



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CENTRO TECNOLÓGICO
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA
CURSO DE GRADUAÇÃO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

Fernando Yoshiaki Miyata

**Estudo do comportamento tribológico de compósito de matriz
ferrosa reforçado por NbC impregnado com lubrificante sólido.**

Florianópolis

2023

Fernando Yoshiaki Miyata

**Estudo do comportamento tribológico de compósito de matriz
ferrosa reforçado por NbC impregnado com lubrificante sólido.**

Trabalho de Conclusão de Curso submetido ao curso de Ciência e Engenharia de Materiais do Centro Tecnológico da Universidade Federal de Santa Catarina como requisito para a obtenção do título de Engenheiro de Materiais.

Orientadora: Dra. Isadora Scharamm Deschamps
Coorientador: Me. Maurício Vitor Kozerski Giaretton

Florianópolis

2023

Miyata, Fernando Yoshiaki

Estudo do comportamento tribológico de compósito de matriz ferrosa reforçado por NbC impregnado com lubrificante sólido / Fernando Yoshiaki Miyata ; orientadora, Isadora Scharamm Deschamps, coorientador, Maurício Vitor Kozerski Giaretton, 2023.

67 p.

Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico, Graduação em Engenharia de Materiais, Florianópolis, 2023.

Inclui referências.

1. Engenharia de Materiais. 2. Compósito de Matriz Ferrosa. 3. Carbetto de Nióbio. 4. Tribologia . 5. Metalurgia do pó. I. Deschamps, Isadora Scharamm . II. Giaretton, Maurício Vitor Kozerski . III. Universidade Federal de Santa Catarina. Graduação em Engenharia de Materiais. IV. Título.

Fernando Yoshiaki Miyata

**Estudo do comportamento tribológico de compósito de matriz
ferrosa reforçado por NbC impregnado com lubrificante sólido.**

Este Trabalho de Conclusão de Curso foi julgado adequado para obtenção do título de Engenheiro de Materiais e aprovado em sua forma final pelo Curso de Engenharia de Materiais.

Florianópolis, 20 de julho de 2023.

Insira neste espaço
a assinatura

Coordenação do Curso

Banca examinadora



Documento assinado digitalmente
ISADORA SCHRAMM DESCHAMPS
Data: 28/07/2023 14:42:09-0300
CPF: ***.427.699-**
Verifique as assinaturas em <https://v.ufsc.br>

Dra. Isadora Scharamm Deschamps
Orientadora



Documento assinado digitalmente
Mauricio Vitor Kozerski Giaretton
Data: 28/07/2023 15:23:52-0300
CPF: ***.479.800-**
Verifique as assinaturas em <https://v.ufsc.br>

Me. Mauricio Vitor Kozerski Giaretton
Coorientador



Documento assinado digitalmente
Nicolas Ignacio Araya Rivera
Data: 28/07/2023 15:04:46-0300
CPF: ***.990.589-**
Verifique as assinaturas em <https://v.ufsc.br>

Prof. Dr. Nicolás Ignacio Araya Rivera
Instituição Universidad de Concepcion



Documento assinado digitalmente
Eduardo Moraes Souza
Data: 28/07/2023 14:32:21-0300
CPF: ***.047.646-**
Verifique as assinaturas em <https://v.ufsc.br>
a assinatura

Me. Eduardo Moraes Souza

Instituição Universidade Federal de Santa Catarina
Florianópolis, 2023.

Dedico este trabalho a meu Ditian que foi meu primeiro mestre, à minha Batchan que me acolheu como filho e à minha mãe que me incentivou a embarcar nesta jornada.

AGRADECIMENTOS

À Universidade Federal de Santa Catarina e ao Curso de Engenharia de Materiais pelos conhecimentos proporcionados, os quais foram fundamentais em meu crescimento pessoal e profissional.

Ao Laboratório de Materiais (LABMAT), ao Prof. Dr. Aloísio Nelmo Klein pela oportunidade de realizar o Trabalho de Conclusão de Curso em um ambiente organizado e referência na área de Ciência e Engenharia dos Materiais.

À minha orientadora, Dra. Isadora Scharamm Deschamps, pela confiança, paciência, auxílio, disponibilidade, parceria e ensinamentos desenvolvidos desde o início como aluno de iniciação científica dentro do LABMAT até o final da conclusão deste trabalho.

Ao meu coorientador, Me. Maurício Vitor Kozerski Giaretton pela confiança, empolgação e parceria desenvolvida junto de todo o trabalho.

Ao meu veterano Daniel Ávila, por sempre prezar o melhor pelos calouros.

À Julia Comunello pelo convite a trabalhar junto no laboratório e pela amizade.

Ao Nicolás I. A. Rivera, por todos os conselhos e ajuda durante o desenvolvimento dos trabalhos.

Aos colegas de laboratório Enzo, Isadora Machado, Eduardo Souza, Fernando Zanetti, Guilherme Kobayashi, Guilherme Ferreira, Joeverton, Julia Pires, Tainã, Bruno Borges, Frederico (Fred), Antônio (Ita), Prof. Perito, Diego Salvaro, Deivison, Silvia Canever e Byron.

À turma de graduação de 2015.1 de Engenharia de Materiais, pela amizade e por se tornar a minha família em uma coleção de momentos e que tornaram as aulas e o dia a dia tão bons que desejei por muito tempo que não acabassem. Em especial Ana Fiates, André, Carol Kammers, Carol Mano, Chico, Eduardo, Erik, Flores, Gustavo, Hamada, Iara, Jack, Julia Conti, Julia Siedschlag, Maiara, Marcos, Peres e Volpato.

Aos colegas de graduação que me são muito queridos e que de alguma forma me incentivaram a seguir em frente. Em destaque Luiza, Ana Domingues, Gabi, Roberto (Paulista), Rafael Meurer, Pedro Simon, Maria Helena e Andréia.

Aos colegas do BAJA com os quais pude aprender, praticar e ensinar minhas habilidades. Em especial Arthur, Shinji, Luana, Donini, Clarindo, Douglas, Lucas,

Aspira, Rios, Bahia, Stéphanie, Ana Luiza, João Pedro, Rafael, Guilherme, Asaph, Bruno, Lurdinha, Fernanda, Maisa, Cadu e Bem-Hur.

Ao Professor Dr. Lauro Nicolazzi por todo ensinamento e toda disposição e incansável esforço para levar adiante os projetos de ensino e extensão, como o BAJA e muitos outros, dentro e fora da UFSC.

Aos amigos de Adamantina Daniel, Vinícius, Carlos e Caio por sempre me manter informado de todas as fofocas da cidade e sempre se fazerem presentes ainda que a centenas de quilômetros de distância. Em especial ao Alcio e Roberto que considero como irmãos.

À minha mãe que me incentivou a entrar em um curso de graduação e dispôs de grande esforço para que eu pudesse retomar os estudos.

À minha Batchan que me acolheu e criou como próprio filho.

Ao meu Ditian (in memoriam), que me proveu de tudo, inclusive, de uma figura paterna.

O que deve acontecer, acontecerá.

(SPIEGEL, Spike)

RESUMO

Há uma crescente necessidade de substituição do carbeto de tungstênio (WC) para aplicações tribológicas, por motivos ambientais e econômicos, e neste sentido vem sendo desenvolvido estudos dentro da área de metalurgia do pó sobre compósitos de matriz metálica (MMC) que combinam a elevada dureza de materiais cerâmicos, presentes como fase de reforço, e a tenacidade de materiais metálicos, provenientes da matriz. O presente trabalho propõe estudar o comportamento tribológico de compósitos de matriz ferrosa reforçado por carbeto de nióbio gerado *in situ* com e sem impregnação de grafite e comparar com referência próxima em condição de porosidade. Foram feitas amostras com 15% de porosidade comunicante impregnadas e não impregnadas as quais foram testadas em tribômetro e caracterizadas suas durezas (430 Hv₁₀), microdureza (650 HV_{0,05}) e estudada as suas tribocamada por meio do MEV. Não foi possível obter um resultado adequado para comparação de taxa de desgaste para a amostra não impregnada, no entanto a amostra impregnada apresentou desempenho parecido com a referência.

Palavras-chave: Compósito de matriz metálica; Formação *in situ*; Tribologia; Metalurgia do pó; Carbeto de nióbio.

ABSTRACT

There is a growing need for replacing tungsten carbide (WC) in tribological applications due to environmental and economic reasons. In this context, studies have been developed in the field of powder metallurgy on Metal Matrix Composites (MMC) that combine the high hardness of ceramic materials, present as a reinforcing phase, with the toughness of metallic materials from the matrix. The present work aims to study the tribological behavior of iron matrix composites reinforced with in situ-generated niobium carbide, with and without graphite impregnation, and compare them with a nearby porous reference condition. Samples with 15% interconnected porosity were prepared, both impregnated and non-impregnated, and subsequently tested in a tribometer. Their hardness (430 Hv10), microhardness (650 HV0.05), and tribolayer were characterized using scanning electron microscopy (SEM). It was not possible to obtain adequate results for the comparison of wear rate for the non-impregnated sample. However, the impregnated sample showed performance similar to the reference.

Keywords: Metal Matrix Composite; In-situ Formation; Tribology; Powder Metallurgy; Niobium Carbide.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Ciclo do reator	28
Figura 2 Resultado de análise DRX com destaque para os picos indexados de Fe ₂ Nb	31
Figura 3 Gráfico onde q3 diz respeito a distribuição de densidade populacional por diâmetro e Q3 a curva cumulativa em função do tamanho de partícula	32
Figura 4: Pó de Fe ₂ Nb, com aglomerados de partículas com formato irregular, visto em MEV aumento 10 _{kx}	33
Figura 5 : Gráfico de compactabilidade Fe ₂ Nb + C com e sem granulação .	34
Figura 6: Mapa EDS face da amostra voltada para o reator onde em (a) temos uma distribuição homogênea e em (b) temos a presença de algumas partículas de reforço circuladas em amarelo	38
Figura 7 Face da amostra que ficou exposta ao plasma durante a sinterização, onde não se vê as partículas de reforço	39
Figura 8 :Micrografia da face da amostra que não ficou exposta ao reator. .	40
Figura 9 Gráfico comparativo de durezas das amostras de Rivera (2020) em azul, FeNbC são as amostras do presente estudo em amarelo e “Esfera 52100” é referente ao contra corpo em vermelho	41
Figura 10: Indentação HV ₁₀ na face da amostra que ficou voltada para placa cerâmica.....	41
Figura 11: Face quebrada a frio da amostra impregnada com grafite retido nos poros da imagem de MEV com aumento 5 _{kx}	42
Figura 12 Coeficiente de atrito da amostra A6 referente à pista 4.....	43
Figura 13 Coeficiente de atrito da amostra A7 pistas 1	44
Figura 14 Coeficiente de atrito de amostra Astaloy CRL compactada a 600MPa sinterizada a 1100°C e impregnada com grafite 1,10µm	44
Figura 15 Contra corpo amostra impregnada A6 pista 4	45
Figura 16 : Contra corpo da amostra não impregnada A7 pista 1	45
Figura 17 Taxa de desgaste em 10 ⁻⁶ mm ³ /N*m das amostras.....	46
Figura 18: Pista da amostra não impregnada recoberta por camada de óxido	47
Figura 19: Análise com <i>software</i> Mountains Map® onde àrea dos picos é maior que àrea dos vales indicando a formação de uma camada na superfície.....	48

Figura 20: Análise com <i>software</i> Moutains Map® onde se verifica uma diferença de altura entre picos e vales de pelo menos 20 µm.	49
Figura 21 Pista de desgaste amostra impregnada com imagens de EDS indicado que há presença de óxidos na tribocamada	50
Figura 22 : MEV com BSE da pista da amostra não impregnada com pontos de análise “Spectrum 2” em cima da tribocamada, “Spectrum 3” na região intermediária e “Spectrum 4” na matriz fora da tribocamada.	51
Figura 23: BSE do ponto “ <i>Spectrum 2</i> ” da Figura 22 localizado sobre os debrís que compõem a tribocamada da pista de desgaste	52
Figura 24: Face da amostra que ficou em contato com plasma com precipitados.....	57
Figura 25: Mapa EDS de detecção de Ferro	58
Figura 26: Mapa EDS de detecção de Nióbio.....	59
Figura 27: Face da amostra que ficou em contato com plasma sem precipitados.....	60
Figura 28: Mapa EDS de detecção de Ferro sem precipitados	61
Figura 29: Mapa EDS de detecção de Nióbio sem precipitados.....	62
Figura 30 Amostra 4 pistas 4, 5 e 9 respectivamente.....	63
Figura 31 Contra corpo da amostra 4 pistas 4, 5 e 9 respectivamente.....	64
Figura 32 Amostra 5 pistas 3, 6 e 7 respectivamente.....	65
Figura 33 Contra corpo da amostra 5 pistas 3, 6 e 7 respectivamente.....	66
Figura 34 Amostra 6 pistas 5 e 6 respectivamente.....	67
Figura 35 Contra corpo da amostra 6 pistas 5 e 6 respectivamente	68
Figura 36 Amostra 2 pistas 1, 2 e 3 respectivamente.....	69
Figura 37 Contra corpo da amostra 2 pistas 1, 2 e 3 respectivamente.....	70
Figura 38 : Amostra 7 pistas 2 e 3 respectivamente.....	71
Figura 39 Contra corpo da amostra 7 pistas 2 e 3 respectivamente	72
Figura 40 Amostra 9 pistas 1, 2 e 3 respectivamente.....	73
Figura 41 : Contra corpo da amostra 9 pistas 1, 2 e 3 respectivamente.....	74

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 Composição percentual em massa na composição do Fe ₂ Nb	32
Tabela 2 Variação de massa das amostras.....	37

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

BSE – *Boson secondary electron*

COF – Coeficiente de atrito

DRX – Difração de Raio X

HV_{0,05} – *Hard Vickers*_{0,05}

KHz – Quilohertz

LABMAT – Laboratório de Materiais da Universidade federal de Santa Catarina

MEV – Microscópio Eletrônico de Varredura

MMC – *Metallic Matrix Composite*

MoS₂ – Dissulfeto de molibdênio

MPa – Mega Pascal

NbC – Carbetto de nióbio

°C – Unidade de medida de temperatura

PA – Para Análise

PADS – *Plasma Assisted Debinding and Sintering*

PTFE – Politetrafluoretileno

PVB – Polivinilbutiral

REACH – *Registration, Evaluation, Authorisation and Restriction of Chemical substances programme*

RPM – Rotações por minuto

SAE – *SOCIETY OF AUTOMOTIVE ENGINEERS*

sccm – Standard cubic centimeters per minute

ton – Time on

Torr – Unidade de medida de pressão

UFSC – Universidade Federal de Santa Catarina

V – Unidade de medida de tensão

WC – Carbetto de tungstênio

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	16
1.1	OBJETIVOS	16
2	REVISÃO DE LITERATURA	18
2.1	MMCS APLICADOS EM ATRITO E DESGASTE	18
2.1.1	Compósitos <i>In situ</i>	20
2.2	MATERIAIS AUTOLUBRIFICANTES.....	21
2.2.1	Ensaio de Carga Incremental:	24
2.2.2	Ensaio de Carga Constante:	25
2.3	METALURGIA DO PÓ	25
3	MATERIAIS E MÉTODOS	26
3.1	SELEÇÃO E MISTURA DE MATÉRIAS PRIMAS.....	26
3.2	GRANULAÇÃO	26
3.3	COMPACTAÇÃO	27
3.4	SINTERIZAÇÃO.....	27
3.5	IMPREGNAÇÃO	28
3.6	CARACTERIZAÇÃO	29
3.6.1	Densidade	29
3.6.2	Microscopia Óptica	29
3.6.3	Microscopia eletrônica de varredura	29
3.6.4	Difração de raios X	29
3.6.5	Medidas de dureza	30
3.6.6	Ensaio tribológicos	30
3.6.7	Interferometria	30
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	31
4.1	MATÉRIA PRIMA.....	31
4.2	ESTUDO DO PROCESSO	34
4.3	SINTERIZAÇÃO.....	35
4.4	IMPREGNAÇÃO	42
4.5	COMPORTAMENTO TRIBOLÓGICO.....	43
5	CONCLUSÃO	53
6	SUGESTÃO DE TRABALHOS FUTUROS	54
	REFERÊNCIAS	55

APÊNDICE A – FACE DA AMOSTRA VOLTADA PARA O REATOR.....	57
APÊNDICE B – CURVAS DE ENSAIO E CALOTAS DO CONTRA CORPO	
.....	63

1 INTRODUÇÃO

O estudo do comportamento tribológico, que envolve a interação entre superfícies em movimento, desempenha um papel crucial no desenvolvimento de materiais avançados para diversas aplicações, como aumento de vida útil através da redução de desgaste e aumento do desempenho em elevadas temperaturas de trabalho. Dentre os diversos materiais de reforço utilizados, o NbC destaca-se pela sua alta dureza e resistência ao desgaste. Woydt e Mohrbacher (2015) comentam sobre a falta de estudos tribológicos abordando NbC e em outro artigo, (WOYDT et al., 2016), alertam para as vantagens em relação a saúde e meio ambiente por conta do NbC e do subproduto gerado, óxido de nióbio (Nb_2O_5), não apresentarem os mesmos efeitos nocivos que os principais semelhantes em aplicação, como o carbetto de tungstênio (WC) (REGISTRATION,... 2023).

Avila (2020) pesquisou sobre compósito de matriz ferrosa reforçado por carbetto de nióbio formados *in situ* e seus resultados também indicam que há uma promissora linha de pesquisa com a utilização de carbetto de nióbio como reforço em compósitos de matriz metálica. Em seu trabalho, Avila (2020) obteve micro dureza $952HV_{0,05}$ e dureza de $466HV_{10}$ com porosidade de 16,5%. Em seu trabalho, o autor pontua que a redução de porosidade pode aumentar significativamente as propriedades obtidas, principalmente a macrodureza. No entanto, a porosidade ainda pode ser favorável na confecção de materiais autolubrificantes, através do processo de impregnação desenvolvido também no Laboratório de Materiais da UFSC (LabMat), no trabalho de Rivera (2020).

A adição de lubrificante sólido pelo método de impregnação de compósitos de matriz ferrosa reforçados por NbC pode fornecer uma lubrificação sólida eficiente, reduzindo o atrito e o desgaste entre as superfícies de contato. Isso, associado a alta dureza do compósito *in situ*, pode tornar esse material aplicável para buchas e elementos de máquinas com aplicações em temperaturas acima de $300^{\circ}C$ onde a maioria dos óleos e graxas não permanecem estáveis por tempo muito tempo (SLINEY, 1982).

1.1 OBJETIVOS

Através desse estudo, espera-se obter informações importantes sobre o desempenho dos compósitos de matriz ferrosa reforçados por NbC gerados *in situ* e impregnados com grafite, os quais atuam como lubrificante sólido. Os objetivos específicos são, portanto:

- a)** Reproduzir e estudar melhorias no processo dos compósitos desenvolvidos por Avila (2020);
- b)** Adaptar o processo de impregnação realizado por Rivera (2020) em amostras produzidas com base no estudo de Avila (2020);
- c)** Avaliar os resultados obtidos com e sem impregnação a partir de ensaios no tribômetro;
- d)** Comparar o desempenho tribológico do material aqui desenvolvido com resultados de trabalhos anteriores, usando um aço Astaloy CRL + 6% wt. % C (RIVERA, 2020).

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 MMCS APLICADOS EM ATRITO E DESGASTE

Os MMCs (do inglês, *metal matrix composites*) são utilizados em aplicações tribológicas por combinarem propriedades desejáveis de diferentes materiais, aproveitando as características positivas da matriz metálica e das fases de reforço cerâmicas. Os metais apresentam alta tenacidade e condutividade térmica, além de serem mais versáteis a nível de processamento. Os cerâmicos apresentam alta dureza e baixa condutividade térmica e elétrica.

Os compósitos de matriz metálica podem ser classificados em diferentes tipos, dependendo dos reforços utilizados. Alguns dos principais tipos incluem:

- a) Compósitos de matriz metálica reforçados com partículas: Nesse caso, partículas cerâmicas, como óxidos, carbetos ou nitretos, são incorporadas à matriz metálica para melhorar a resistência ao desgaste e aumentar a rigidez;
- b) Compósitos de matriz metálica reforçados com fibras: Nesse tipo de compósito, fibras cerâmicas, como fibras de carbono ou cerâmicas, são utilizadas como reforço para proporcionar alta resistência mecânica e rigidez;
- c) Compósitos de matriz metálica reforçados com partículas e fibras: Esses compósitos combinam as vantagens das partículas e das fibras para melhorar tanto a resistência mecânica quanto o desempenho tribológico.

O desempenho tribológico dos compósitos de matriz metálica depende de vários fatores, como o tipo e a quantidade dos reforços, a composição da matriz metálica, a microestrutura do compósito e as condições tribológicas específicas. Em geral, esses materiais podem apresentar um desempenho tribológico superior em comparação aos metais puros, oferecendo maior resistência ao desgaste, menor coeficiente de atrito (COF) e maior vida útil em condições de atrito e desgaste.

A equação de Archard postula que os materiais mais duros sofrem menos desgaste, tornando a dureza um fator importante para aumentar conforme a Equação

(1) ([ARCHARD](#), 1953), que estabelece que o volume de desgaste é inversamente proporcional à dureza do material.

$$Q = \frac{KWL}{H} \quad (1)$$

Onde Q é o volume total de debris produzido, K é uma constante adimensional relacionada ao modo de desgaste, W é a carga normal total, L é a distância de deslizamento e H é a dureza da superfície de contato mais mole.

Portanto, um aumento na dureza geralmente está associado a um aumento na resistência ao desgaste do compósito. Segundo Woydt et al. (2016) a micro dureza de compósitos de matriz metálica a base de carbeto de nióbio pode chegar a aproximadamente 1700 HV_{0.05}. É importante destacar, no entanto, que a natureza do desgaste é sistêmica ou seja pode sofrer alterações a depender da temperatura, atmosfera, humidade, inclusive durante o desgaste do material, interações em escala microscópica podem afetar localmente sua dureza, como as interações na tribocamada durante o desgaste por exemplo.

Os mecanismos de desgaste mais comuns são por abrasão e adesão.

a) Desgaste adesivo:

O mecanismo de adesão ocorre quando há a deformação plástica e transferência de material entre as superfícies do contato tribológico. Geralmente ocorre em função da disparidade da dureza dos pontos de contato entre as superfícies e pode ou não estar relacionada com a temperatura local deles.

A abrasão pode ocorrer de duas maneiras:

b) Desgaste abrasivo de dois corpos:

Ocorre devido à interação entre as imperfeições das superfícies. No caso de MMCs, isso costuma ocorrer quando as forças de contato e velocidades de deslizamento são baixas e o aquecimento por atrito não é suficiente para causar deformação plástica na matriz, permitindo que as partículas cerâmicas de reforço não de descolem.

c) Desgaste abrasivo de três corpos:

Em MMCs, quando ocorre o cisalhamento da matriz e a fratura/arrancamento dos reforços, que ficam soltos entre as superfícies do par tribológico, o processo abrasivo é denominado de três corpos. Assim, a desgaste é prejudicada devido a

interação desta partícula dura com as demais regiões de matriz que geralmente possui menor dureza que os reforços.

Ademais, o desempenho específico em desgaste varia de acordo com a aplicação e as condições de uso, sendo importante considerar as propriedades específicas do compósito e do par tribológico na aplicação e selecionar o material adequado para cada caso.

2.1.1 Compósitos *In situ*

A escolha do processo de fabricação tem um impacto significativo nas características mencionadas, como o tamanho das partículas de reforço e a resistência da interface. Além disso, a obtenção de características microestruturais favoráveis pode ser mais desafiadora e dispendiosa, dependendo do método de fabricação escolhido. Por exemplo, ao adicionar nanopartículas de reforço em métodos tradicionais, é comum ocorrer aglomeração e formação de porosidade. Portanto, é relevante considerar o método de produção das partículas presentes no compósito ao fabricar compósitos de matriz metálica (DESCHAMPS, 2023).

Nos processos de fabricação tradicionais de compósitos de matriz metálica (MMCs), costuma-se adicionar as partículas de reforço à matriz em forma de pó ou líquido. Neste processo, denominado “*ex situ*” o tamanho do reforço será tão pequeno quanto se encontra no estado em que foi adicionado, sendo que os menores valores são de escala de décimos de microns e raramente chegam a tamanhos menores que um micron (TJONG, 2000). Apesar deste modo de obtenção de MMCs ser utilizado com sucesso na fabricação de muitos compósitos, inclusive com nanopartículas, ainda existem limitações como:

- a) Baixa adesão do reforço à matriz pela presença de contaminantes como óxidos na superfície das partículas (SRIVATSAN; SUDARSHAN; LAVERNIA, 1995);
- b) Segregação das partículas por conta da diferença de densidade entre reforço e matriz (RAHIMIPOUR; SOBHANI, 2013);
- c) Aglomeração e distribuição heterogênea dos reforços (MARTINELLI et al., 2006; SLIPENYUK et al., 2006; VEERAVALLI; NALLU; MOHIUDDIN, 2016)

Para tentar solucionar estes problemas, existe uma estratégia de fabricação de MMCs que é chamada de método *in situ*, na qual as partículas de reforço são geradas durante reações que ocorrem durante o processamento (TJONG, 2000). Normalmente, essa técnica possibilita a obtenção de reforços mais finos e mais homoganeamente dispersos pela matriz, além de evitar problemas de interface entre a matriz e os reforços, que podem ocorrer pela baixa molhabilidade entre os componentes (CHAWLA; CHAWLA, 2013).

Algumas vantagens do método *in situ* são (AVILA, 2020):

- a) Estabilidade termodinâmica, garante que o reforço não se dissolva na matriz mesmo a altas temperaturas;
- b) Interface matriz-reforço livre de contaminação, garantindo uma interface mais resistente;
- c) Reforços mais finos e distribuídos homoganeamente, resultando em melhores propriedades mecânicas.

Há pesquisas desenvolvidas em torno do tema de materiais avançados de engenharia com formação *in situ* para aplicações de atrito e desgaste, as quais indicam que há um grande interesse na comunidade científica para o aprimoramento destes materiais. Artigos científicos como *Improvement of tribological properties of as-sprayed 8YSZ coatings by in-situ synthesis C/MoS₂ composite lubricant*. (DENG; ZHAO; AN; HAO; LI; ZHOU; CHEN, 2018) que explora a utilização de deposição de camadas cerâmicas de zircônia estabilizada por 8 wt. % yttria cuja porosidade permite impregnação à vácuo de lubrificantes sólidos, indicam que é recorrente a busca por melhora nas propriedades tribológicas dos materiais, no artigo é abordado os efeitos tribológicos positivos da formação *in situ* de C/MoS₂ somado à impregnação com politetrafluoretileno.

2.2 MATERIAIS AUTOLUBRIFICANTES

Os materiais autolubrificantes são aqueles que possuem propriedades de lubrificação incorporadas em seu volume ou superfície, o que significa que são capazes de reduzir o atrito e o desgaste entre as superfícies em contato, sem a necessidade de adicionar lubrificantes externos. Esses materiais podem ser produzidos de diferentes maneiras, dependendo da aplicação e das propriedades

desejadas. Alguns métodos comuns de produção de materiais autolubrificantes incluem:

- a)** Incorporação de lubrificantes sólidos: Adiciona-se partículas ou aditivos sólidos com propriedades de lubrificação, como grafite, dissulfeto de molibdênio (MoS_2) ou politetrafluoretileno (PTFE), à matriz do material. Esses lubrificantes sólidos são liberados durante o atrito, formando uma camada lubrificante entre as superfícies;
- b)** Revestimento com filmes lubrificantes: Uma camada de filme lubrificante é aplicada nas superfícies em contato, criando uma barreira de lubrificação. Os filmes lubrificantes podem ser compostos por materiais como PTFE, óxido de zinco ou óxido de estanho;
- c)** Auto-lubrificação por meio de reações químicas: Certos materiais têm a capacidade de gerar lubrificantes através de reações químicas internas. Por exemplo, materiais como o bronze sinterizado autolubrificante contém elementos que reagem com o oxigênio do ar para produzir uma camada lubrificante.

Em relação ao desempenho tribológico, os materiais autolubrificantes geralmente apresentam baixo coeficiente de atrito e redução do desgaste entre as superfícies em contato. Isso ocorre devido à formação de uma camada lubrificante que reduz o contato direto entre as superfícies e diminui a geração de calor. Além disso, esses materiais podem oferecer propriedades como autolimpeza, capacidade de absorver impactos e resistência à corrosão.

Os materiais autolubrificantes são amplamente utilizados em várias aplicações onde a redução do atrito e do desgaste é essencial. Alguns exemplos estão na indústria automotiva presente em componentes como rolamentos, buchas, engrenagens e válvulas que podem se beneficiar de materiais autolubrificantes para reduzir o desgaste e aumentar a eficiência dos sistemas (QUINTAS... 2022). Em ambientes de alta temperatura e vácuo, lubrificantes sólidos podem ser usados em componentes críticos, como rolamentos, para garantir um desempenho confiável e duradouro (O QUE... 2019). Na indústria de energia, turbinas, geradores e equipamentos de energia em geral podem se beneficiar da utilização de materiais autolubrificantes, que reduzem o atrito e o desgaste, melhorando a eficiência e a vida

útil dos equipamentos (OMRANI et al. 2015). Em resumo, esses materiais são necessários em uma ampla variedade de aplicações industriais, onde a redução do atrito, a durabilidade e a eficiência são essenciais.

No estudo de Rivera (2020), foi estabelecida a relação entre o desempenho tribológico e os parâmetros de processo de componentes autolubrificantes ferrosos impregnados com grafite.

Na primeira etapa Rivera (2020) obteve amostras com diferentes porosidades, mantendo a microdureza da matriz constante. Isso foi importante para as etapas seguintes, pois permitiu desconsiderar o efeito da microdureza da matriz nas análises posteriores. Para tanto, foram feitos corpos de prova porosos usando pós de liga comercial Astaloy CRL que contém Ferro 98,3%, Cromo 1,5%, 0,2 Molibdênio e adicionou à esta liga 6% wt de grafite.

Na segunda etapa ele desenvolveu um processo de impregnação que induziu com sucesso a lubricidade (capacidade de lubrificação) nas amostras de aço sinterizado, preenchendo os poros superficiais com grafite. Os corpos de prova foram impregnados com diferentes tamanhos de partícula D50 de 1,10; 6,07; 21,54 μm . O número de ciclos de impregnação foi relacionado ao tamanho de partícula do grafite.

O tamanho de partícula do grafite influenciou o desempenho tribológico das amostras impregnadas. Grafites com tamanhos 6,07 e 21,54 μm mantiveram a lubricidade por aproximadamente 120 metros nos testes, mas não conseguiram mantê-la durante os ensaios de carga constante. Os resultados apontaram que a combinação de porosidades homogeneamente distribuídas de 10~15% e a utilização de grafite 1,10 μm apresentou baixos coeficientes de atrito e melhor desempenho entre as amostras testadas.

A porosidade das amostras impregnadas afetou sua durabilidade e taxa de desgaste. Quanto maior a porosidade, maior a durabilidade, mas também maior a taxa de desgaste devido à perda de propriedades mecânicas.

Durante os ensaios de carga incremental, as marcas de desgaste mostraram redução da porosidade e aumento da microdureza do material dentro delas, mantendo a taxa de desgaste constante. Em seu trabalho Rivera (2020), apontou que as amostras impregnadas tiveram um comportamento de auto lubricidade até um carregamento de 42N.

Poros menores e estreitos retiveram melhor o grafite durante os ensaios tribológicos, liberando-o gradualmente, ao contrário dos poros maiores que liberaram rapidamente o grafite e não participaram do fenômeno de lubrificação. O estudo revelou também que a diminuição progressiva da porosidade, causada pela deformação da matriz durante os ensaios no tribômetro, podem ter ocasionado um aumento vertical no coeficiente de atrito (COF) das amostras por quase suspender o acesso de grafite na tribocamada.

O aumento da carga resultou em maior densidade de defeitos nos pontos do grafite e na aparição de carbono sp^3 , o que diminuiu sua capacidade lubrificante. O desempenho tribológico do grafite impregnado melhorou com seu nível de cristalinidade nos ensaios de durabilidade, mas outros fatores além da estrutura cristalina também influenciaram os resultados nos ensaios de desgaste. Foi utilizada uma metodologia de análise de imagem para avaliar a distribuição de carbono nos poros via MEV e EDS.

Em resumo, o estudo mostrou a influência da porosidade, tamanho de partícula do grafite e sua estrutura cristalina no desempenho tribológico do aço sinterizado impregnado, fornecendo informações valiosas para o entendimento e aprimoramento desse tipo de material.

O presente trabalho se baseou na metodologia de impregnação à vácuo e análise do desempenho tribológico, a qual será descrita com mais detalhes na etapa de materiais e métodos.

2.2.1 Ensaio de Carga Incremental:

O ensaio de carga incremental, também conhecido como ensaio de carga variável, é um método no qual através de uma esfera (neste caso 10mm de diâmetro de aço SAE 52100), se aplica uma carga de forma normal à superfície da amostra, aumentada gradualmente de 7 N em 7 N a cada 10 minutos. Durante o ensaio, são medidos parâmetros como o coeficiente de atrito, resistividade e temperatura em diferentes níveis de carga. Esses parâmetros são registrados para avaliar o comportamento do material e determinar sua resistência à carga e ao desgaste através da observação da variação da força de atrito.

O ensaio de carga incremental permite entender como o material resiste a esse aumento de carga, como ele se deforma, quais são seus limites de força de atrito do sistema e como ocorre o desgaste durante o processo. Isso é especialmente útil para avaliar a durabilidade e a vida útil de materiais e sistemas mecânicos. Neste trabalho, esse ensaio foi útil para entender os limites de carga para qual a amostra impregnada mantinha coeficiente de atrito médio abaixo do limite estabelecido.

2.2.2 Ensaio de Carga Constante:

O ensaio de carga constante, como o próprio nome sugere, é um ensaio em que uma carga fixa é aplicada sobre uma amostra durante um determinado período. Nesse tipo de ensaio, os parâmetros medidos também incluem o coeficiente de atrito, resistividade, temperatura etc.

A principal diferença em relação ao ensaio de carga incremental é que, no ensaio de carga constante, a carga é mantida constante ao longo de todo o ensaio, em vez de ser incrementada progressivamente. Isso permite avaliar o comportamento do material em condições estáveis de carga e determinar a taxa de desgaste sob uma carga fixa. Com este ensaio foi possível estudar o comportamento de ambas as amostras impregnadas e não impregnadas estimando seus respectivos limites dentro da margem de configuração do ensaio.

2.3 METALURGIA DO PÓ

A metalurgia do pó se baseia na produção de componentes através da sinterização das partículas. Esse fenômeno ocorre abaixo da temperatura de fusão, devido à tendência termodinâmica de redução da área de superfície. Resumidamente, o processo parte de matérias primas na forma de pós, seguido de uma etapa de compactação ou moldagem, que conforma o pó geralmente na forma geométrica final da peça, a qual por fim é sinterizada em um forno. Essa técnica é mais vantajosa em peças com tamanho pequeno de alguns poucos centímetros e geometria complexa, pois frequentemente oferece precisão dimensional suficiente para obtenção de produtos *near net shape*.

A metalurgia do pó possibilita produzir peças e ferramentas com propriedades únicas através do controle microestrutural do material durante as etapas de processamento. Conforme comentado anteriormente, o controle da microestrutura é fundamental para conseguir desenvolver novos materiais como os MMC.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

O compósito foi obtido através de um processo de sinterização reativa. Partiu-se de uma mistura de pós de $\text{Fe}_2\text{Nb} + \text{C}$ para obter $\text{Fe} + \text{NbC}$ formado *in situ* de acordo com o trabalho de Avila (2020). A seguir são descritas as etapas de seleção e mistura das matérias primas, as quais foram então granuladas, compactadas e sinterizadas.

Em seguida, o compósito, que apresenta porosidade em torno de 15%, foi impregnado em uma suspensão de grafite com o intuito de conferir propriedades autolubrificantes ao mesmo. O desempenho tribológico das amostras foi testado quanto ao seu coeficiente de atrito, carga máxima e durabilidade, comparando as amostras contendo grafite e as amostras não impregnadas. Também foi feita a caracterização da tribocamada desses materiais.

3.1 SELEÇÃO E MISTURA DE MATÉRIAS PRIMAS

As etapas de obtenção e moagem do pó de Fe_2Nb , usado como matéria prima deste trabalho, foram baseadas no trabalho de Avila (2020), produzido no LabMat. Para validar que o pó foi obtido é composto exclusivamente de fase Laves Fe_2Nb e possui granulometria conforme o esperado, utilizou-se difração de raios-x (DRX) Rigaku Miniflex 600 com radiação $\text{Cu K}\alpha$ e um analisador de tamanho de partículas Cilas modelo 1190 (40 nm - 2500 μm).

O pó de ferronióbio foi misturado à 6 wt % de grafite em um misturador Alphie® 3D mixer por 20 minutos para cada lado de mistura e uma velocidade de 50 RPM.

3.2 GRANULAÇÃO

A granulação consiste em uma técnica para melhorar a escoabilidade e densificação através da adição de um ligante, geralmente polimérico, durante ou após a etapa de mistura dos pós. Esta técnica se baseia em diminuir o atrito entre as

partículas e favorecer o escoamento e preenchimento da matriz durante a compactação.

Nesta etapa foi utilizado 1 wt. % de PVB (Polivinilbutiral) como ligante do processo, 150g de etanol absoluto para 50g de pó. O ligante, solvente e pós foram adicionados a um balão de fundo redondo que foi acoplado a um equipamento de destilação e de rotavapor (RV 10 *basic*, IKA, Alemanha). O balão foi aquecido por banho térmico em uma cuba com água destilada a uma temperatura de 110°C e rotacionado a 40 rpm até evaporar todo o álcool. Após o resfriamento, os grânulos foram separados em peneiras de 500 µm e 80 µm e o material acima da medida de 500 µm foi moído até passar pela peneira e o abaixo de 80 µm foi descartado.

3.3 COMPACTAÇÃO

Foi realizado um estudo de compactabilidade usando pressões de 200 a 700 MPa em uma prensa Bovenau® de 10 toneladas de duplo efeito e molde de 9,9 mm de diâmetro. Antes de serem prensados, foi adicionado 0,4 wt. % de lubrificante sólido Kenolube (Höganäs®) aos pós.

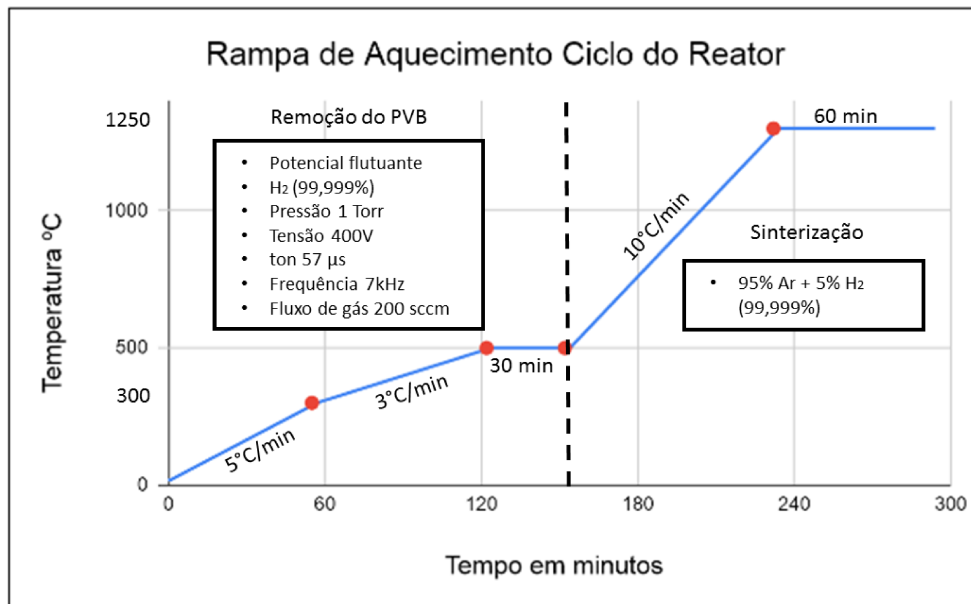
Para a etapa de compactação foi utilizada uma prensa hidrostática Gabrielli de 80 toneladas, com duplo efeito, e um conjunto de matriz e punções de 31 mm para a compactação do material granulado. A pressão de 700 MPa foi utilizada segundo um estudo de compactabilidade.

3.4 SINTERIZAÇÃO

Nesta etapa foi usado um reator do tipo PADS desenvolvido por Machado et. al. (2006). A amostra ficou em potencial flutuante e foi aplicada uma tensão de 400V, ton de 57 µs, frequência de 7KHz, fluxo de gás de 200 sccm. Foi usada pressão de 1 Torr e atmosfera de 99,99% hidrogênio durante um aquecimento de 5°C/min da temperatura ambiente até atingir um patamar de 300°C. O ciclo térmico segue o esquema da Figura 1.

Utilizou-se mobília de molibdênio e placas de alumina para posicionar as amostras na região central do reator. As amostras ficaram com uma das faces voltadas para a placa de alumina.

Figura 1: Ciclo do reator



Fonte: Do autor, 2023

3.5 IMPREGNAÇÃO

A impregnação foi feita usando uma dessecadora ligada a uma bomba de vácuo. Utilizou-se grafite micrograph 99501 UJ (tamanho de partícula médio de 1 μ m) e acetona PA na proporção inicial de 100 mg de grafite para cada 1ml de acetona. O corpo de prova foi colocado na solução de grafite e posicionado dentro da dessecadora, coberto com um pano. Em seguida, é feito vácuo aos poucos até atingir a pressão mínima do sistema para que o gás presente nos poros saia e o solvente com a grafite se aloje nos poros. Após o vácuo, retorna-se o sistema para a pressão ambiente através da abertura de uma válvula, isso faz com que mais grafite seja empurrado para dentro dos poros. O procedimento é executado oito vezes, contando apenas as vezes que não transbordaram, para garantir que a peça fique bem impregnada.

Como uma forma de avaliar a impregnação, foi feita uma clivagem a frio de uma das amostras usando nitrogênio. A face quebrada foi analisada no microscópio eletrônico de varredura para averiguar a presença de grafite nos poros mais internos da amostra.

3.6 CARACTERIZAÇÃO

As amostras foram analisadas em relação a suas características mecânicas, microestruturais e tribológicas. A seguir, são descritos cada um desses métodos como e como foram utilizados.

3.6.1 Densidade

A medição da porosidade foi feita a partir da densidade geométrica dos corpos de prova, utilizando um micrômetro Mitutoyo IP65 de abertura de 25 mm e resolução de 0,001 mm. Além disso, foi realizado a medição da massa com uma balança de precisão Mettler toledo XS205 DualRange com resolução de 0,0001 g.

3.6.2 Microscopia Óptica

As medidas das calotas de desgaste do contra corpo foram medidas utilizando um microscópio óptico modelo Leica DM4000 M LED.

3.6.3 Microscopia eletrônica de varredura

A análise microestrutural das amostras foi feita em um microscópio eletrônico de varredura (MEV) TESCAN VEGA3 LMU. visando avaliar qualitativamente o tamanho e dispersão de carbetos e formação de fase líquida.

3.6.4 Difração de raios X

Foi usado um difratômetro de raios-x Rigaku Miniflex 600 com radiação Cu K α . O difratograma foi adquirido com 2θ entre 20 e 90°, velocidade de varredura de 10°/min e passo de 0,05°. Foi confeccionado um porta-amostras adaptado que comporta amostras sólidas de altura abaixo de 0,5mm, por conta de o equipamento ser projetado para análise de materiais na forma de pó.

3.6.5 Medidas de dureza

Foi utilizado o equipamento Emcotest modelo M4C/R G3 para fazer as medidas de dureza Vickers HV₁₀. Para as medidas de microdureza utilizou-se o equipamento LM 100AT da marca LECO HV_{0,05}. Foram coletadas 5 medidas para a dureza e 10 para a microdureza.

3.6.6 Ensaio tribológicos

Foi utilizado um tribômetro CETR UMT-2 para realização dos ensaios tribológicos. Utilizou-se célula de carga 10 KN e pista de comprimento de 10mm com contra corpo de esfera de aço SAE 52100 e 10mm de diâmetro, frequência de ensaio de 2 Hz. Para o ensaio de carga incremental foram usados degraus de 7 N até o coeficiente de atrito ultrapassar 0,2. Para obtenção de resultados com rigor estatístico, foram feitas 3 medições/pistas com carga constante por amostra/corpo. Foram usadas 3 amostras por condição, isto é, 3 impregnadas e 3 não impregnadas.

3.6.7 Interferometria

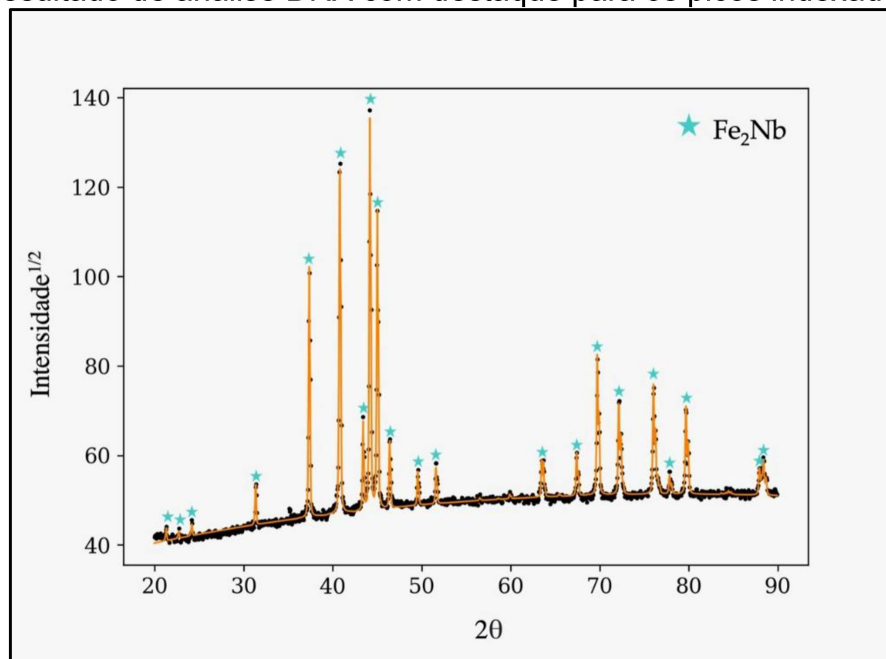
Utilizou-se o equipamento de luz branca da marca Zygo modelo Newview 7300 para análise da topografia das amostras e das pistas de desgaste. Para tanto, foram avaliados dados da superfície da amostra como rugosidade média (Ra, Rz e R_{máx}) e geometria geral. Os resultados da interferometria foram analisados usando o *software* Mountains Map Universal v7.0, da empresa Digital Surf.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 MATÉRIA PRIMA

O Fe_2Nb utilizado como matéria prima não se encontra disponível para compra direta no mercado brasileiro, portanto realizou-se os mesmos processos de produção que Avila (2020) para obtenção desse intermetálico na forma de pó. Para confirmar a formação da fase desejada, foi utilizada a técnica de difração de raio-X e o resultado se encontra na Figura 2. Pela análise dos picos do difratograma do material, foi confirmada a obtenção da fase Fe_2Nb Laves (*Inorganic Crystal Structure Database*, carta número 197487) e que não há presença significativa de outras fases. O resultado da análise de composição se encontra na Tabela 1.

Figura 2 Resultado de análise DRX com destaque para os picos indexados de Fe_2Nb



Fonte: Do autor, 2022

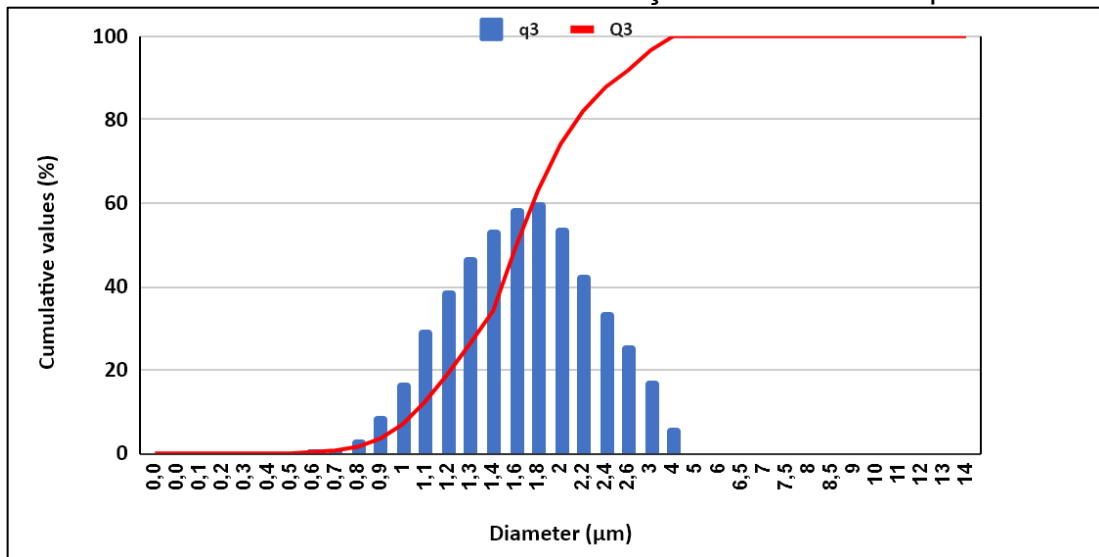
Tabela 1 Composição percentual em massa na composição do Fe₂Nb

Elemento	% em massa
Fe	50,321
Nb	41,858
N	6,308
Mn	0,297
Si	0,963
Al	0,210
Ti	0,043

Fonte: Do autor: 2023

O tamanho de partícula do pó obtido foi determinado através de difração a laser e está apresentado na Figura 3.

Figura 3 Gráfico onde q3 diz respeito a distribuição de densidade populacional por diâmetro e Q3 a curva cumulativa em função do tamanho de partícula

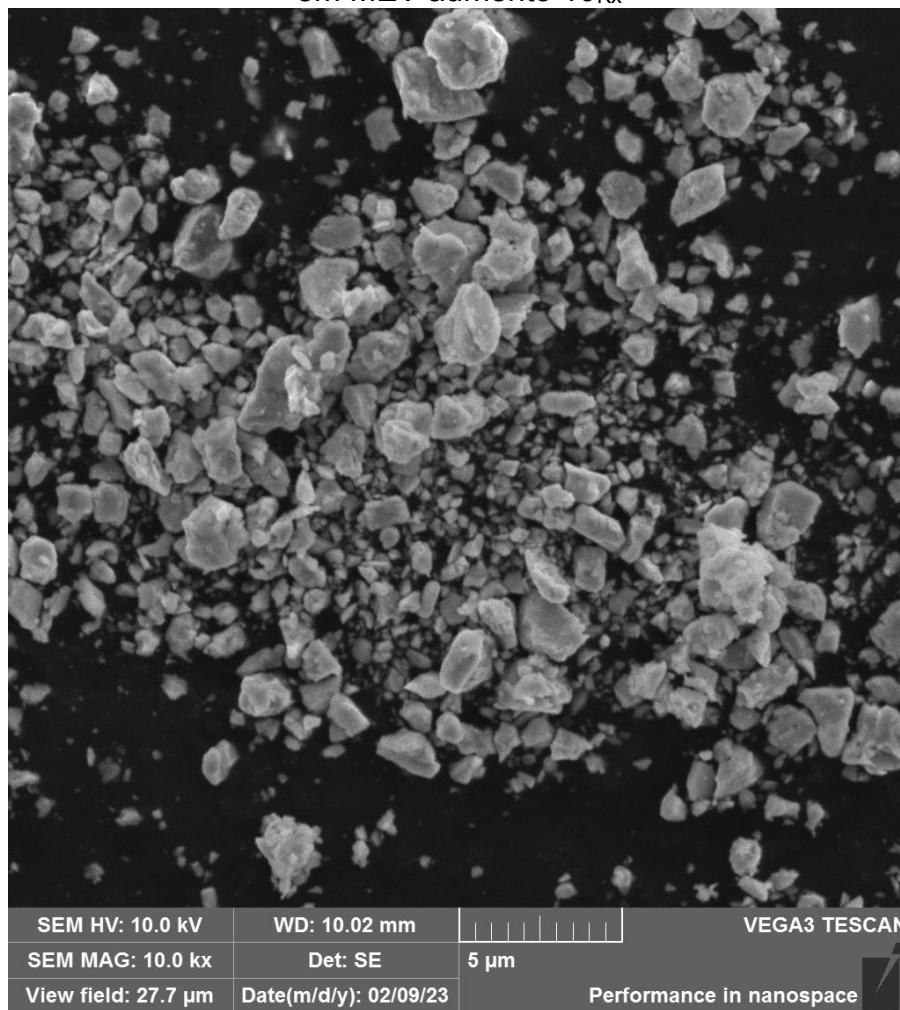


Fonte: Do autor: 2023

Nota-se no gráfico que a distribuição é unimodal e que 95% das partículas de pó estão entre 1,05 µm e 2,51 µm. O tamanho do pó resultante contribui para que a velocidade da reação in situ seja maior e, portanto, diminui o tempo de reação com a grafita. É notável pela Figura 4 de MEV que as partículas têm formato irregular,

característico de pós obtidos por moagem. Tal morfologia e tamanho, no entanto, não contribuem para um bom empacotamento das partículas durante o processo de compactação e pode gerar peças a verde com baixa densidade. Segundo James (2018), este pó é classificado como fino e de difícil escoabilidade, o que faz com que, para obtenção de peças, ele geralmente seja conformado por moldagem de pós por injeção.

Figura 4: Pó de Fe₂Nb, com aglomerados de partículas com formato irregular, visto em MEV aumento 10_{Kx}



Fonte: Do autor, 2023

No entanto, o trabalho de Rivera (2020) e, o autor concluiu que a porosidade impregnada de melhor performance para atrito e desgaste de peças sinterizadas é de 15~17 % e, portanto, nesse trabalho algum nível de porosidade é desejável. Mesmo assim, foi necessário utilizar a técnica de granulação para homogeneizar o processo

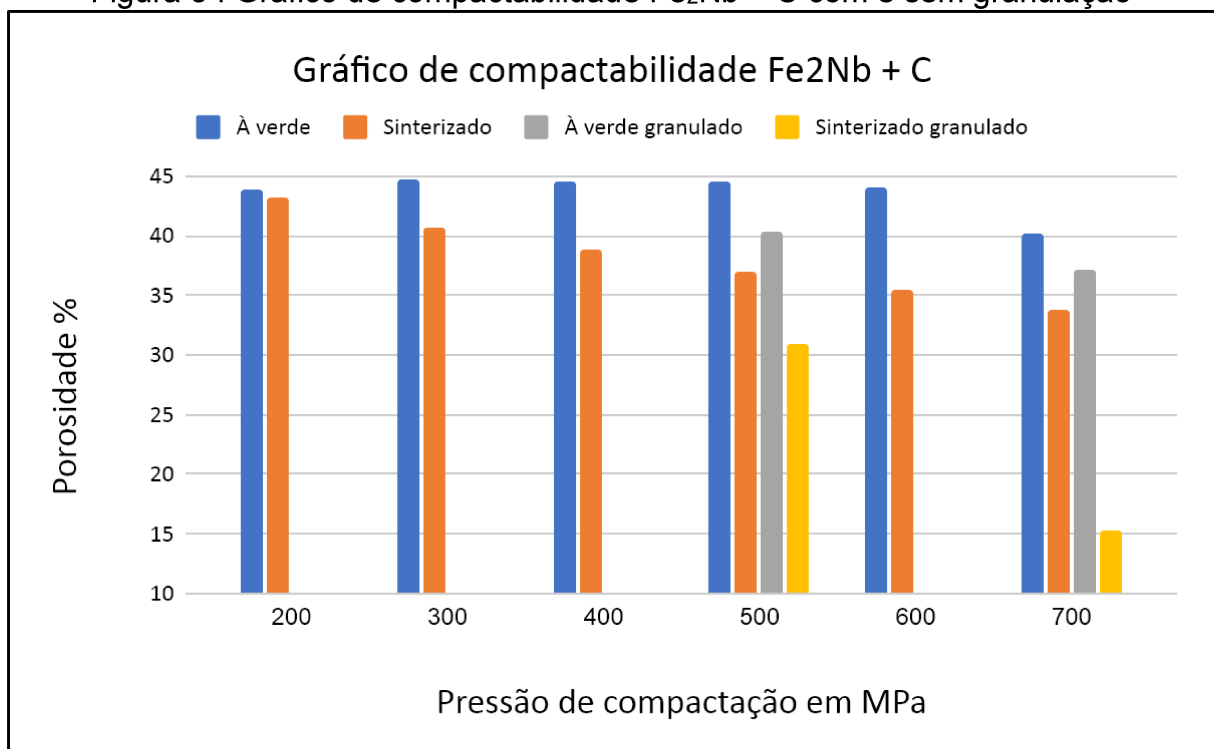
de densificação de amostras, o que colaborou para que a porosidade se mantivesse uniformemente distribuída na peça e para melhorar a compactabilidade e assim conseguir o nível de porosidade descrita no trabalho de Rivera (2020).

Foi adicionado 6% wt. % de grafite na etapa de granulação. Essa proporção foi escolhida para conseguir os reforços de NbC e ainda fornecer carbono para formar uma matriz perlítica de acordo com o trabalho de Avila (2020).

4.2 ESTUDO DO PROCESSO

A força de compactação e a granulação tem grande impacto no controle da porosidade da peça sinterizada. Primeiramente, foi avaliada a influência da pressão de compactação na densidade final das amostras em comparação com a densidade da amostra “a verde”. O efeito da pressão de compactação no pó sem e com granulação pode ser observado na Figura 5.

Figura 5 : Gráfico de compactabilidade Fe₂Nb + C com e sem granulação



Fonte: Do autor, 2023.

Pode-se observar que ligas contendo um percentual elevado de Nb tem sinterabilidade difícil (WOYDT; MOHRBACHER, 2014). Uma explicação se deve a

densidade do Fe_2Nb ser maior que a densidade do compósito que se formou de FeNbC e devido à formação da fase cerâmica de reforços tenha desencadeado tal resultado. Observa-se que para pressão de 200 MPa não houve uma diferença muito grande e isso, possivelmente, se deve à baixa formação do compósito por conta das distâncias iniciais entre as partículas. Devido às limitações de quantidade de material base opou-se por focar nos melhores resultados tendo como referência o que foi elaborado por Deschamps (2023). A densificação expressiva das amostras granuladas e compactadas à 700 MPa em relação às demais apresentadas pode ser devido à resultado de um ou mais mecanismos de densificação como a capilaridade e a formação de fase líquida transiente como abordado por Avila (2020), além do processo de granulação em si.

A pressão de compactação foi escolhida com a intenção de obter um material com porosidade final entre ~15-17%. Essa porosidade coincide com a pressão de 700 MPa usando pó granulado, contudo não foi averiguado por qual motivo se deu tal porosidade.

Durante essa etapa houve uma melhoria incremental em relação ao trabalho realizado por Avila (2020), que consiste no material usado no processo de granulação. Além de usar um processo automatizado, nesse processo foi possível utilizar um outro tipo de polímero e assim substituir o solvente (anteriormente hexano) para um menos agressivo ao meio ambiente, o etanol.

4.3 SINTERIZAÇÃO

As amostras foram sinterizadas no reator a plasma a 1250°C , novamente de acordo com o processo desenvolvido por Avila (2020). Pode-se observar mais detalhes do ciclo na seção de materiais e métodos, Figura 1.

Após a sinterização as amostras apresentam porosidade média e desvio padrão de 15,30% e 0,9187 respectivamente. Amostras com teor de poros superior a 8% costumam ter porosidade comunicante e isso é imprescindível para realização da impregnação das amostras, conforme será discutido mais adiante. Ademais, não houve ganho de massa nas amostras indicando que elas não oxidaram durante o processo de sinterização, conforme observa-se na Tabela 2. A perda de massa pode ser explicada pela extração do ligante PVB durante a sinterização.

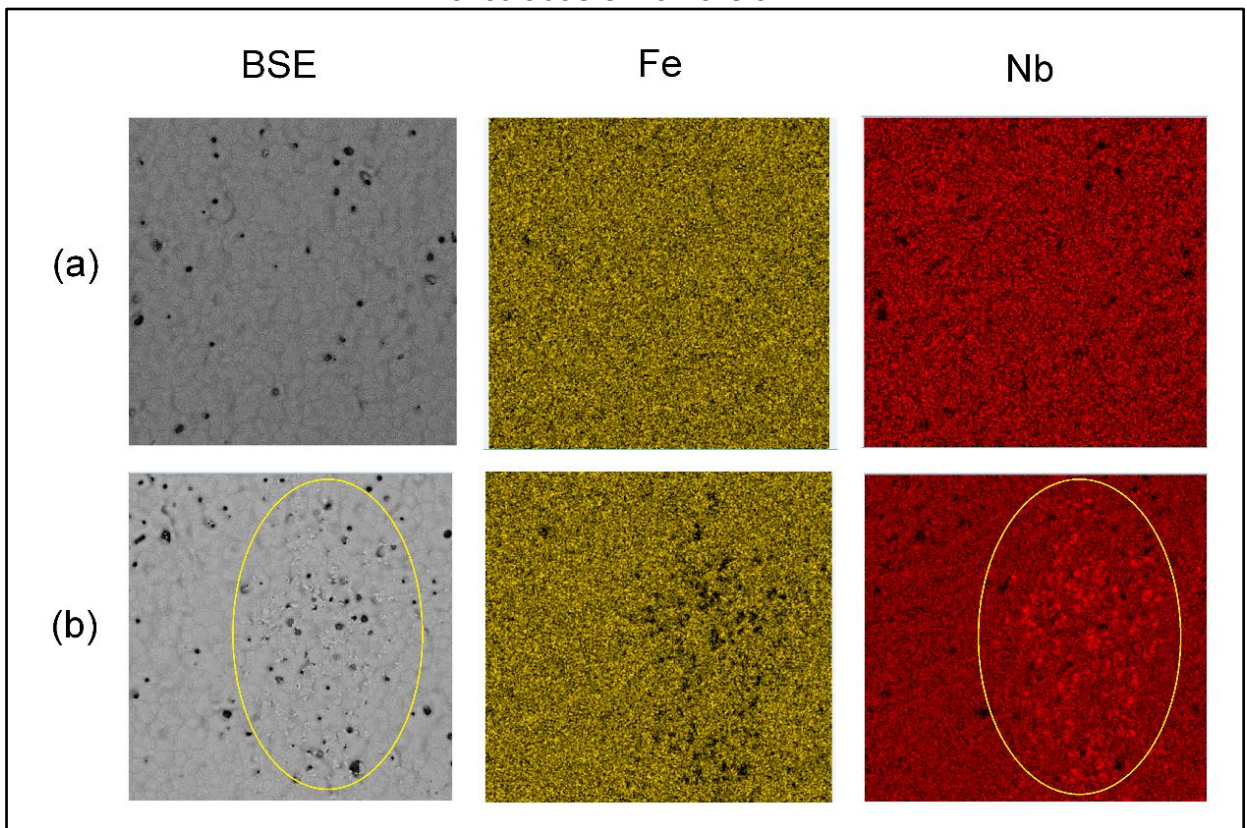
Durante a análise da superfície das amostras no microscópio eletrônico de varredura notou-se que a superfície que ficou voltada para cima no reator apresenta uma microestrutura diferente da que ficou voltada para a placa cerâmica na qual as amostras estavam apoiadas. Na Figura 7 de MEV pode-se observar uma região da superfície sem a presença de partículas de reforço visíveis, que corresponde superfície que ficou em contato com plasma. Através do mapa EDS dessa superfície (Figura 6) foi possível verificar a presença homogênea de ferro e nióbio em (a) e em (b), que sugere que essa superfície seja composta de Fe_2Nb não reagido. Essa hipótese é reforçada pela análise de uma das regiões que apresenta partículas de NbC. Nos pontos onde há partículas, é detectado apenas sinal de EDS do Nb, e não do ferro, mostrando que o equipamento tem resolução para detectar as partículas submicrométricas de reforço. A presença de Fe_2Nb não reagido pode ter ocorrido pelo contato da superfície da amostra com o plasma de hidrogênio na etapa de extração, que pode ter reagido com carbono de forma prematura e que empobreceu a superfície de modo que não houvesse carbono suficiente para reação in situ de formação completa de $\text{Fe} + \text{NbC}$. Essa hipótese é reforçada pelo fato de que as amostras cujas faces não tiveram contato com o plasma, isto é, que estavam voltadas para o suporte de alumina, (Figura 8) apresentam microestrutura composta por Fe e NbC. Por esse motivo, optou-se por utilizar apenas as faces que ficaram voltadas para baixo no reator, pois elas são compostas pelo material de interesse, Os poros estão na faixa de 2 a 3 microns de tamanho e os carbeto possuem forma arredondada e estão interconectadas (Figura 8). Pela observação da superfície, aparenta haver pouco volume de matriz ferrosa, diferente do que é encontrado em amostras feitas com preparação metalográfica, como no trabalho de Avila (2020). Acredita-se que durante a formação de fase líquida transiente na etapa de sinterização, a matriz líquida tenha sido puxado por capilaridade para dentro da amostra, por entre a através da estrutura formada pelo carbeto de nióbio. Assim os carbeto de nióbio ficaram mais protuberantes na superfície.

Tabela 2 Variação de massa das amostras

Amostras	A verde (g)	Sinterizada (g)	Variação de massa (g)	Variação % de massa
A1	10,0249	9,6297	-0,3952	3,96
A2	14,5201	13,9834	-0,5367	7,79
A3	14,6182	14,1786	-0,4396	6,42
A4	15,0093	14,5627	-0,4466	6,7
A5	15,0165	14,5548	-0,4617	6,93
A6	15,0027	14,5322	-0,4705	7,05
A7	15,067	14,5039	-0,5631	8,48
A8	15,1495	14,5865	-0,563	8,52
A9	15,0335	14,518	-0,5155	7,74
Desvio padrão	1,6479	1,6127	0,0592	1,3833
Média	14,3824	13,8944	-0,4880	7,06

Fonte: Do autor, 2023

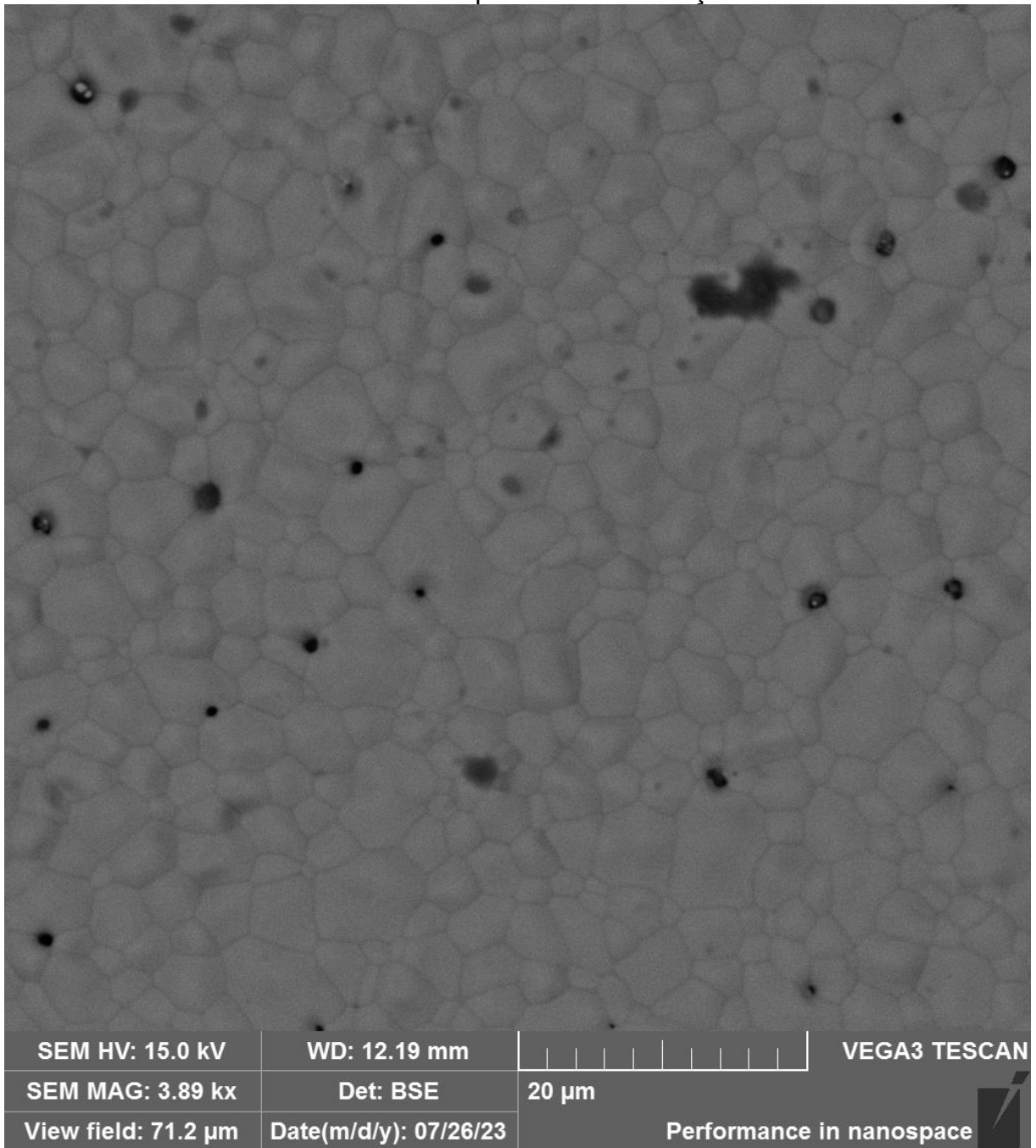
Figura 6: Mapa EDS face da amostra voltada para o reator onde em (a) temos uma distribuição homogênea e em (b) temos a presença de algumas partículas de reforço circulasdas em amarelo



Fonte: Do autor, 2023

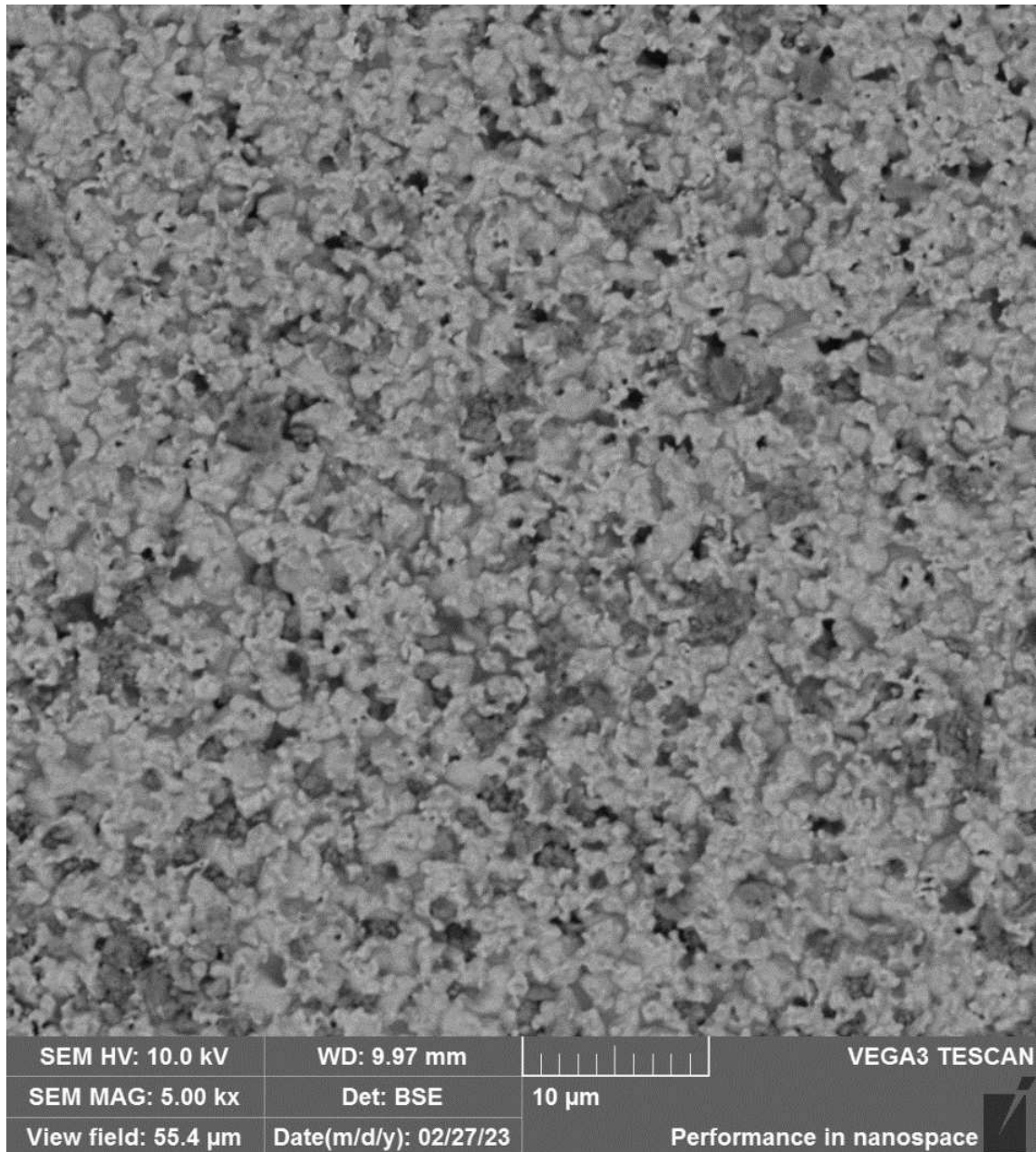
As imagens presentes na Figura 6 serão dispostas em maior resolução no apêndice A.

Figura 7 Face da amostra que ficou exposta ao plasma durante a sinterização, onde não se vê as partículas de reforço



Fonte: Do autor, 2022

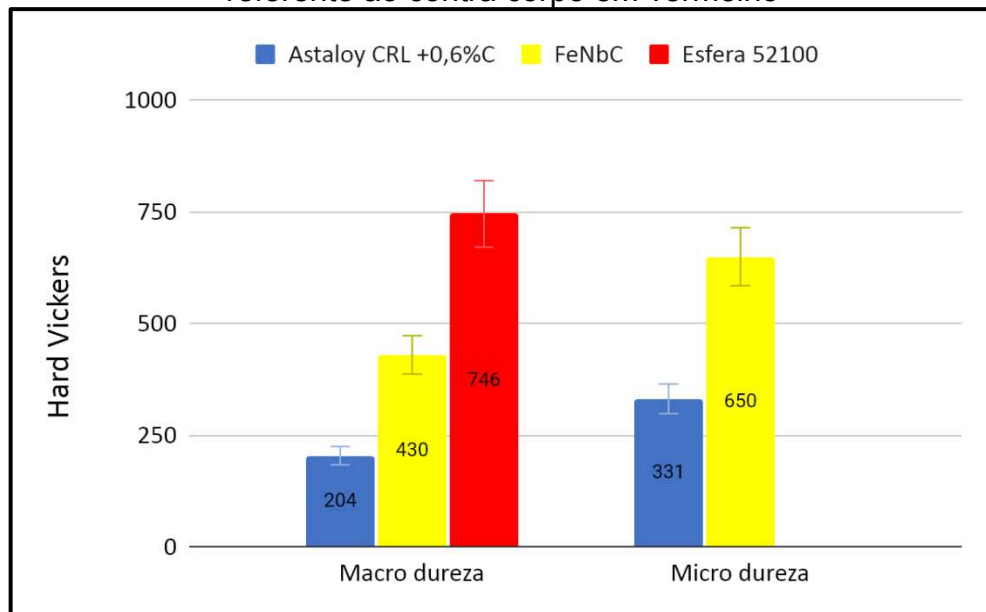
Figura 8 :Micrografia da face da amostra que não ficou exposta ao reator.



Fonte: Do autor, 2023.

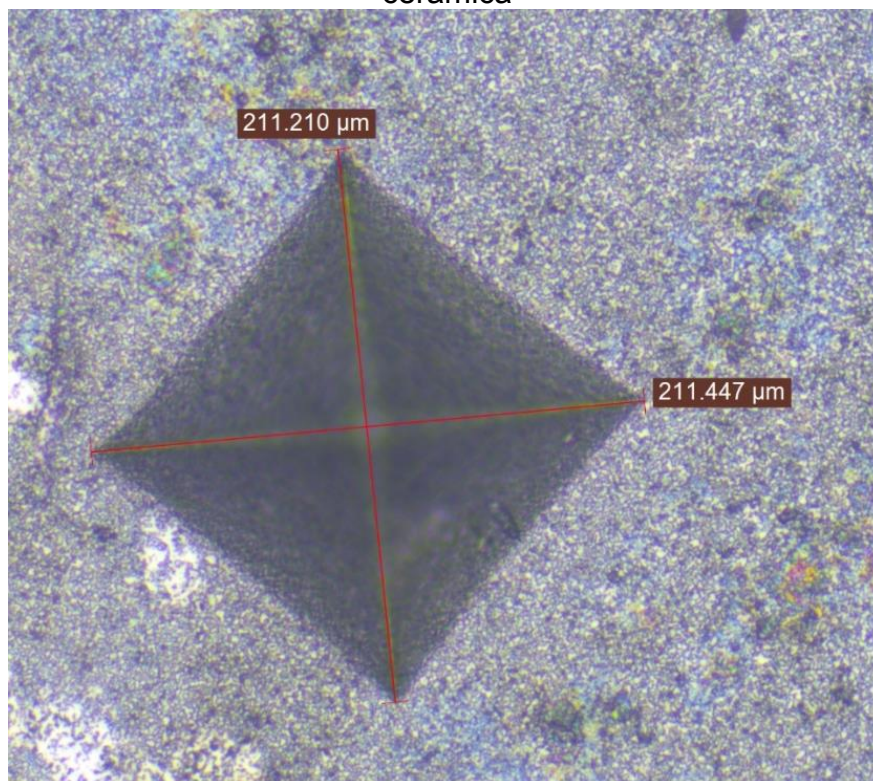
Na Figura 9 estão apresentados os valores de macrodureza e micro-dureza medidos para os materiais desenvolvidos nesse trabalho, bem como das amostras do material estudado por Rivera (2020), compactado em 600 MPa e com porosidade de 10 a 15%. Pode-se observar que a amostra desenvolvida pelo autor tem aproximadamente o dobro do valor de dureza em relação ao material de referência. Não foi avaliada a dureza da face que ficou em contato com plasma.

Figura 9 Gráfico comparativo de durezas das amostras de Rivera (2020) em azul, FeNbC são as amostras do presente estudo em amarelo e “Esfera 52100” é referente ao contra corpo em vermelho



Fonte: Do autor, 2023

Figura 10: Indentação HV₁₀ na face da amostra que ficou voltada para placa cerâmica

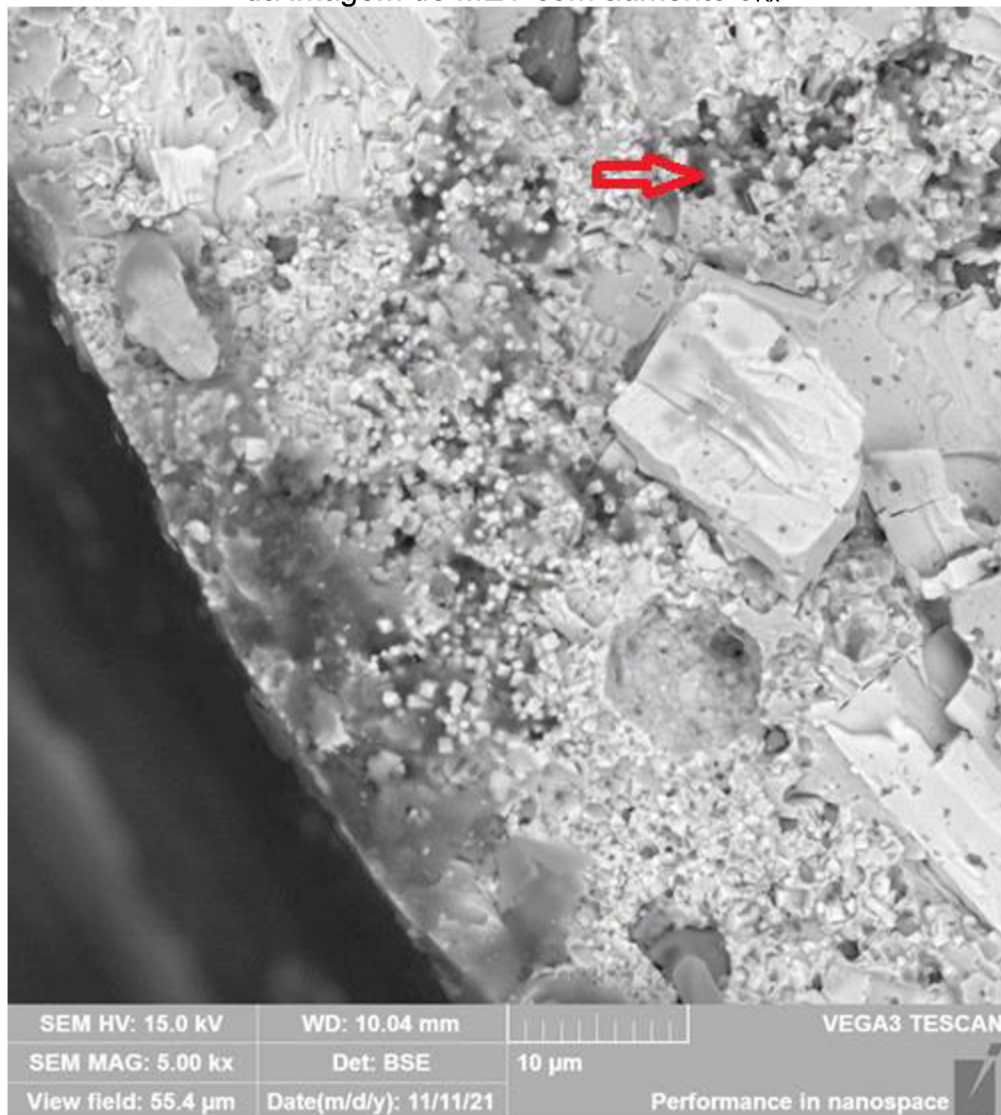


Fonte: Do autor, 2022

4.4 IMPREGNAÇÃO

De acordo com o esperado pelos valores de densidade, as amostras possuem porosidade comunicante, que permitiu a realização da impregnação com grafite ao longo de seu volume conforme observado através da Figura 11, que apresenta uma micrografia da seção transversal de uma amostra impregnada com grafite e quebrada a frio após imersão em nitrogênio líquido. Na imagem é possível verificar a presença de grafite em regiões mais internas da amostra, o que valida a presença de poros comunicantes e indica boa deposição de material lubrificante no volume da amostra.

Figura 11: Face quebrada a frio da amostra impregnada com grafite retido nos poros da imagem de MEV com aumento 5_{kx}



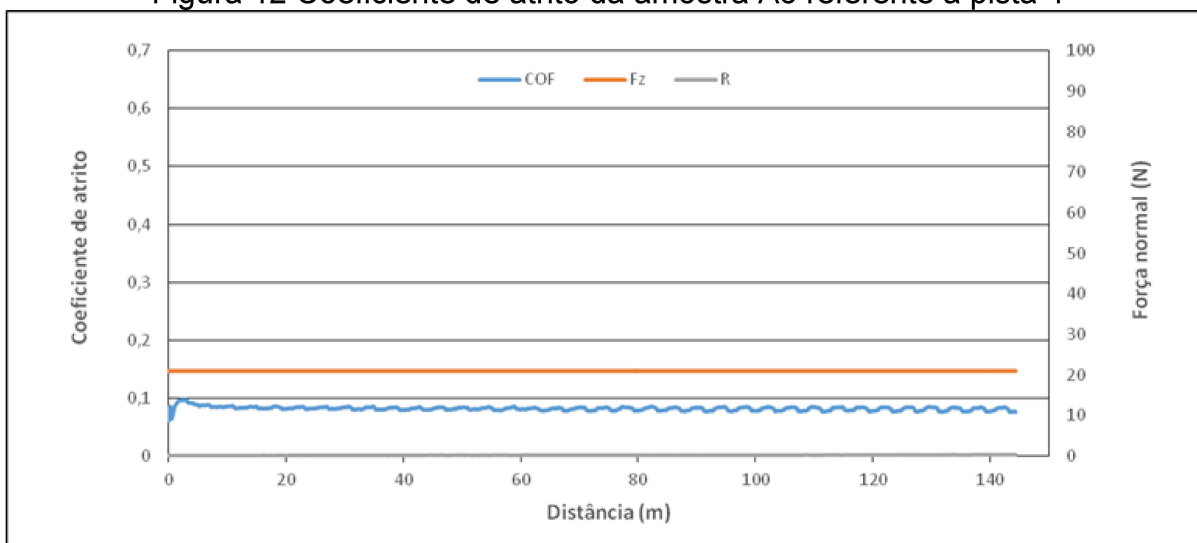
Fonte: Do autor, 2021

4.5 COMPORTAMENTO TRIBOLÓGICO

Foram realizados ensaios no tribômetro para melhor entender o comportamento do COF em relação às cargas aplicadas para determinar qual delas aplicar, portanto fez-se o ensaio de carga incremental. Utilizou-se como limite máximo a maior carga que o sistema atingiu ao ultrapassar o valor médio de COF de 0,2. Este valor foi estabelecido segundo Rivera (2020), pois amostras impregnadas devem exibir algum nível de lubricidade. Após estabelecer o limite escolheu-se a carga com valor abaixo do limite e com um comportamento de COF estável para o ensaio de desgaste fazendo uma comparação entre amostras impregnadas e não impregnadas.

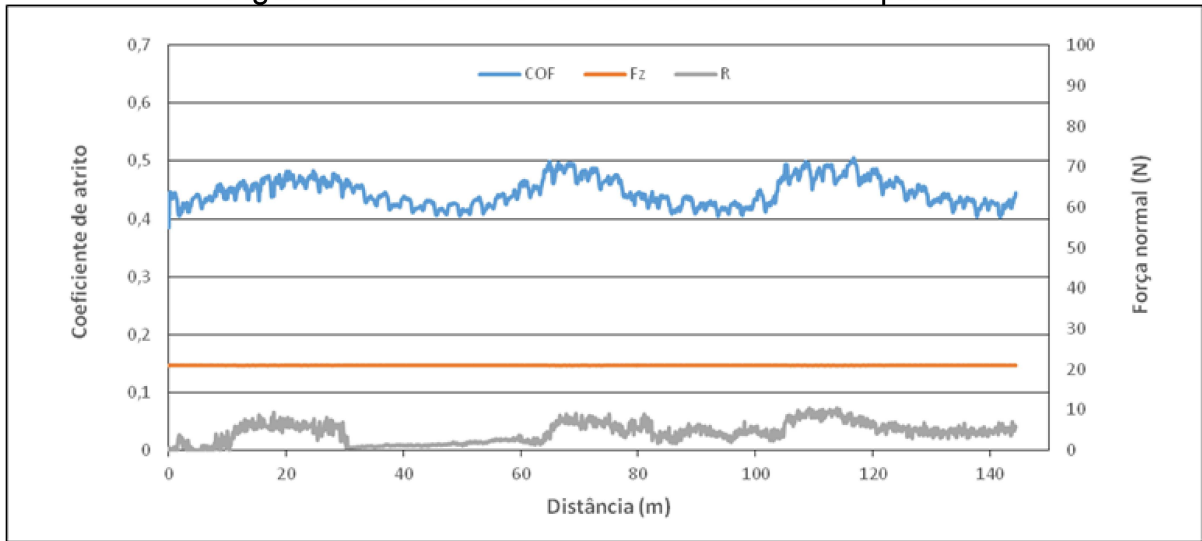
As amostras impregnadas apresentaram um baixo COF, com valores entre 0,08 e 0,1 em carga constante de 21N. O COF das amostras não impregnadas tem um comportamento muito mais variado e elevado, com valores que ficam em torno de 0,45 e 0,55 em média (cerca de 5 à 7 vezes superior a amostra impregnada). Já as amostras ensaiadas por Rivera (2020) que foram compactadas à 600 MPa e têm um COF de forma geral abaixo de 0,075, supõe-se que este resultado é devido ao bom desempenho do lubrificante sólido e da capacidade dos poros da matriz prover a presença do lubrificante na tribocamada durante o período do ensaio. Na Figura 14 é possível verificar o comportamento apresentado nos ensaios de Rivera (2020).

Figura 12 Coeficiente de atrito da amostra A6 referente à pista 4



Fonte: Do autor, 2022

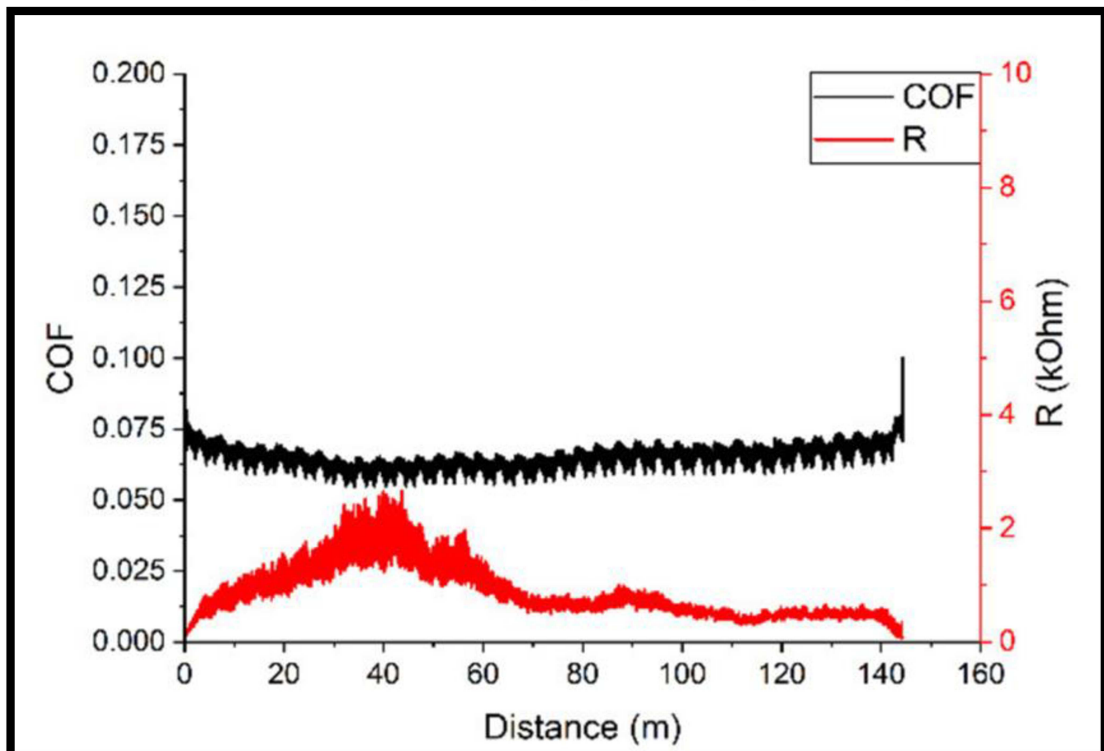
Figura 13 Coeficiente de atrito da amostra A7 pistas 1



Fonte: Do autor, 2023

A resistividade baixa obtida para o ensaio das amostras impregnadas, conforme apresentada na Figura 12, indica que houve pouca formação de óxidos (não condutores) na tribocamada. Pode-se observar que estes acabaram por se alojar na porosidade da amostra, como pode-se observar na imagem de MEV na Figura 21.

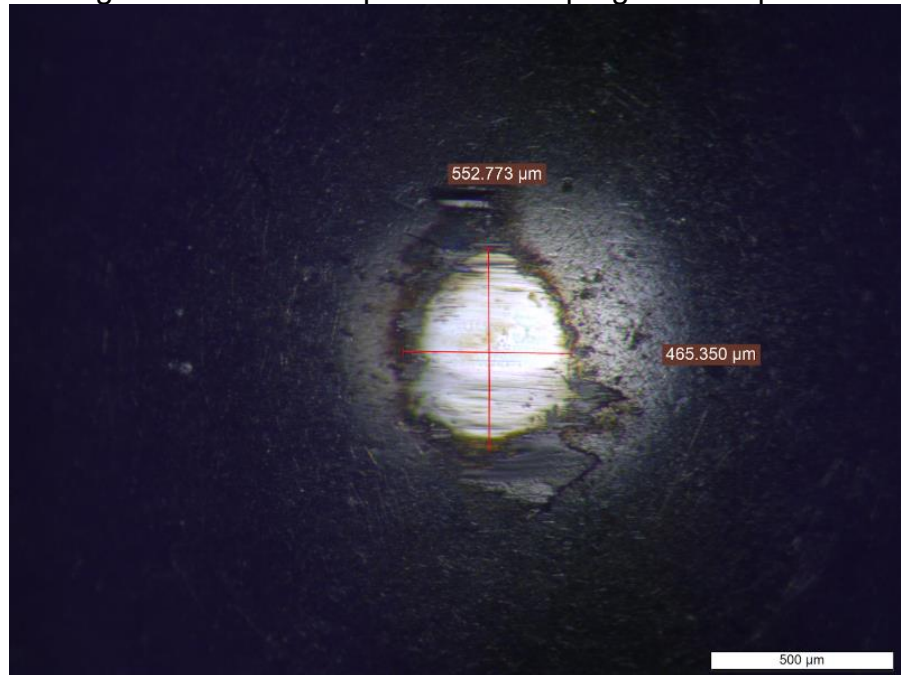
Figura 14 Coeficiente de atrito de amostra Astaloy CRL compactada a 600MPa sinterizada a 1100°C e impregnada com grafite 1,10µm



Fonte: Rivera (2020)

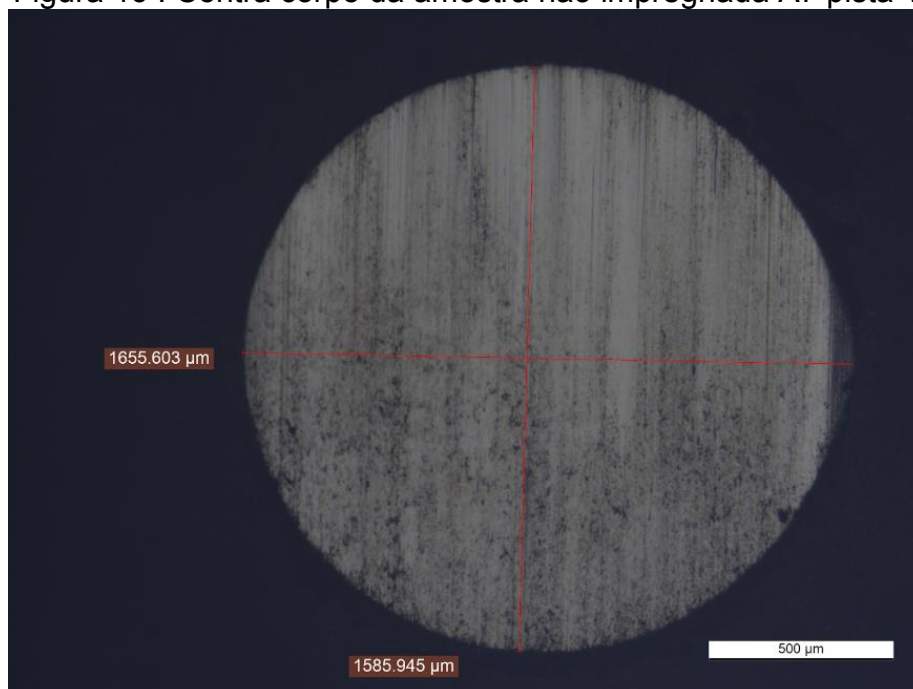
Foi medida a taxa de desgaste utilizando interferometria. Observou-se as alterações de morfologia e rugosidade da tribocamada e mediou-se a calota do contra corpo utilizado para as amostras impregnadas, Figura 15, e não impregnadas, Figura 16.

Figura 15 Contra corpo amostra impregnada A6 pista 4



Fonte: Do autor, 2022

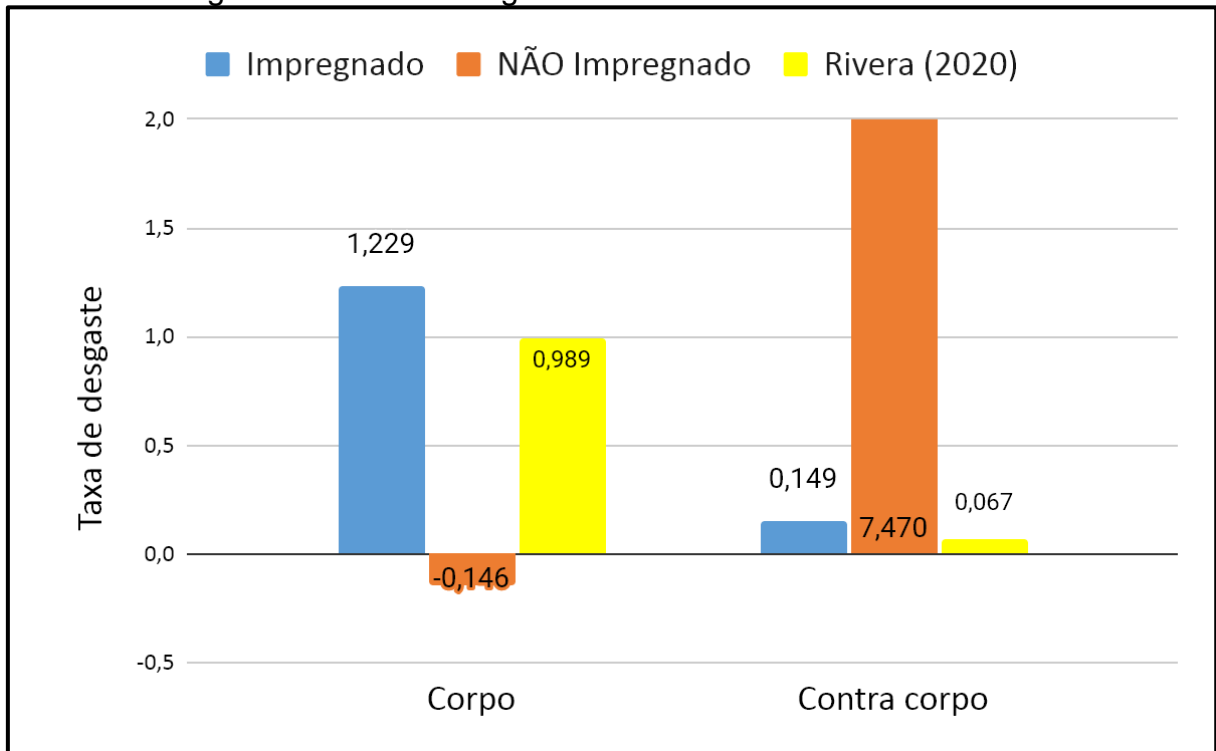
Figura 16 : Contra corpo da amostra não impregnada A7 pista 1



Fonte: Do autor, 2023

As taxas de desgaste das amostras impregnadas, não impregnadas e a amostra produzida por Rivera (2020) podem ser observadas na Figura 17.

Figura 17 Taxa de desgaste em $10^{-6} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$ das amostras



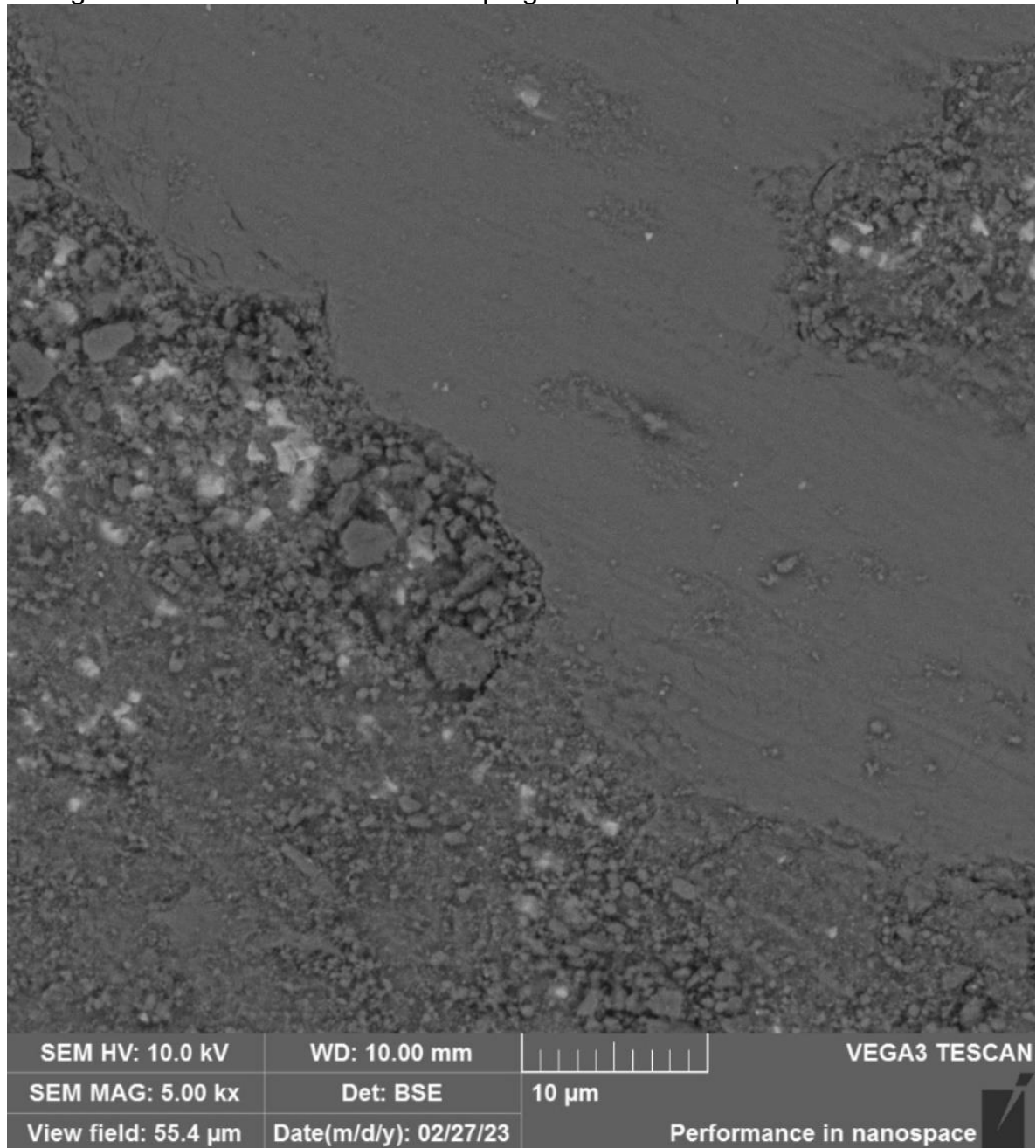
Fonte: Do autor, 2023

A taxa de desgaste da amostra impregnada é próxima similar tanto para o corpo quanto para o contra corpo, a amostra produzida por Rivera (2020). Isso caracteriza um sistema com boa lubricidade, mas sem aumento marcado da resistência ao desgaste pela incorporação de partícula de reforço.

As amostras não impregnadas, por outro lado, apresentam COF mais alto e se caracterizam por um desgaste muito elevado do contra-corpo. A análise em microscópio óptico ilustra essa diferença em relação às amostras impregnadas, que fica em aproximadamente 1 mm, entre a calota do contra corpo da amostra impregnada e não impregnada. Além disso, foi observado um desgaste negativo do corpo da amostra não impregnada como visto na Figura 17. Uma possível hipótese seria de que houve uma evolução nos mecanismos de desgaste durante a realização do ensaio onde se iniciou com um modelo de dois corpos e terminou com a deposição do material da esfera na tribocamada caracterizando o modelo adesivo de desgaste, que levou a uma leitura de perfil com resultados próximos de zero e negativos no

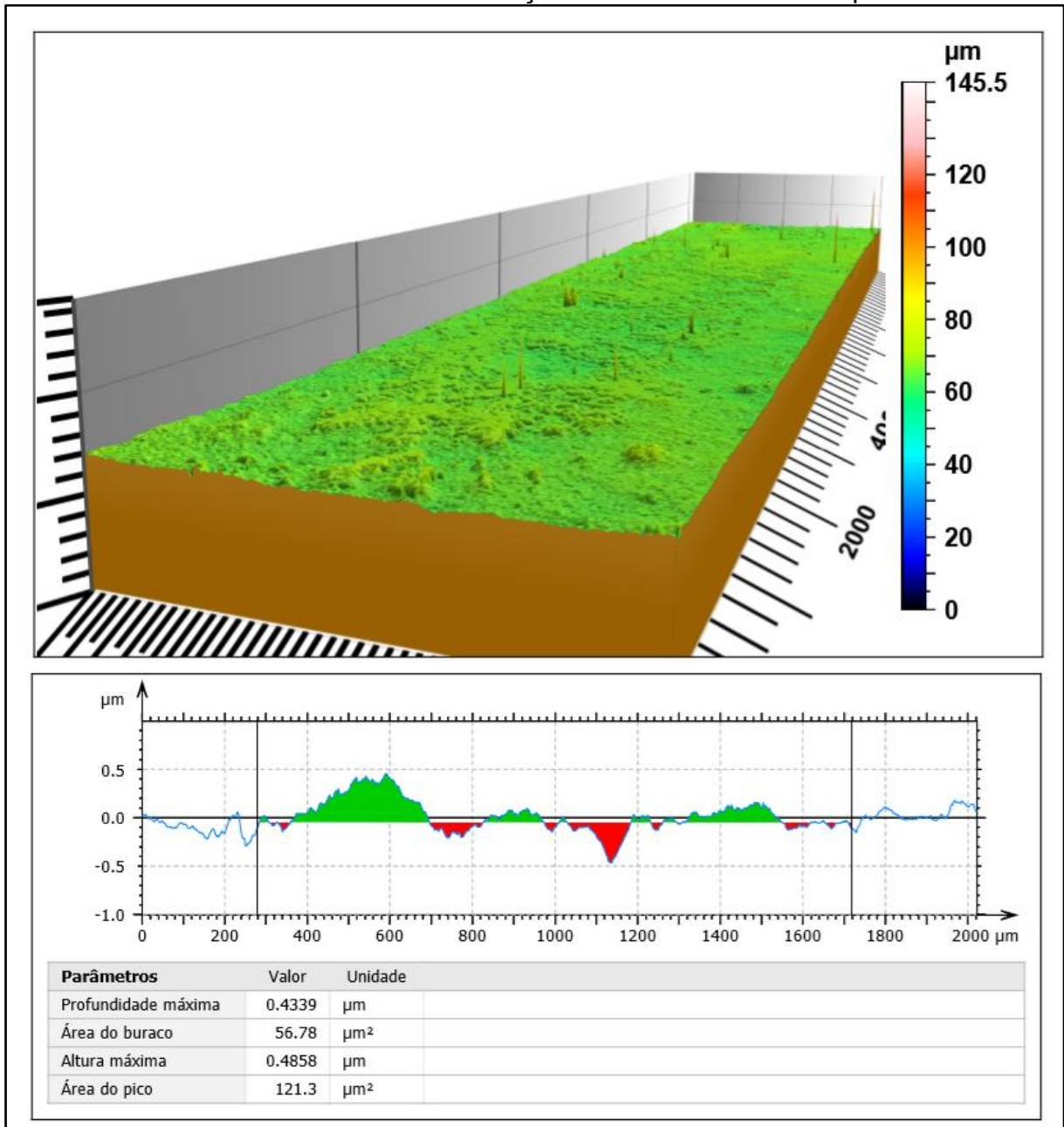
interferômetro. A hipótese foi baseada no cruzamento de informações adquiridas pelo MEV na Figura 18 e pela análise dos resultados do Interferômetro com *software* Mountains Map® Figura 19.

Figura 18: Pista da amostra não impregnada recoberta por camada de óxido



Fonte: Do autor, 2023

Figura 19: Análise com *software* Moutains Map® onde àrea dos picos é maior que àrea dos vales indicando a formação de uma camada na superfície.

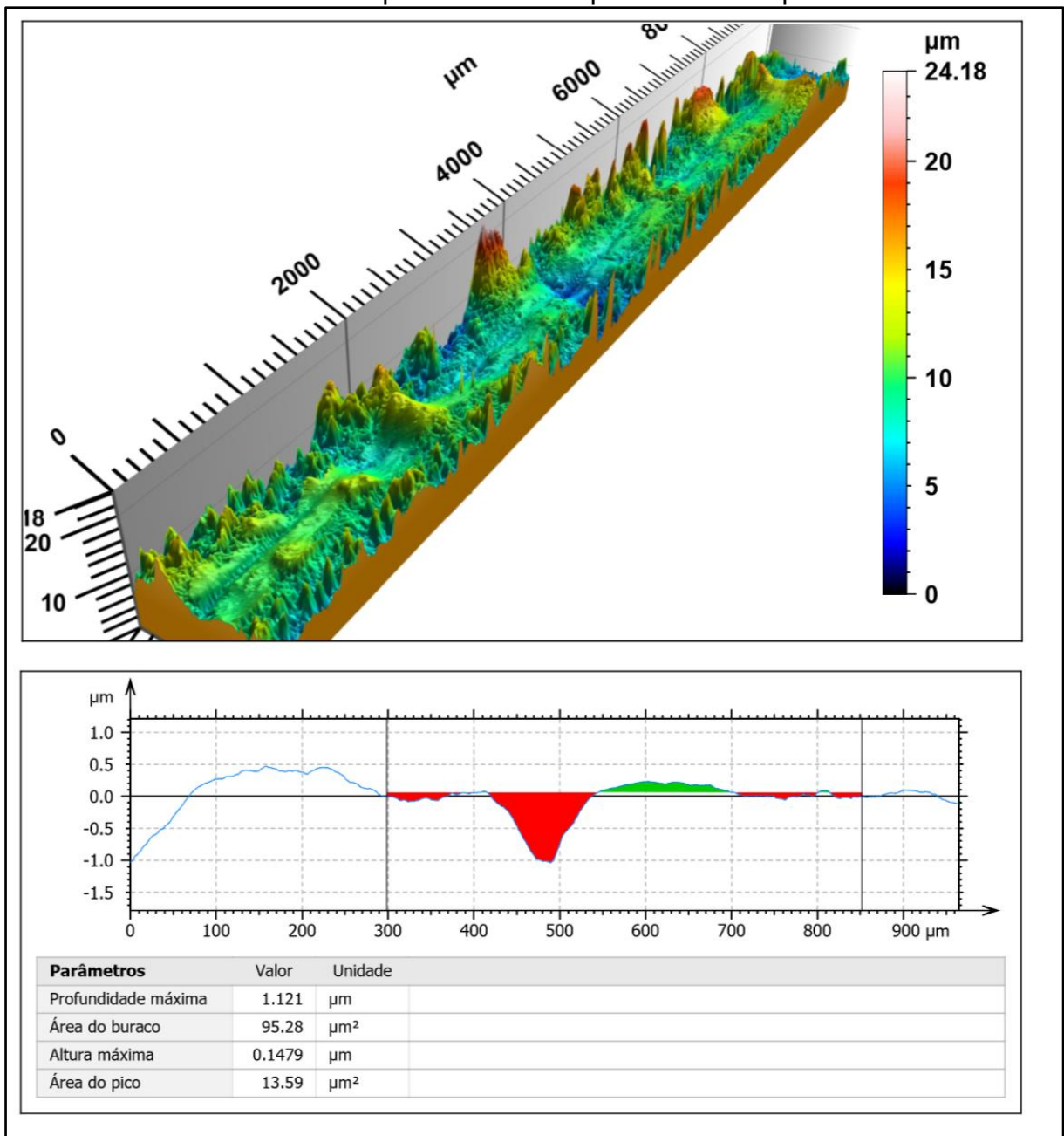


Fonte: Do autor, 2023

As amostras impregnadas tiveram um comportamento semelhante com as de Rivera (2020), embora não se tenha observado grandes deformações na matriz nesse trabalho. Nesse trabalho, as partículas de NbC nas amostras do aluno provavelmente contribuem para que a matriz não deforme, mas também aumentam a rugosidade da superfície da amostra, como visto na Figura 20: Análise com *software* Moutains Map® onde se verifica uma diferença de altura entre picos e vales de pelo menos 20

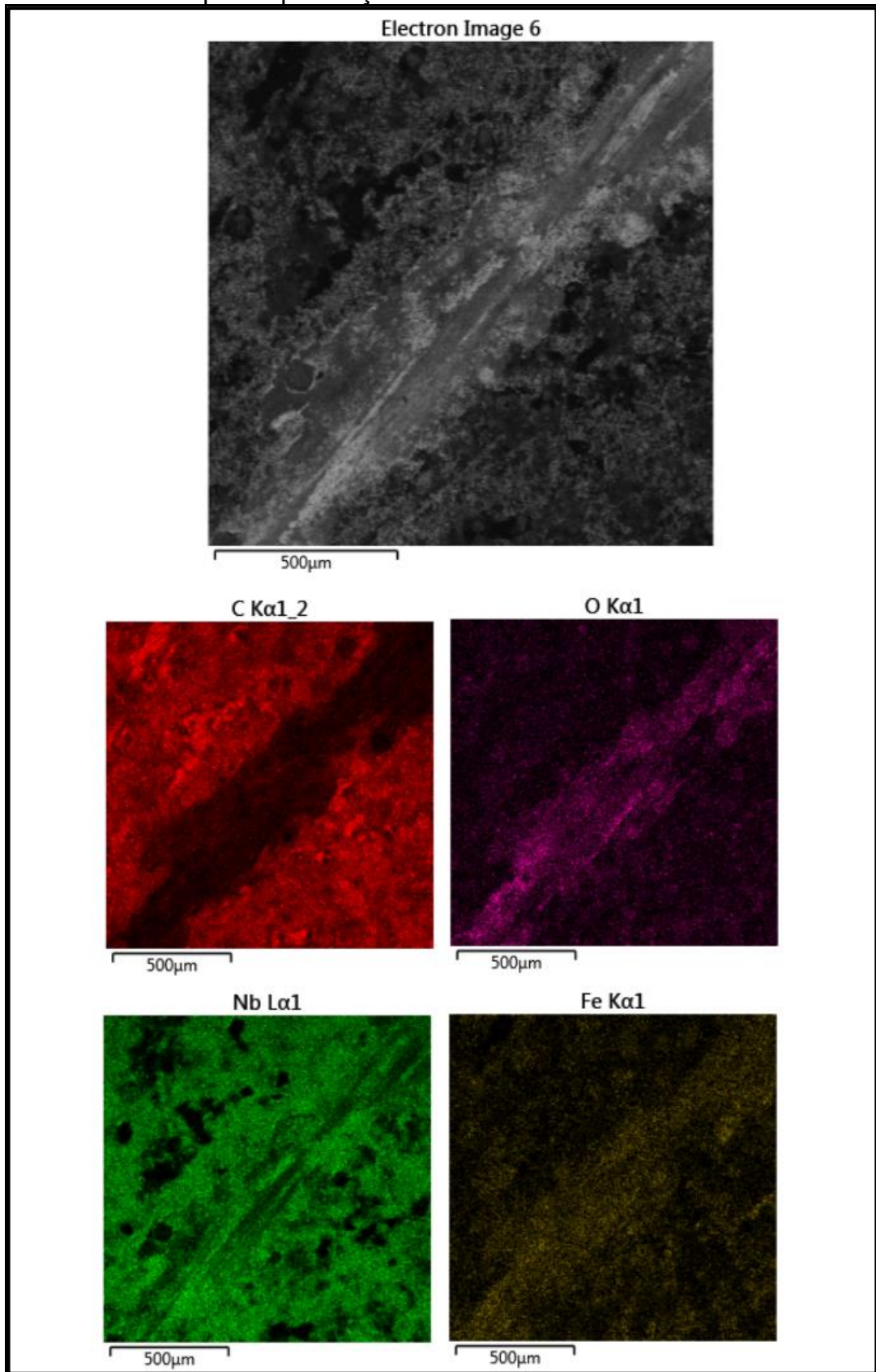
μm . Figura 20. Seria interessante analisar o comportamento tribológico das amostras produzidas nesse trabalho com um contra corpo um material cerâmico. Assim seria possível evitar o desgaste do contra-corpo e quantificar o desgaste da superfície das amostras, bem como também detectar uma maior resistência ao desgaste em relação as amostras de River (2020).

Figura 20: Análise com *software* Mountains Map® onde se verifica uma diferença de altura entre picos e vales de pelo menos $20\ \mu\text{m}$.



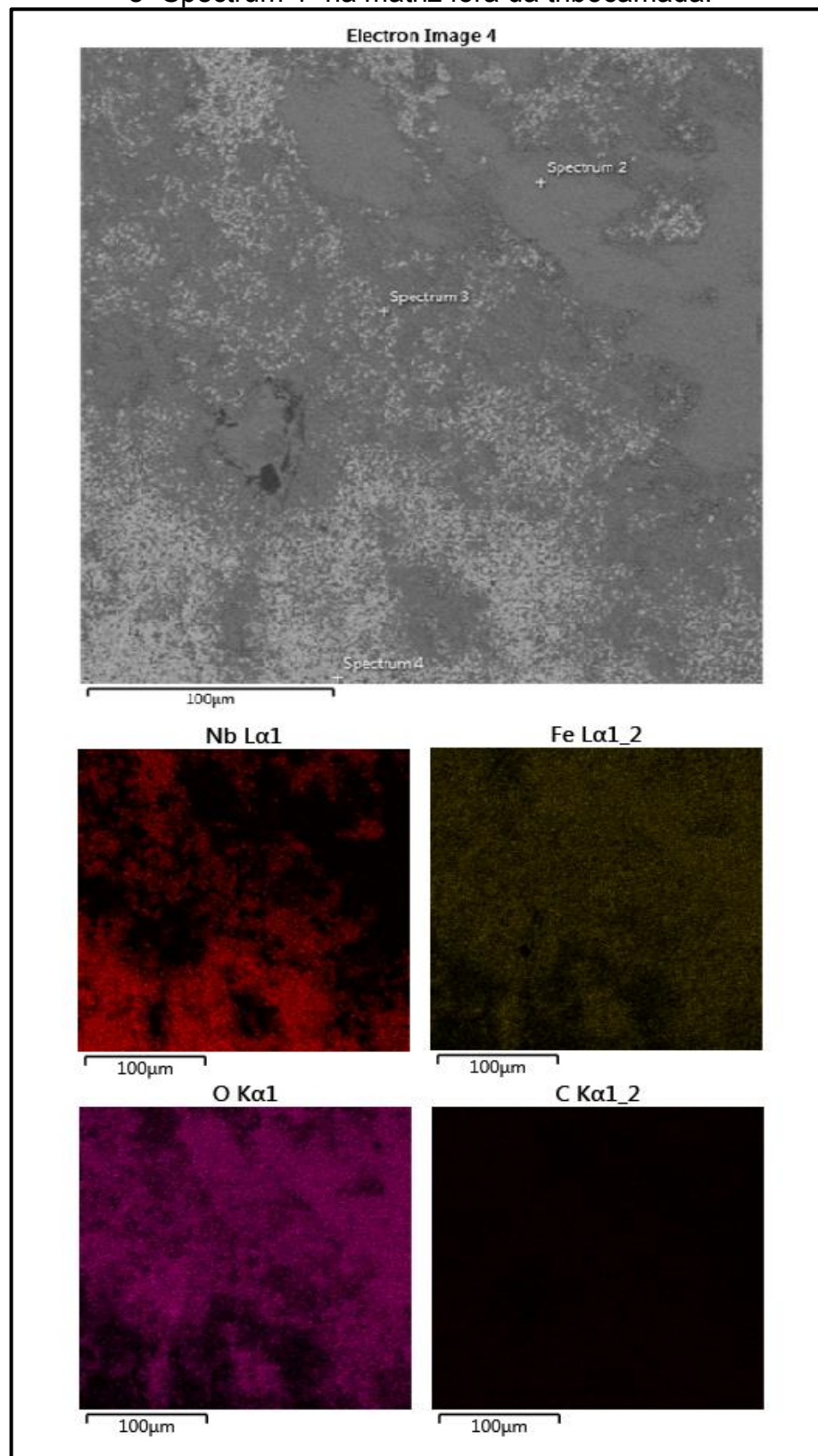
Fonte: Do autor, 2022

Figura 21 Pista de desgaste amostra impregnada com imagens de EDS indicado que há presença de óxidos na tribocamada



Fonte: Do autor, 2023

Figura 22 : MEV com BSE da pista da amostra não impregnada com pontos de análise "Spectrum 2" em cima da tribocamada, "Spectrum 3" na região intermediária e "Spectrum 4" na matriz fora da tribocamada.

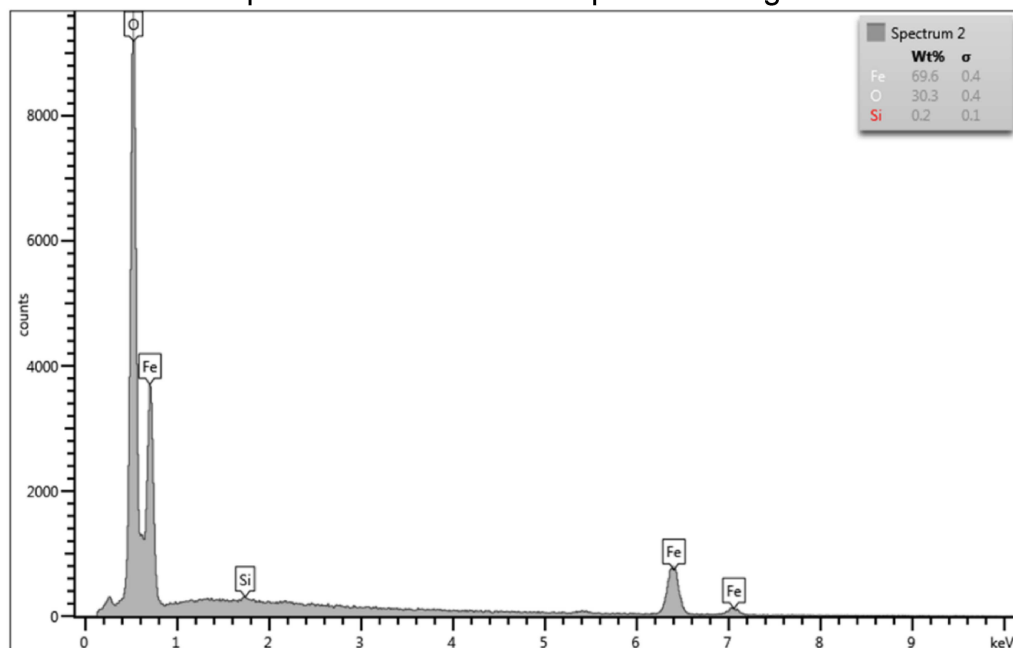


Fonte: Do autor, 2023

Através da comparação entre as pistas de desgastes das amostras impregnadas e não impregnadas da Figura 21 e Figura 22 pode-se observar que a primeira apresenta uma pista de desgaste muito mais estreita, provavelmente devido ao menor desgaste do contra corpo. Em ambos os casos se encontram óxidos de ferro dispersos em partículas de vários tamanhos e em placas também.

Nos dois grupos de amostras, a fase de debris se caracteriza por ter em sua composição principalmente óxido de ferro, que pode ser visto na Figura 23. Sobre a estrutura formada após o ensaio com tribômetro, não se sabe também a evolução da formação dos óxidos na tribocamada se foram formados in loco ou se advém do contra corpo. Contudo, é possível afirmar que a estrutura formada pelos carbetos se apresentou como uma boa maneira de reter os debris mais finos, já as placas de óxidos, suspeita-se que foram se destacando pelas beiradas por conta de a forma da superfície ser mais ondulada, ou seja, apresenta uma região de saída para os óxidos. Com isso podemos justificar a oscilação da resistividade durante o ensaio, Figura 13, pois não ocorre um acúmulo e sim um regime de geração e expulsão dos óxidos da tribocamada. A menor oscilação de resistividade na amostra não impregnada provavelmente se dá ao menor volume de oxido gerado.

Figura 23: BSE do ponto "Spectrum 2" da Figura 22 localizado sobre os debris que compõem a tribocamada da pista de desgaste



Fonte: Do autor, 2023

5 CONCLUSÃO

O objetivo geral deste trabalho foi adquirir informações a respeito do desempenho tribológico de compósitos de matriz ferrosa reforçados por NbC gerados *in situ* e impregnado com grafite. Baseado nos resultados e nos objetivos do trabalho, foi possível concluir que:

- a) Conseguiu-se, com sucesso, reproduzir e realizar melhorias sob o processo dos compósitos desenvolvidos por Avila (2020), onde foi adicionado um método de granulação automatizado;
- b) Conseguiu-se, com sucesso, replicar o processo de impregnação realizado por Rivera (2020) nas amostras produzidas com base no estudo de Avila (2020);
- c) Foi possível comparar os resultados das amostras desenvolvidas com as amostras de Rivera (2020). As amostras impregnadas tiveram desempenho com valores de taxa de desgaste próximos (ambos na casa de 10^{-6} $\text{mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$), enquanto a não impregnada não se conseguiu avaliar por conta do corpo ter apresentado uma taxa de desgaste negativa. A escolha da esfera SAE 52100 como contra corpo, que foi usada no trabalho de Rivera (2020), não foi a mais adequada para análise das amostras estudadas pelo aluno, pois apresentaram um desgaste muito mais acentuado nas amostras não impregnadas.

6 SUGESTÃO DE TRABALHOS FUTUROS

- a)** Avaliar a influência do acabamento da superfície no comportamento tribológico do material;
- b)** Repetir os experimentos utilizando esferas com maior dureza como as compostas por alumina ou nitreto de silício;
- c)** Avaliar a influência de tratamento de térmico das amostras no comportamento tribológico do material

REFERÊNCIAS

ARCHARD, J. F. Contact and Rubbing of Flat Surfaces. *Journal of Applied Physics*, v. 24, n. 8, p. 981–988, ago. 1953.

CHAWLA, N.; CHAWLA, K. K. **Metal Matrix Composites**. New York, NY: Springer New York, 2013.

CORDEIRO, Tiago; GARATTONI, Bruno. A verdade sobre o nióbio. Disponível em: <https://super.abril.com.br/ciencia/a-verdade-sobre-o-niobio/>. Acesso em: 19 jun. 2023.

DANIEL, J.; DE MELLO, B.; AGUILAR RAMIREZ, C. **Nicolás Ignacio Araya Rivera EFFECT OF THE CHARACTERISTICS OF PORES AND SOLID LUBRICANT ON THE TRIBOLOGICAL BEHAVIOUR OF SINTERED STEEL IMPREGNATED WITH GRAPHITE**. [s.l: s.n.].

DENG, W. et al. Improvement of tribological properties of as-sprayed 8YSZ coatings by in-situ synthesis C/MoS₂ composite lubricant. **Tribology International**, v. 128, p. 260–270, 1 dez. 2018.

DESCHAMPS, I. S. **UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA CENTRO TECNOLÓGICO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS**. [s.l: s.n.].

JAMES, W. B. Powder Metallurgy Methods and Applications. Em: **Powder Metallurgy**. [s.l.] ASM International, 2018. p. 9–19.

MACHADO, R. et al. Plasma Assisted Debinding and Sintering (PADS) – Metal Injection Molding Application. **Materials Science Forum**, v. 530–531, p. 224–229, nov. 2006.

MARTINELLI, Antonio E.; PAULO, Domingos S. A.; NASCIMENTO, Rubens M.; TÁVORA, Michele P.; GOMES, Uílame U.; ALVES, Clodomiro. Dilatometric behavior and microstructure of sintered Fe–NbC and Fe–TaC composites. *Journal Of Materials Science*, [s.l.], v. 42, n. 1, p. 314–319, 16 dez. 2006. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1007/s10853-006-1018-3>.

O QUE é um mancal autolubrificante?: QUAL É A IMPORTÂNCIA DOS MANCAIS AUTOLUBRICANTES NA INDÚSTRIA AEROSPECIAL?. QUAL É A IMPORTÂNCIA DOS MANCAIS AUTOLUBRICANTES NA INDÚSTRIA AEROSPECIAL?. 2019. Disponível em: <https://www.ggbearings.com/pt/por-que-escolher-a-ggb/faq/faq-mancais/mancais-autolubrificantes>. Acesso em: 10 jul. 2023.

OMRANI, Emad; MOGHADAM, Afsaneh Dorri; MENEZES, Pradeep L.; ROHATGI, Pradeep K.. New Emerging Self-lubricating Metal Matrix Composites for Tribological Applications. *Materials Forming, Machining And Tribology*, [S.L.], p. 63–103, 17 out. 2015. Springer International Publishing. http://dx.doi.org/10.1007/978-3-319-24007-7_3.

QUINTAS Rodas autolubrificantes evitam consumo de 50 kg de graxa por ano. 2022. Disponível em: <https://blogdocaminhoneiro.com/2022/08/quintas-rodas->

autolubrificantes-evitam-consumo-de-50-kg-de-graxa-por-ano/. Acesso em: 10 jul. 2023.

RAPOPORT, L. et al. Superior tribological properties of powder materials with solid lubricant nanoparticles. **Wear**, v. 255, n. 7–12, p. 794–800, 2003.

RAHIMIPOUR, Mohammad Reza; SOBHANI, Manoochehr. Evaluation of Centrifugal Casting Process Parameters for In Situ Fabricated Functionally Gradient Fe-TiC Composite. *Metallurgical And Materials Transactions B*, [S.L.], v. 44, n. 5, p. 1120-1123, 12 jul. 2013. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1007/s11663-013-9903-z>.

REGISTRATION, Evaluation, Authorisation and Restriction of Chemical substances programme: Data about Nb2O5. Data about Nb2O5. 2023. Disponível em: <https://echa.europa.eu/substance-information/-/substanceinfo/100.013.831>. Acesso em: 19 jun. 2023.

SLINEY, H. E. **Solid lubricant materials for high temperatures a review**. [s.l.: s.n.].

TJONG, S. C.; MA, Z. Y. **Microstructural and mechanical characteristics of in situ metal matrix composites**. [s.l.: s.n.].

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA CENTRO TECNOLÓGICO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS Daniel dos Santos Avila. . [s.l.: s.n.].

WOYDT, M. et al. Niobium carbide for wear protection – tailoring its properties by processing and stoichiometry. **Metal Powder Report**, v. 71, n. 4, p. 265–272, 1 jul. 2016.

WOYDT, M.; MOHRBACHER, H. The tribological and mechanical properties of niobium carbides (NbC) bonded with cobalt or Fe3Al. **Wear**, v. 321, p. 1–7, 1 dez. 2014.

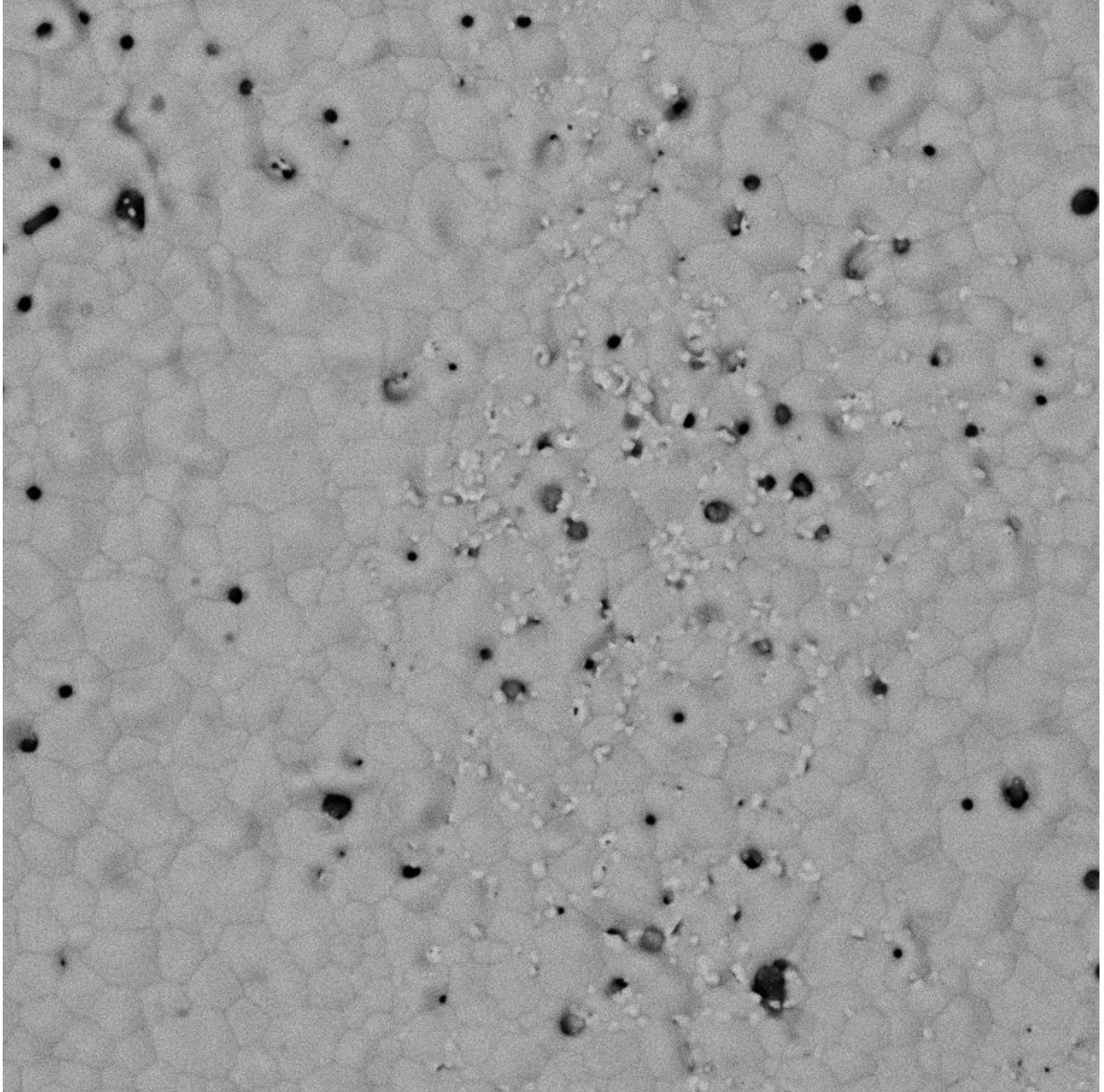
WOYDT, M.; MOHRBACHER, H. The use of niobium carbide (NbC) as cutting tools and for wear resistant tribosystems. **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, v. 49, n. 1, p. 212–218, 2015.

ZHAO, D. et al. Preparation and vacuum tribological properties of composite coatings fabricated by effective introduction of soft metal Ag into spray-formed YSZ templates. **Applied Surface Science**, v. 518, 15 jul. 2020.

SRIVATSAN, T.s.; SUDARSHAN, T.s.; LAVERNIA, E.J.. Processing of discontinuously reinforced metal matrix composites by rapid solidification. *Progress In Materials Science*, [S.L.], v. 39, n. 4-5, p. 317-409, jan. 1995. Elsevier BV. [http://dx.doi.org/10.1016/00796425\(95\)00003-8](http://dx.doi.org/10.1016/00796425(95)00003-8).

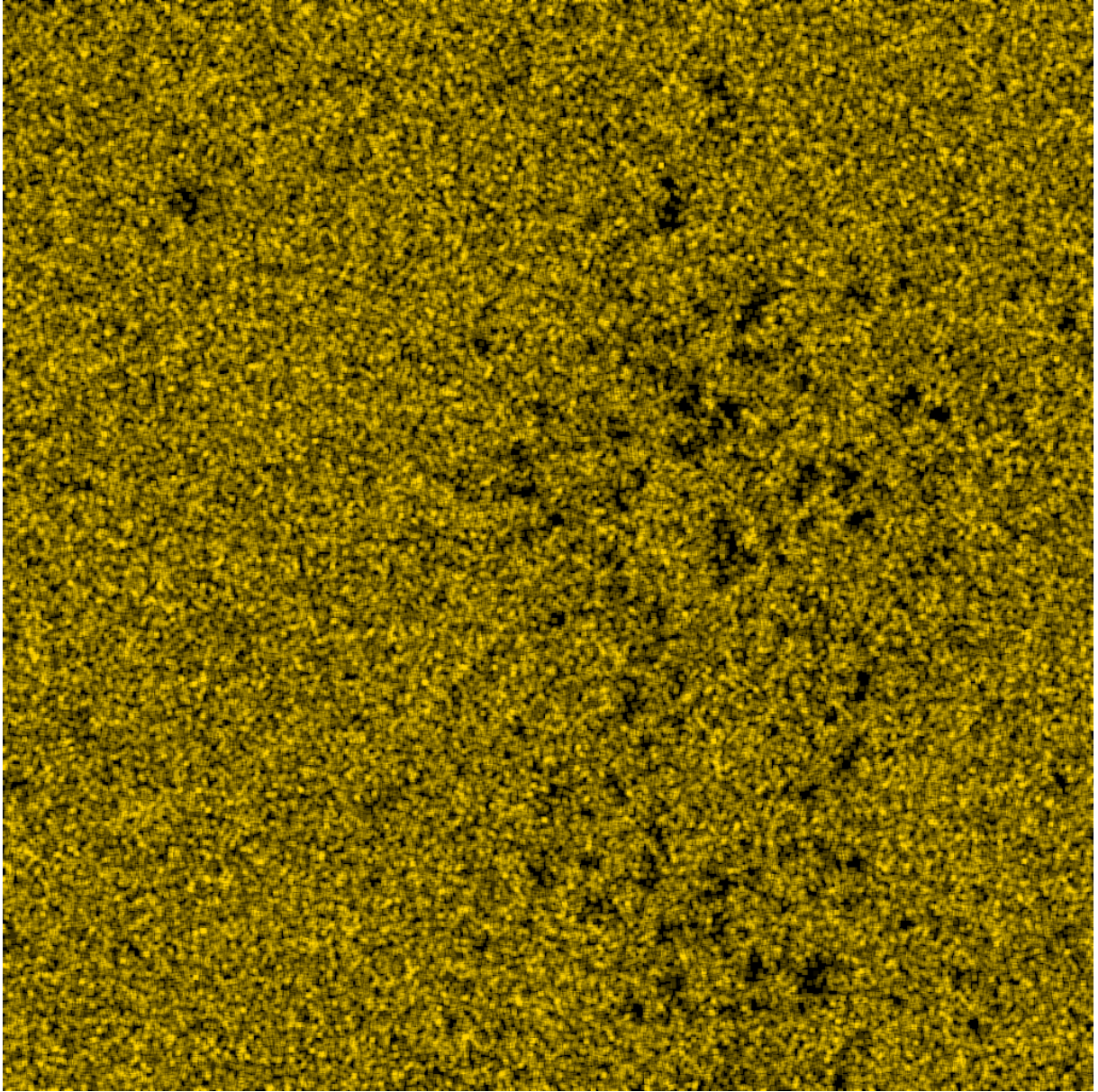
APÊNDICE A – Face da amostra voltada para o reator

Figura 24: Face da amostra que ficou em contato com plasma com precipitados



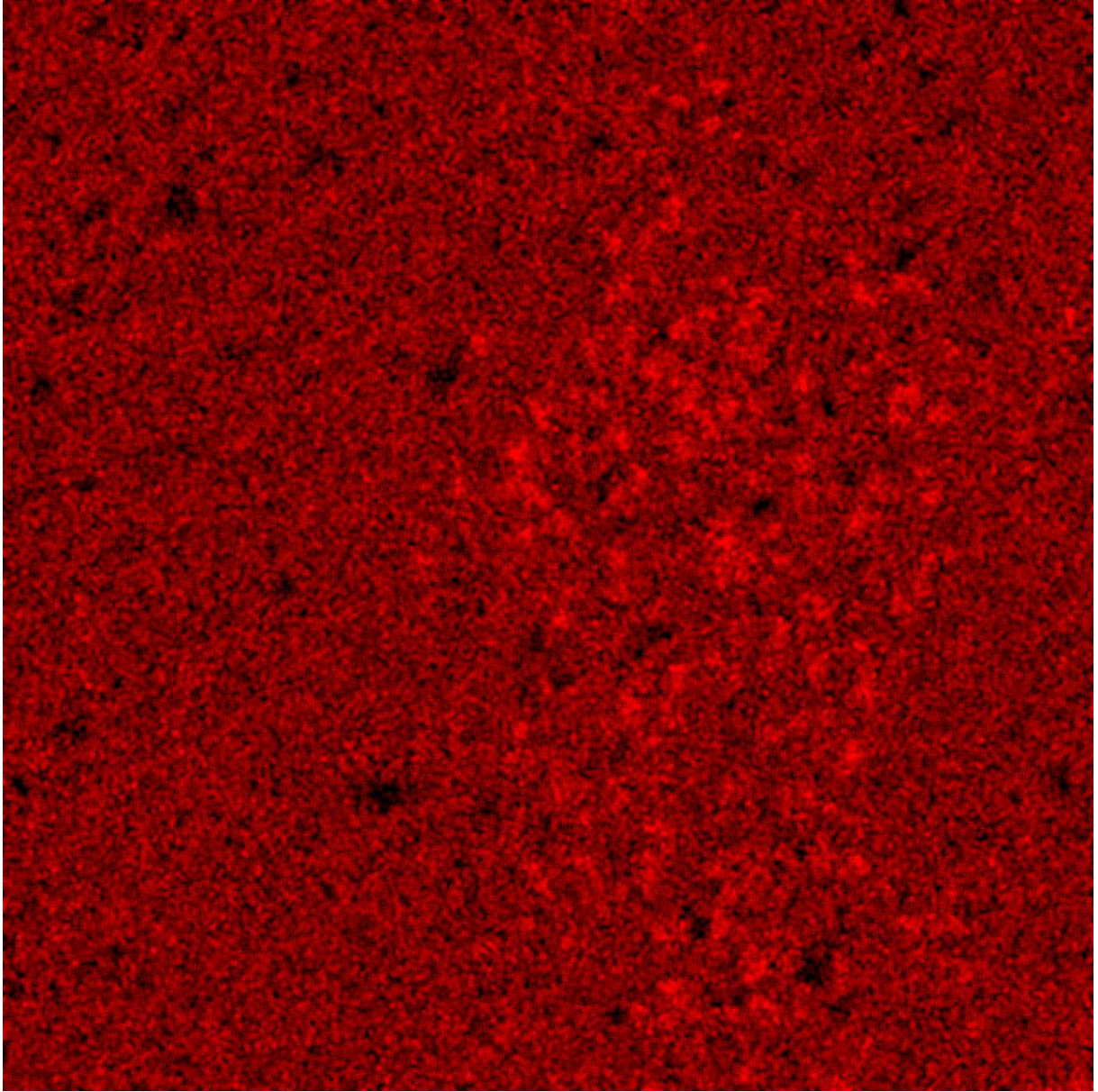
Fonte: Do autor, 2023

Figura 25: Mapa EDS de detecção de Ferro



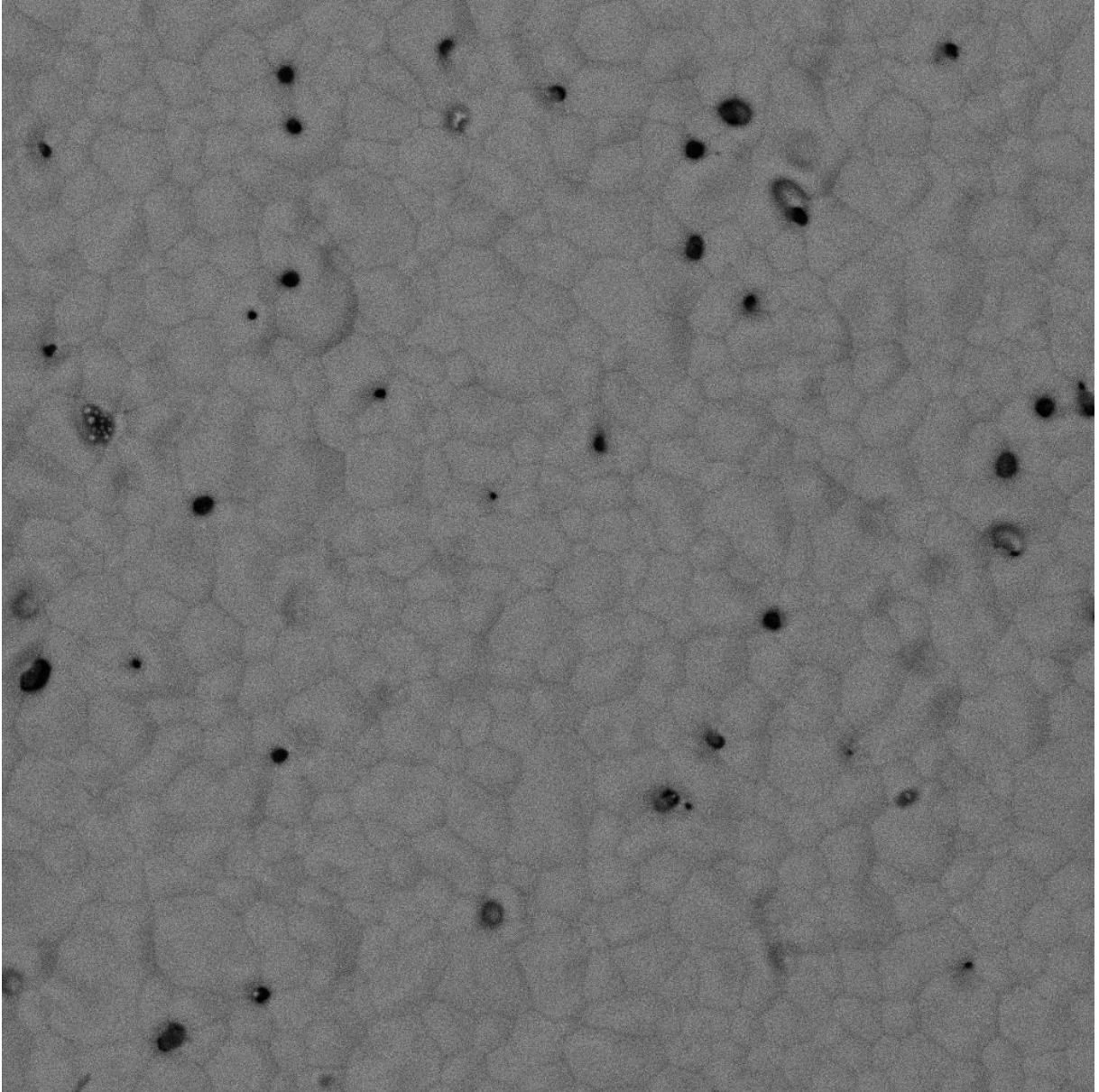
Fonte: Do autor, 2023

Figura 26: Mapa EDS de detecção de Nióbio



Fonte: Do autor, 2023

Figura 27: Face da amostra que ficou em contato com plasma sem precipitados



Fonte: Do autor, 2023

Figura 28: Mapa EDS de detecção de Ferro sem precipitados

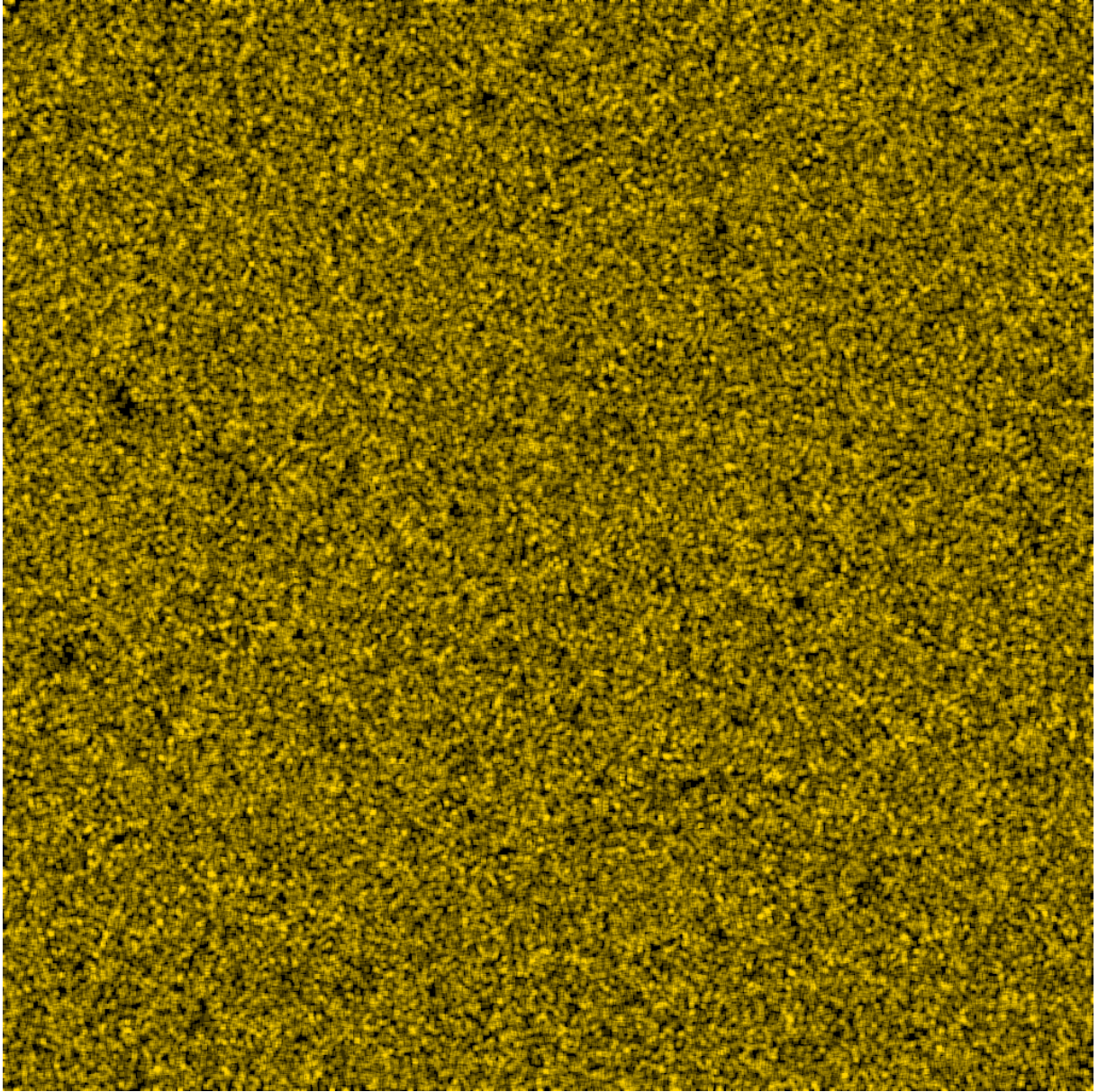
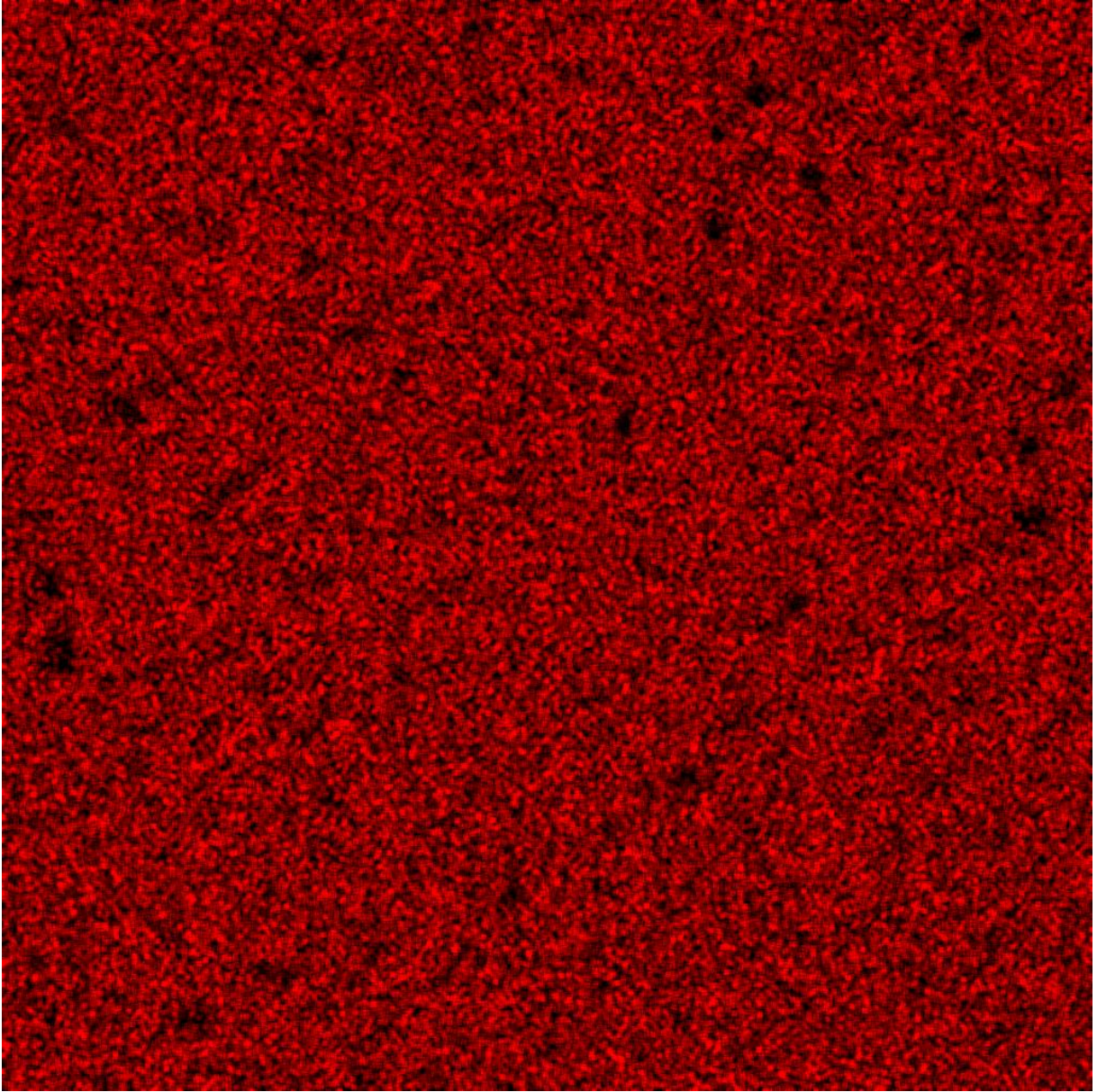
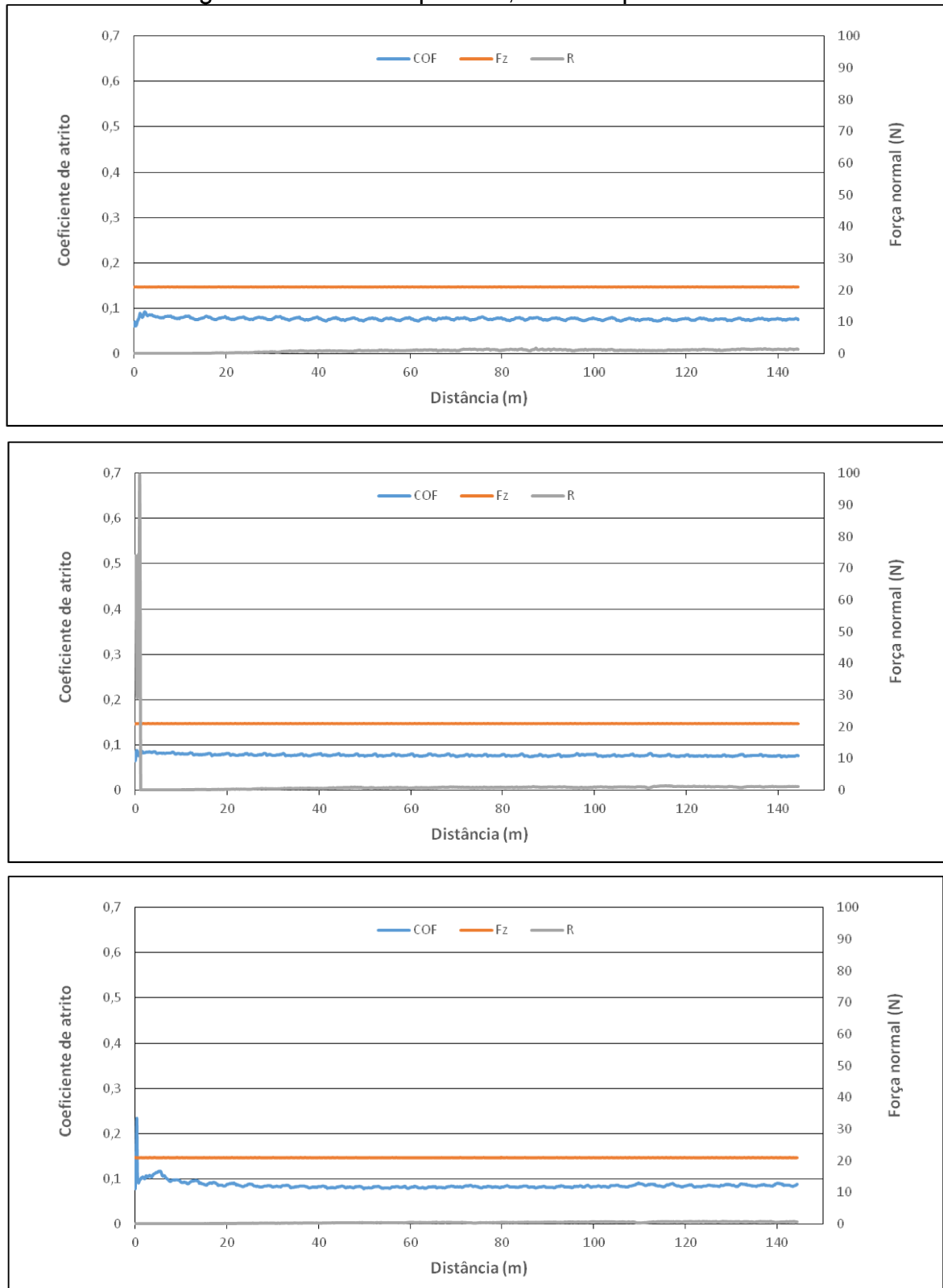


Figura 29: Mapa EDS de detecção de Nióbio sem precipitados



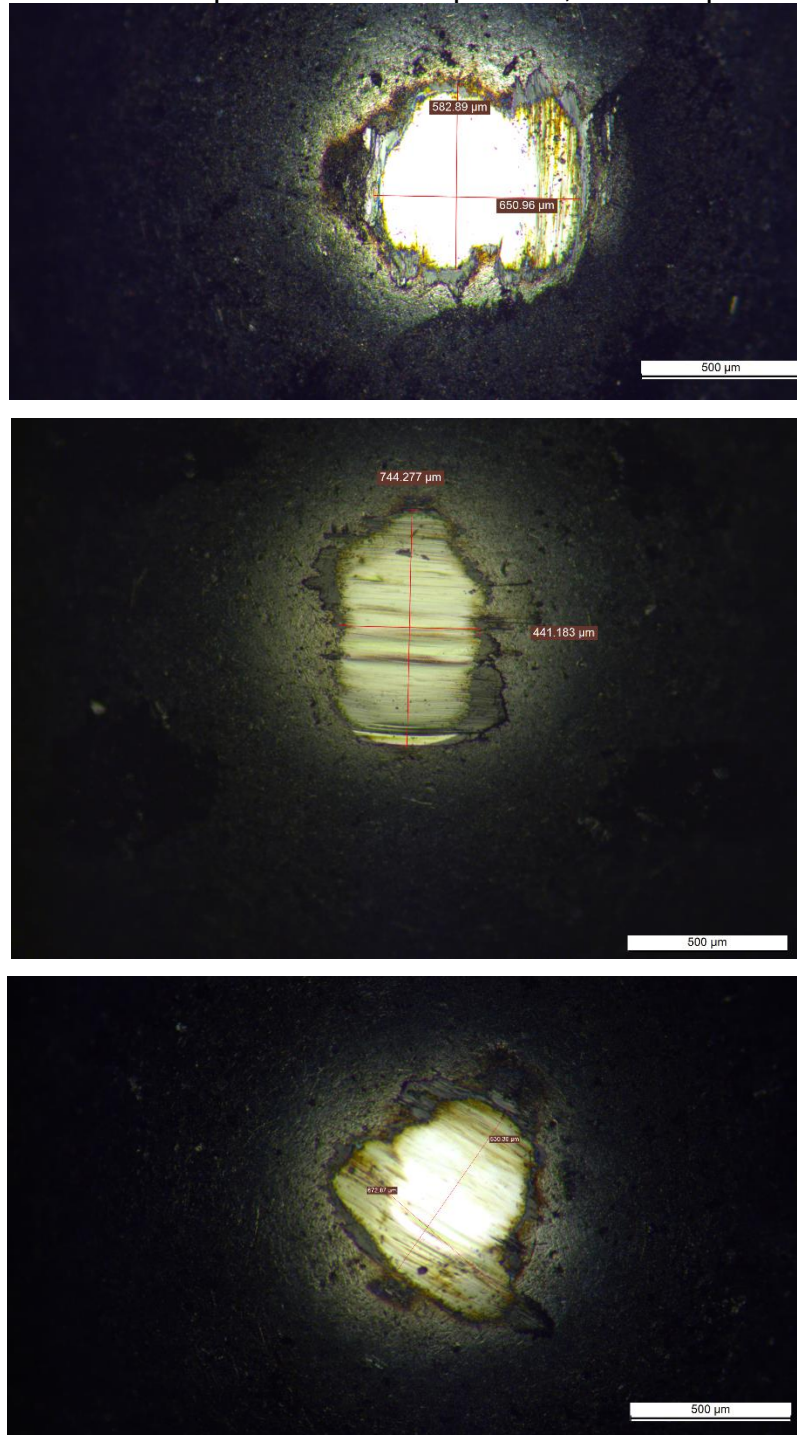
APÊNDICE B – Curvas de ensaio e calotas do contra corpo

Figura 30 Amostra 4 pistas 4, 5 e 9 respectivamente



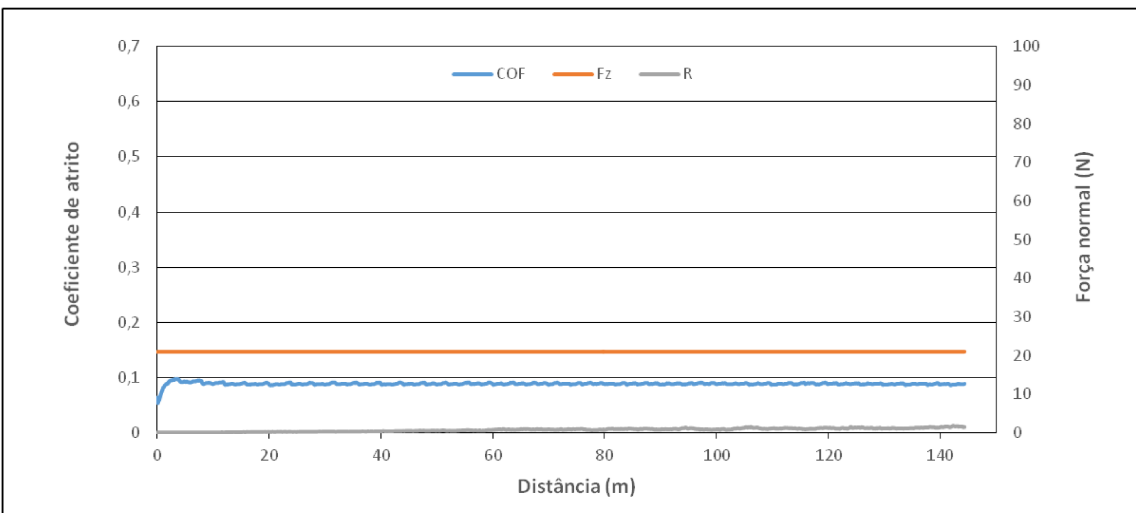
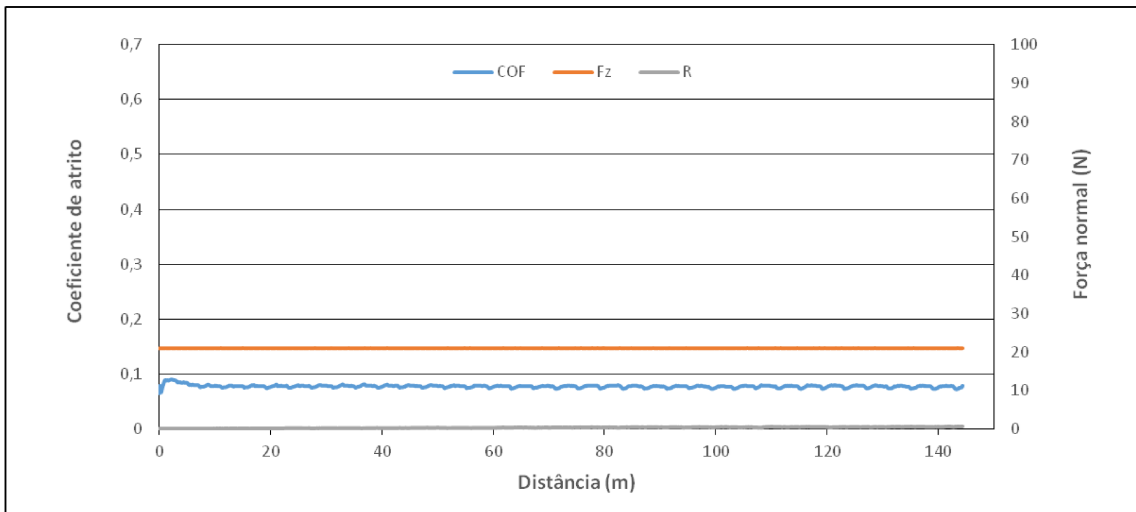
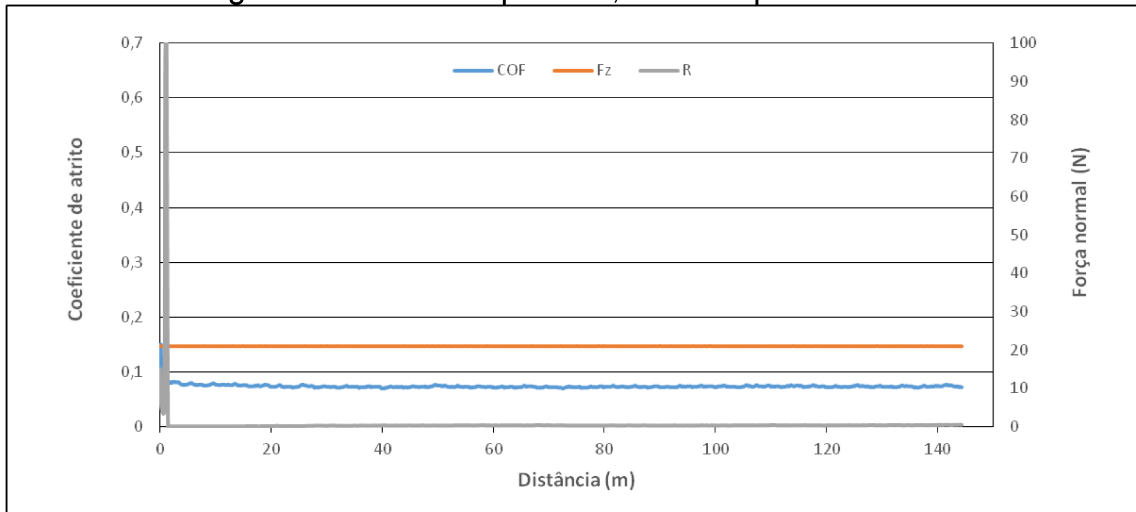
Fonte: Do autor, 2023

Figura 31 Contra corpo da amostra 4 pistas 4, 5 e 9 respectivamente



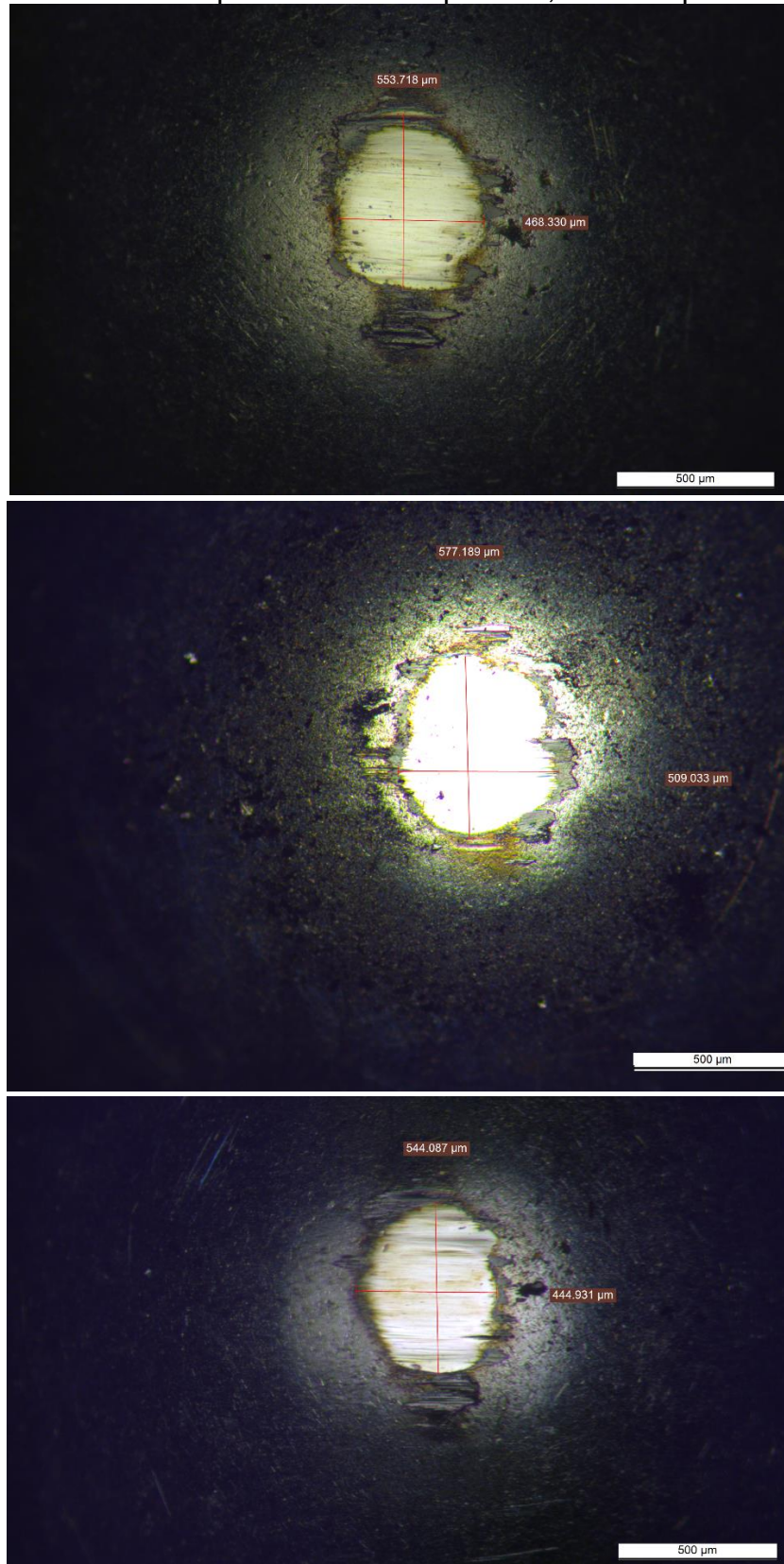
Fonte: Do autor, 2023

Figura 32 Amostra 5 pistas 3, 6 e 7 respectivamente



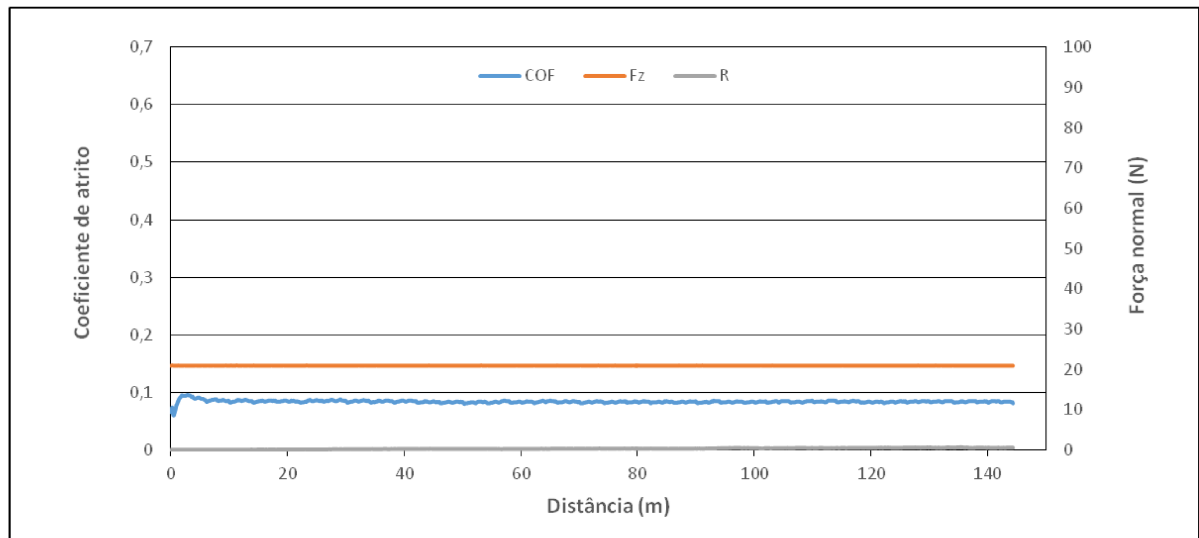
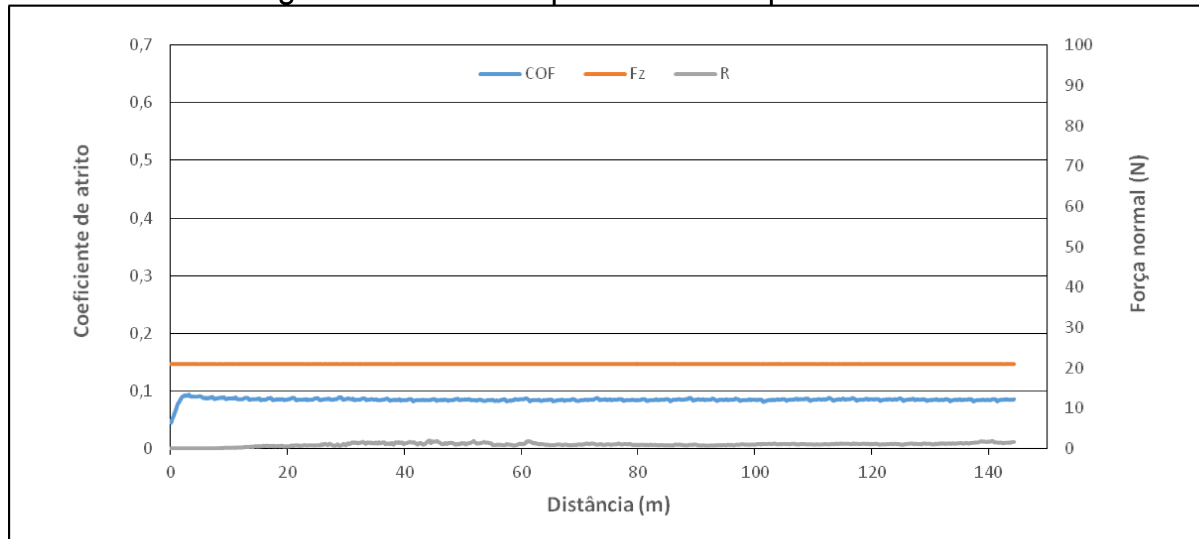
Fonte: Do autor, 2023

Figura 33 Contra corpo da amostra 5 pistas 3, 6 e 7 respectivamente



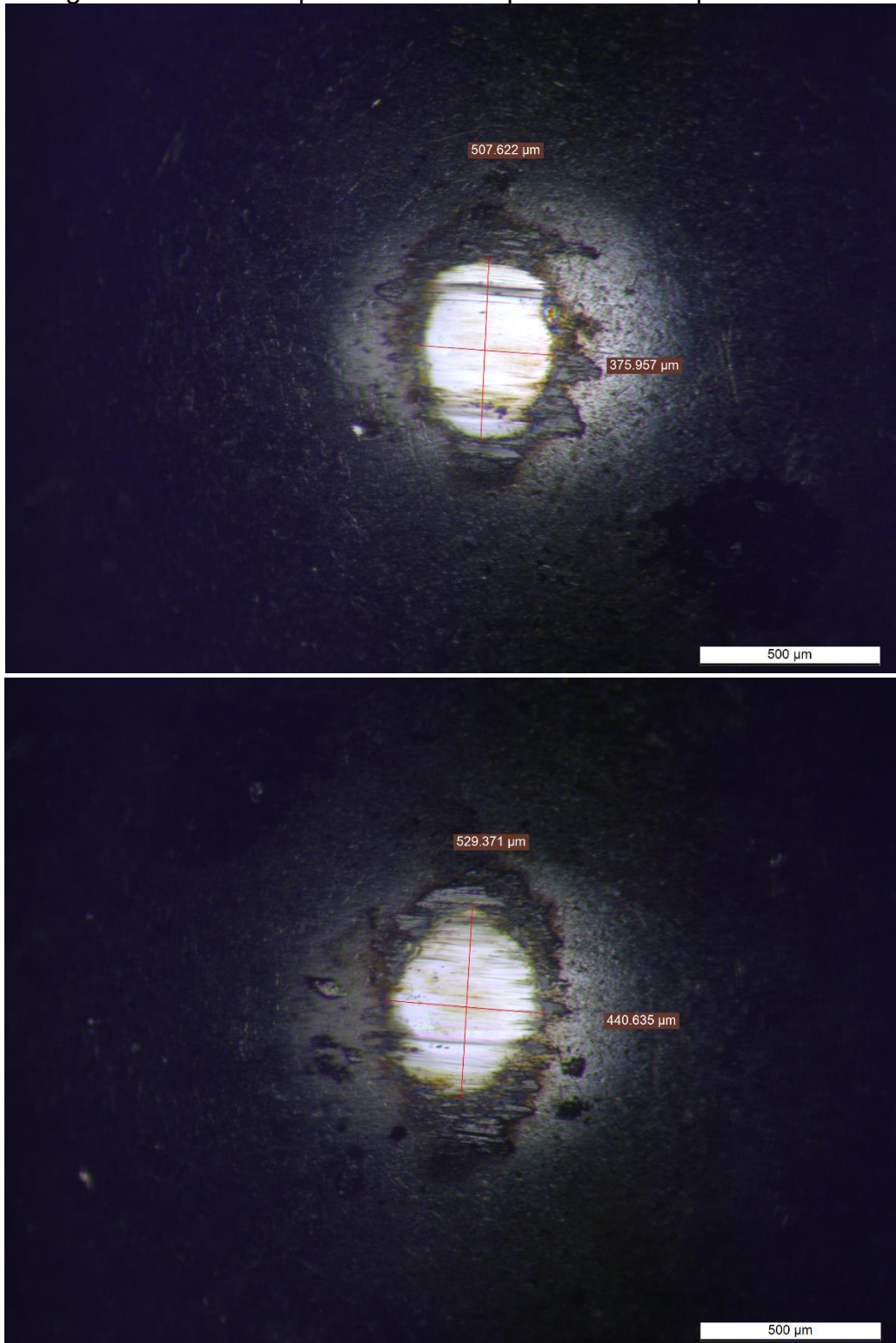
Fonte: Do autor, 2023

Figura 34 Amostra 6 pistas 5 e 6 respectivamente



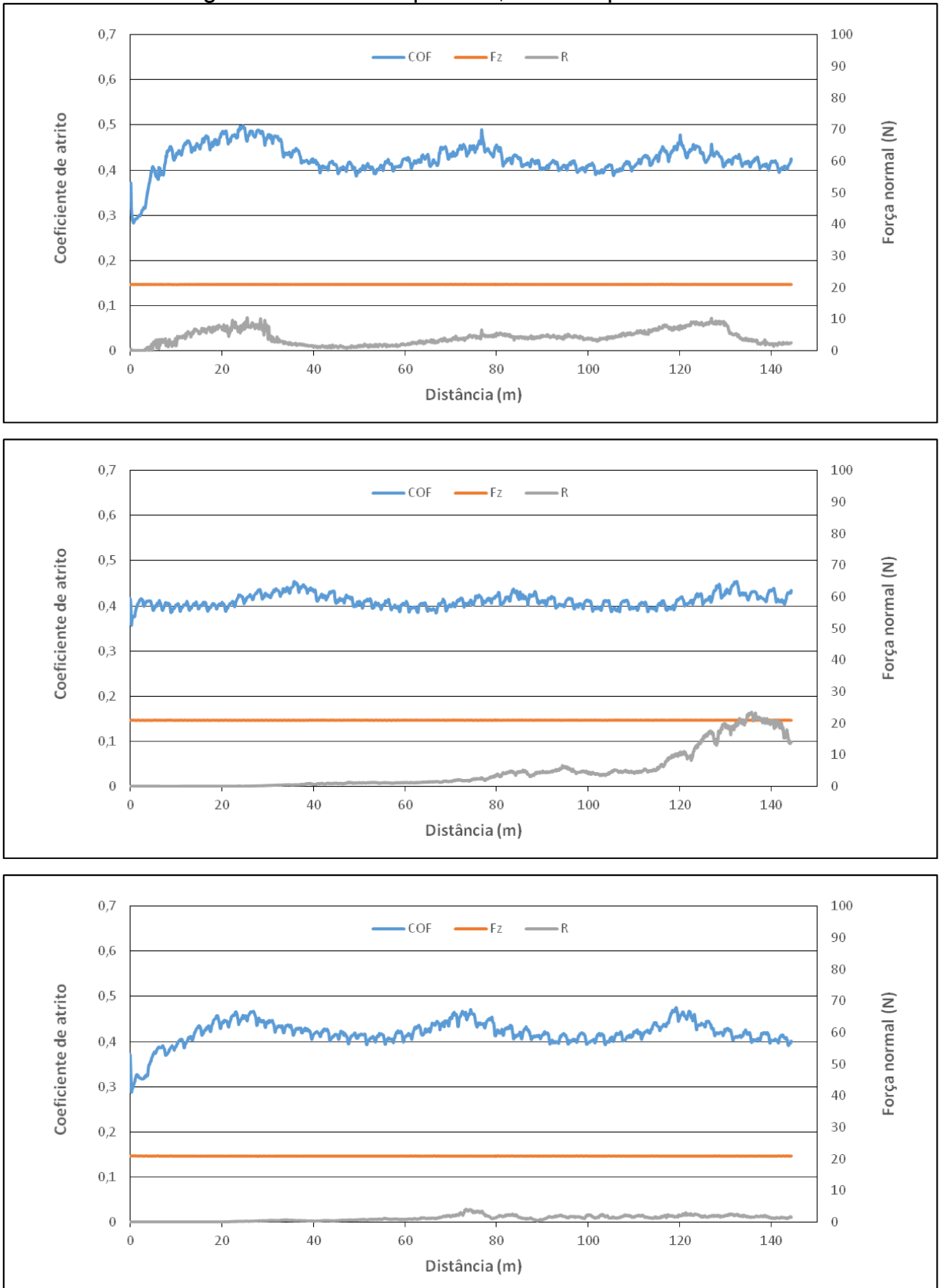
Fonte: Do autor, 2023

Figura 35 Contra corpo da amostra 6 pistas 5 e 6 respectivamente



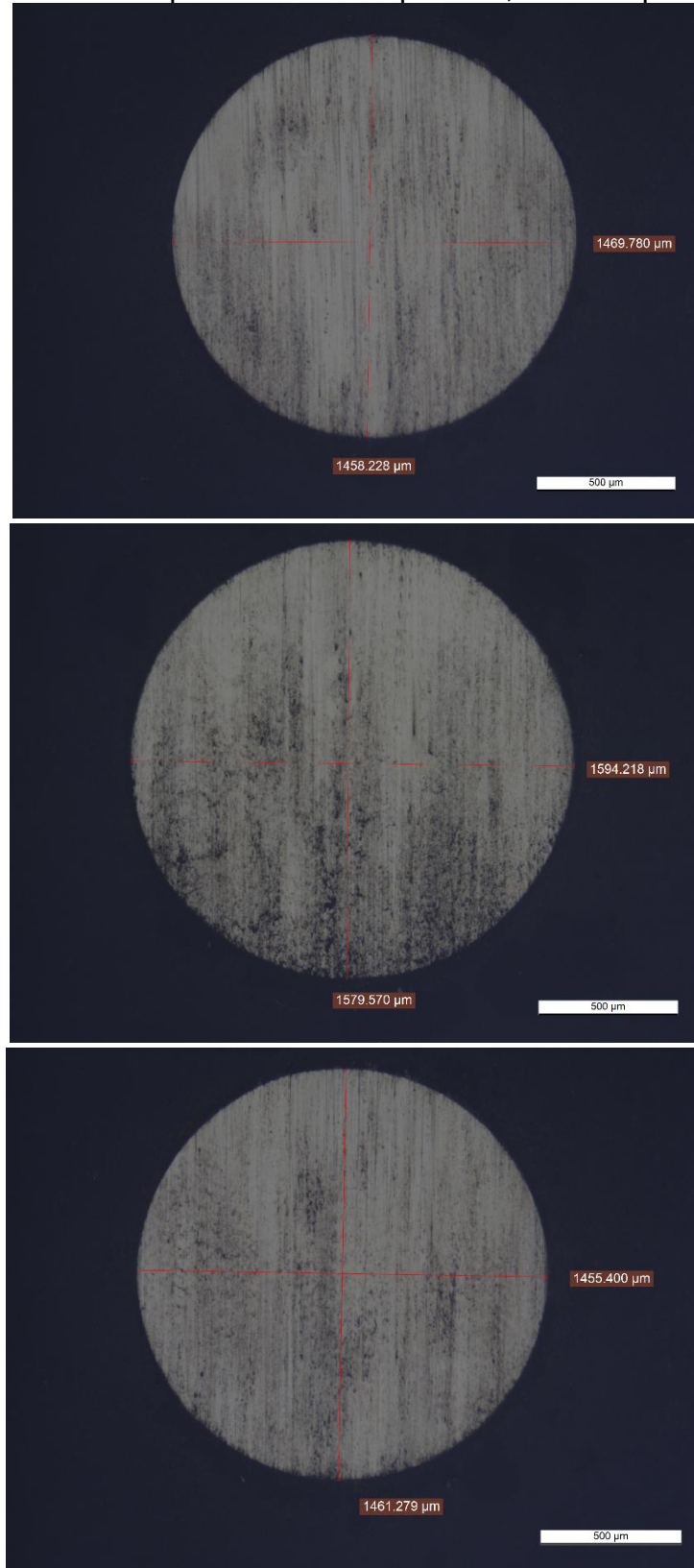
Fonte: Do autor, 2023

Figura 36 Amostra 2 pistas 1, 2 e 3 respectivamente



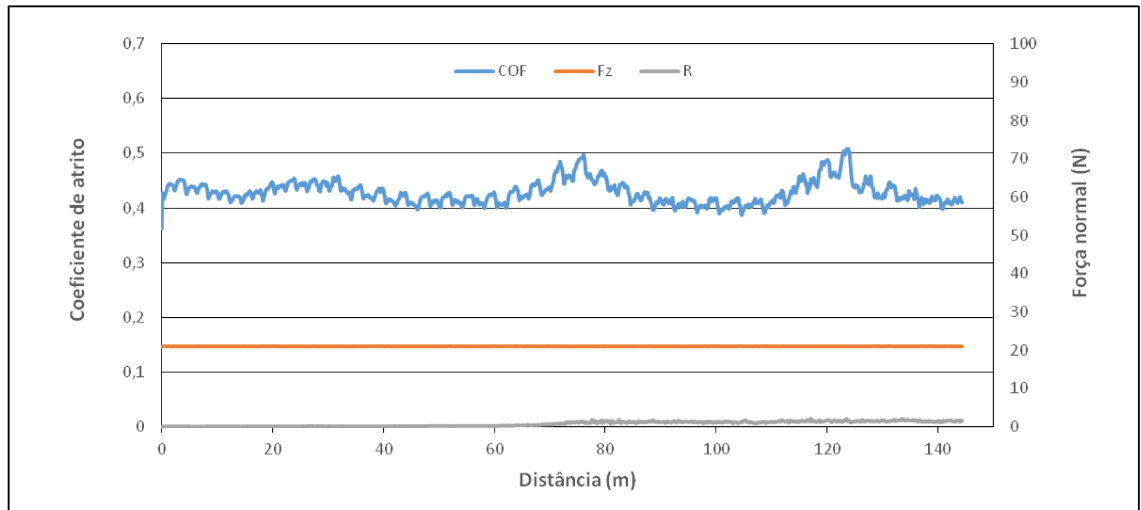
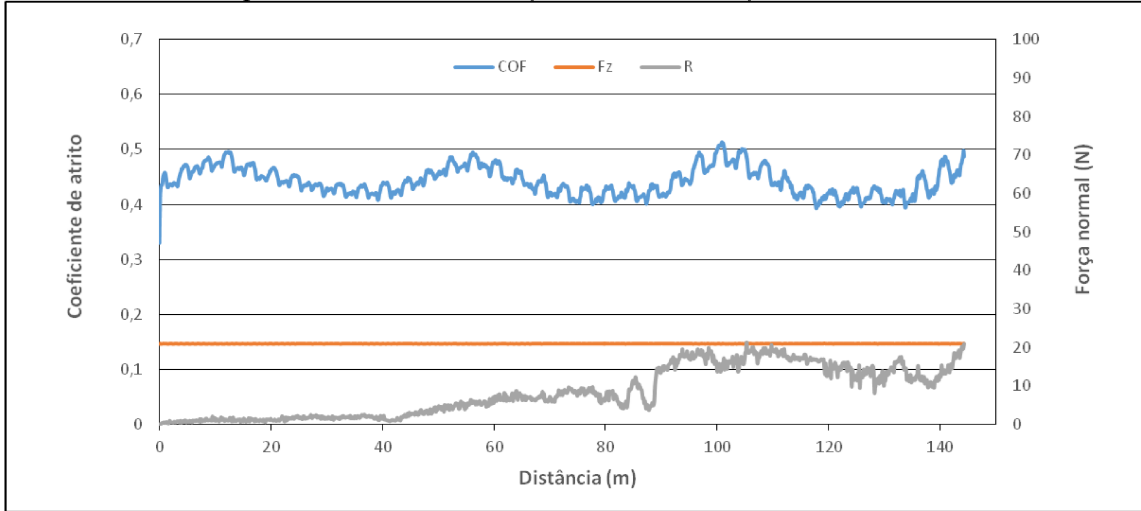
Fonte: Do autor, 2023

Figura 37 Contra corpo da amostra 2 pistas 1, 2 e 3 respectivamente



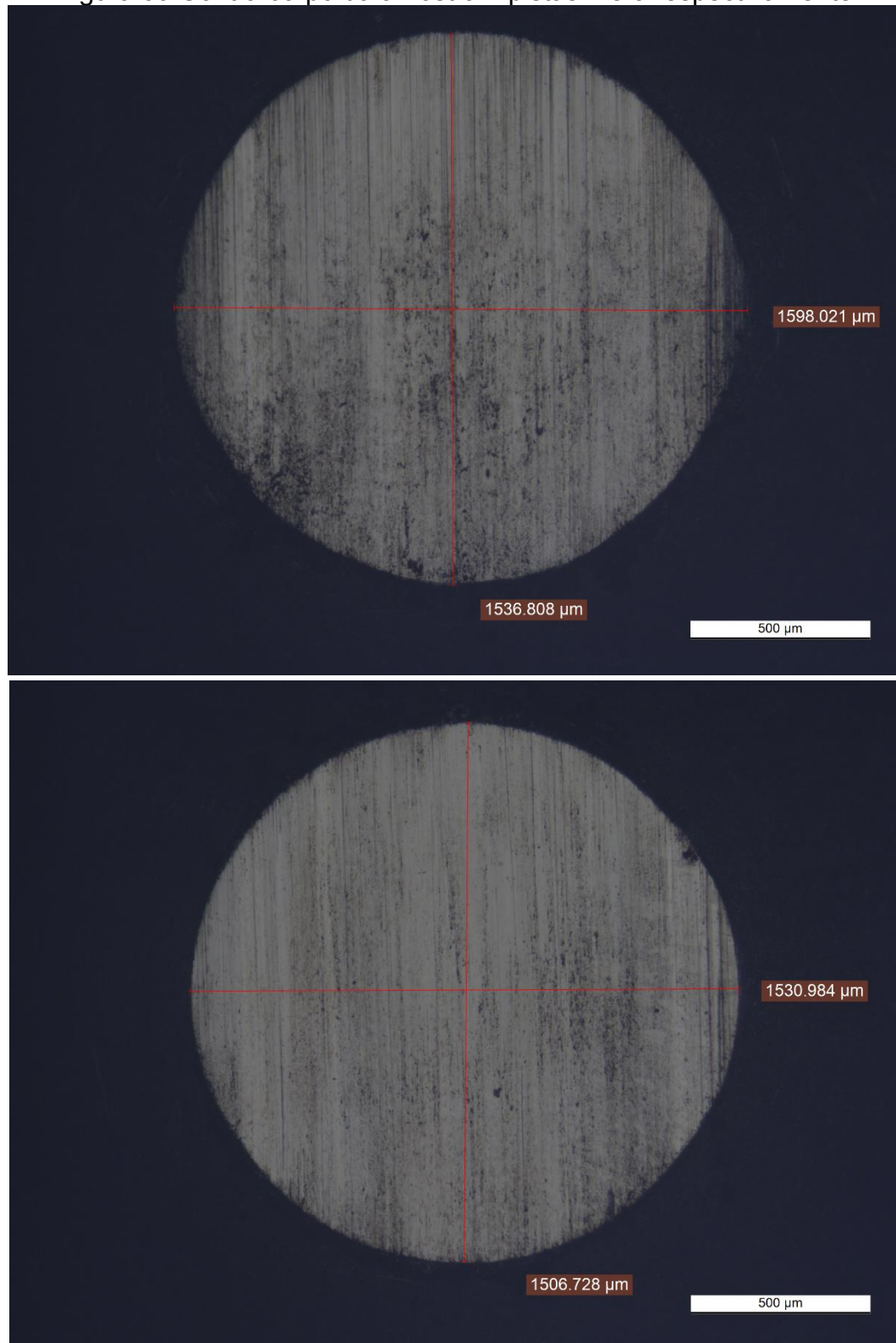
Fonte: Do autor, 2023

Figura 38 : Amostra 7 pistas 2 e 3 respectivamente



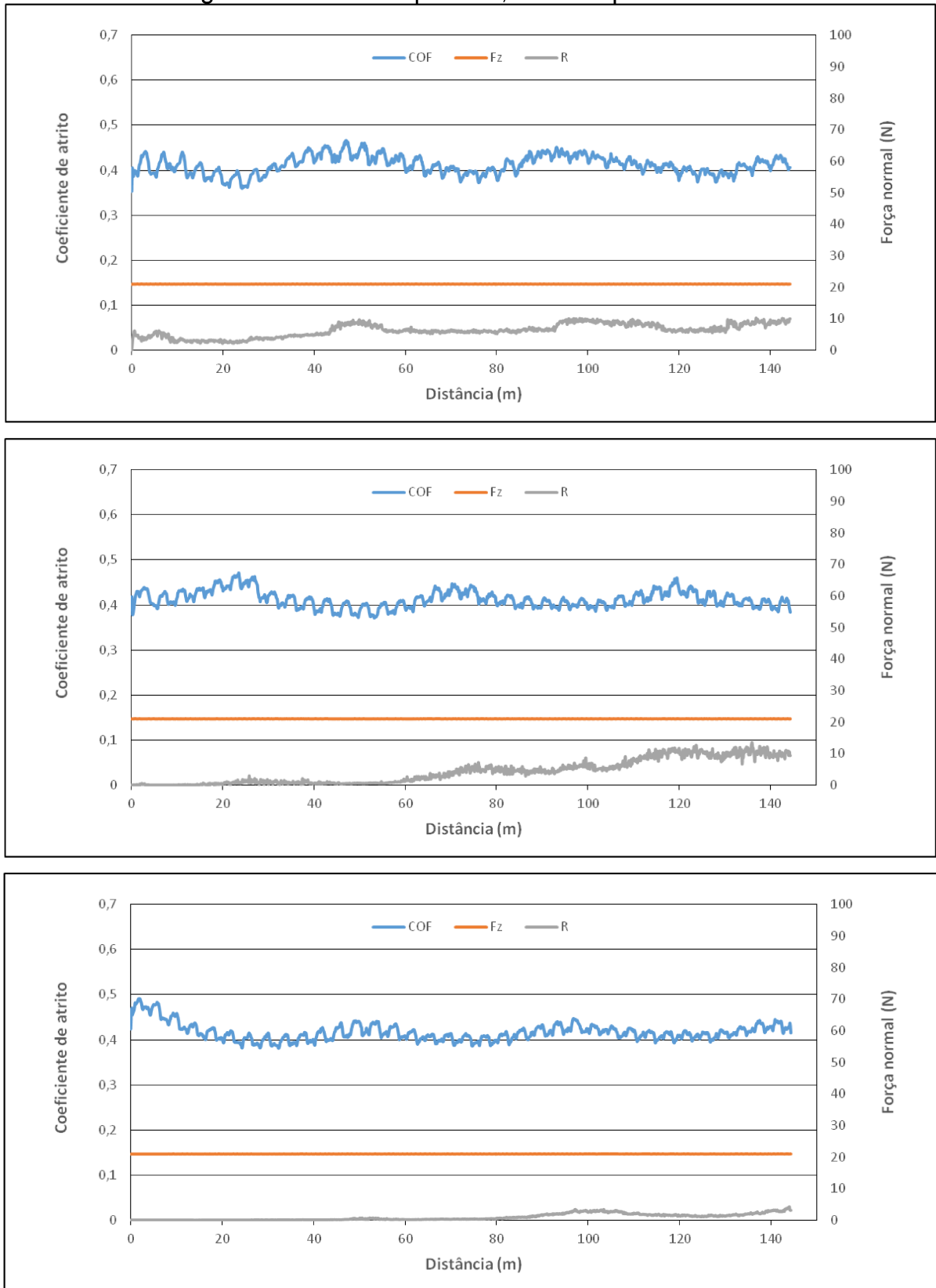
Fonte: Do autor, 2023

Figura 39 Contra corpo da amostra 7 pistas 2 e 3 respectivamente



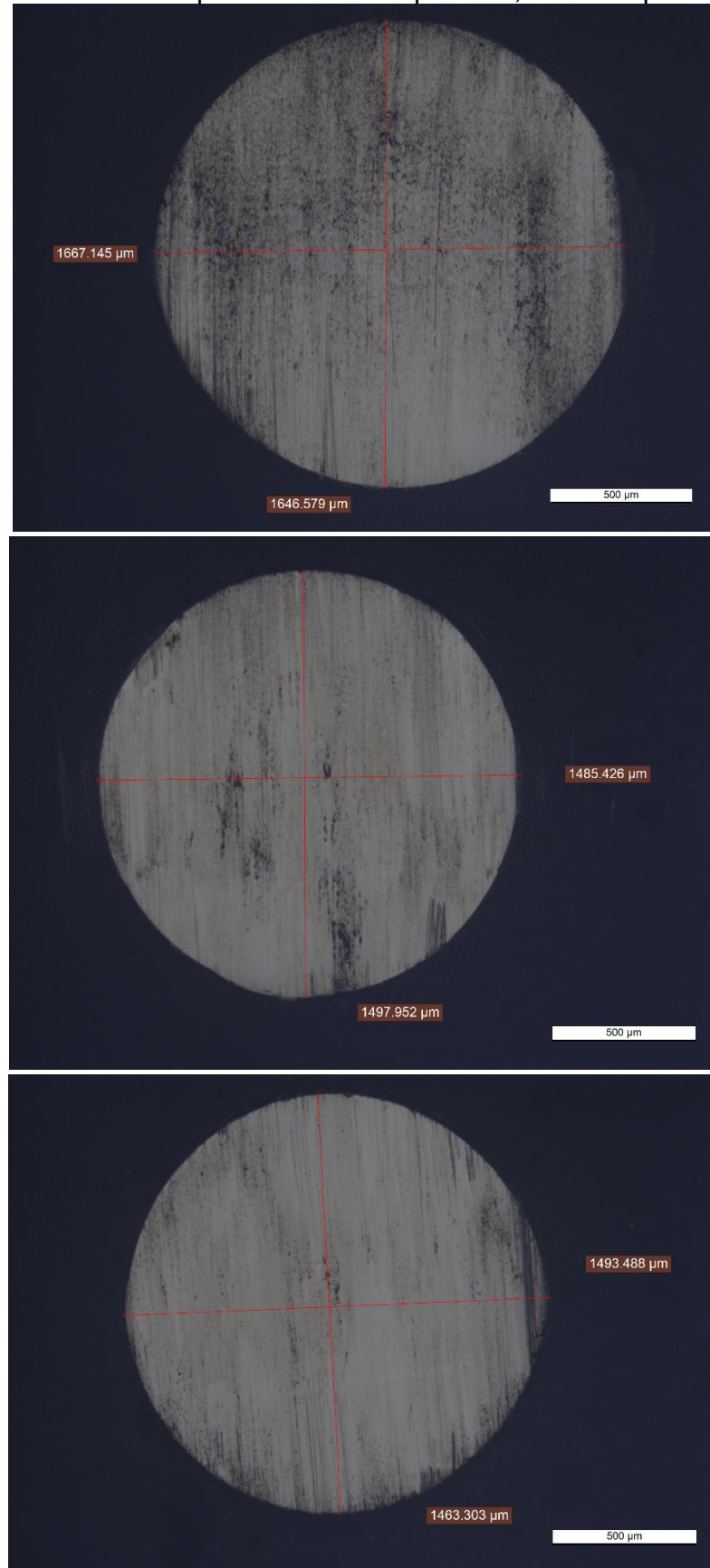
Fonte: Do autor, 2023

Figura 40 Amostra 9 pistas 1, 2 e 3 respectivamente



Fonte: Do autor, 2023

Figura 41 : Contra corpo da amostra 9 pistas 1, 2 e 3 respectivamente



Fonte: Do autor, 2023