 235-241, jan. 2013. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.triboint.2012.08.014>.

MARTIN, F.; GARCÍA, C.; BLANCO, Y.. Influence of residual porosity on the dry and lubricated sliding wear of a powder metallurgy austenitic stainless steel. **Wear**, [S.L.], v. 328-329, p. 1-7, abr. 2015. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2015.01.025>.

MARTIN, J. M. Antiwear mechanisms of zinc dithiophosphate: a chemical hardness approach. **Tribology Letters**, v. 6, p. 1-8, 1999. <http://dx.doi.org/10.1023/a:1019191019134>

MCFARLANE, J. S.; TABOR, D.. Adhesion of solids and the effect of surface films. **Proceedings Of The Royal Society Of London. Series A. Mathematical And Physical Sciences**, [S.L.], v. 202, n. 1069, p. 224-243, 7 jul. 1950. The Royal Society. <http://dx.doi.org/10.1098/rspa.1950.0096>.

METAL POWDER INDUSTRY FEDERATION. Determination of Microindentation Hardness of Powder Metallurgy Materials. **MPIF standard 51**, p. 95-98, 2012.

METAL POWDER INDUSTRY FEDERATION. Determination of the Apparent Hardness of Powder Metallurgy Products. **MPIF standard 43**, p. 69-72, 2012.

MIYOSHI, K. **Solid Lubrication - Fundamentals and Application**. 1. ed. Cleveland, Ohio: CRC Press, 2011.

FARUCK, A. A. M.; HSU, C-J.; DOERR, N.; WEIGAND, M.; GACHOT, C.. How lubricant formulations and properties influence the performance of rotorcraft transmissions under loss of lubrication conditions. **Tribology International**, [S.L.], v. 151, p. 106390, nov. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.triboint.2020.106390>.

MÔNEGO, Guilherme. **Desenvolvimento de aço sinterizado autolubrificante a seco a base de grafita e nitreto de boro hexagonal granulados**. 2017. 53 f. TCC (Graduação) - Curso de Ciência e Engenharia de Materiais, Centro Tecnológico, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2017.

MÔNEGO, Guilherme. **Estudo da influência do roleteamento na superfície de um compósito autolubrificante sinterizado**. 2021. 145 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Centro Tecnológico, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2021.

MOORE, A. C.; TABOR, D. Some mechanical and adhesive properties of indium. **British Journal of Applied Physics**, v. 3, p. 299-301, 1952. <http://dx.doi.org/10.1088/0508-3443/3/9/308>.

NORTON, R. L. **Projeto de máquinas: uma abordagem integrada**. 4ª. ed. Porto Alegre: [s.n.], 2013.

PARUCKER, Moisés Luiz. **Desenvolvimento de materiais compósitos de baixo coeficiente de atrito com partículas de lubrificante sólido dispersas em matriz metálica a base de níquel**. 2008. 164 f. Tese (Doutorado) - Curso de Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Centro Tecnológico, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2008.

PETERSON, M. B.; FLOREK, J. J.; LEE, R. E.. Sliding Characteristics of Metals at High Temperatures. **ASLE Transactions**, [S.L.], v. 3, n. 1, p. 101-109, jan. 1960. Informa UK Limited. <http://dx.doi.org/10.1080/05698196008972392>.

PODGORNIK, B.; KOSEC, T.; KOCIJAN, A.; DONIK, Č.. Tribological behaviour and lubrication performance of hexagonal boron nitride (h-BN) as a replacement for graphite in aluminium forming. **Tribology International**, [S.L.], v. 81, p. 267-275, jan. 2015. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.triboint.2014.09.011>.

PROFITO, F. J.. **Modelagem unidimensional do regime misto de lubrificação aplicada a superfícies texturizadas**. 2010. 193 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Mecânica, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2010.

REASON, R. E. **Surface Topography**. In: NEALE, M. J. *Tribology Handbook*. London: Butterworth-Heinemann, 1973. p. 640. ISBN ISBN: 9780750611985.

RECKNAGEL, C.; MARQUARDT, A.; LANGER, I.; MULLER, S. KIEBACK, B.. **Higher densities of PM-steels by warm secondary compaction and sizing**. Conference: Proceedings of the Euro International Powder Metallurgy Congress and Exhibition, Euro PM 2011, v. 3, 2011.

RIVERA, N. A.; NEVES, G. O.; GIACOMELLI, R. O.; SALVARO, D.; BINDER, C.; KLEIN, A. N.; MELLO, J. D. B. de. Dry tribological performance of nanostructured 2D turbostratic graphite particles derived from boron and chromium carbides. **Wear**, [S.L.], v. 477, p. 203842, jul. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2021.203842>.

RIVERA, N. I. A.. **Effect of the characteristics of pores and solid lubricant on the tribological behaviour of sintered steel impregnated with graphite**. 2020. 218 f. Tese (Doutorado) - Curso de Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Centro Tecnológico, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2020.

ROBERTSON, J. Diamond-like amorphous carbon. *Materials Science And Engineering: R*, [S.L.], v. 37, n. 4-6, p. 129-281, 24 maio 2002. Elsevier BV. [http://dx.doi.org/10.1016/s0927-796x\(02\)00005-0](http://dx.doi.org/10.1016/s0927-796x(02)00005-0).

SALCEDO, Milton Coba; CORAL, Irene Buj; OCHOA, Guillermo Valencia. Characterization of surface topography with Abbott Firestone curve. **Contemporary Engineering Sciences**, [S.L.], v. 11, n. 68, p. 3397-3407, 2018. Hikari, Ltd.. <http://dx.doi.org/10.12988/ces.2018.87319>.

SALVARO, D. B.. **Avaliação tribológica de DLC em regime de lubrificação mista**. 2015. 93 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Centro Tecnológico, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2015.

SHARMA, S. M.; ANAND, A. Solid Lubrication in Iron Based Materials – A Review. **Tribology in Industry**, Índia, v. 38, n. 3, p. 318-331, 2016.

SINGER, I. L. Solid Lubricating Films for Extreme Environments. **MRS Online Proceedings Library**, v. 140, p. 215-226, 1988. <http://dx.doi.org/10.1557/PROC-140-215>.

SLINEY, H.e.. Solid lubricant materials for high temperatures—a review. **Tribology International**, [S.L.], v. 15, n. 5, p. 303-315, out. 1982. Elsevier BV. [http://dx.doi.org/10.1016/0301-679x\(82\)90089-5](http://dx.doi.org/10.1016/0301-679x(82)90089-5).

STACHOWIAK, G. W.; BATCHELOR, A. W. **Engineering Tribology**. 3^a. ed. [S.L.]: Butterworth Heinemann, 2005.

TODD, I.; SIDAMBE, A.T.. Developments in metal injection moulding (MIM). In: CHANG, I.; ZHAO, Y. **Advances In Powder Metallurgy**, [S.L.], p. 109-146, 2013. Elsevier. <http://dx.doi.org/10.1533/9780857098900.1.109>.

WANG, F-X.; LACEY, P.; GATES, R. S.; HSU, S. M.. A Study of the Relative Surface Conformity Between Two Surfaces in Sliding Contact. **Journal Of Tribology**, [S.L.], v. 113, n. 4, p. 755-761, 1 out. 1991. ASME International. <http://dx.doi.org/10.1115/1.2920689>.

YAZAWA, S.; MINAMI, I.; PRAKASH, B. Reducing Friction and Wear of Tribological Systems through Hybrid Tribofilm Consisting of Coating and Lubricants. **Lubricants**, [S.L.], v. 2, n. 2, p. 90-112, 23 jun. 2014. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/lubricants2020090>.