



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

Lucas Pauli de Souza

**Avaliação do Desempenho Tribológico de Nanopartículas de Óxido de Zinco e Dissulfeto de Molibdênio como Aditivos Lubrificantes Impregnados em Aço Sinterizado**

Florianópolis  
2023

Lucas Pauli de Souza

**Avaliação do Desempenho Tribológico de Nanopartículas de Óxido de Zinco e Dissulfeto de Molibdênio como Aditivos Lubrificantes Impregnados em Aço Sinterizado**

Trabalho de Conclusão de Curso submetido ao curso de Graduação em Engenharia de Materiais do Centro Tecnológico da Universidade Federal de Santa Catarina como requisito parcial para a obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais.

Orientador: Leandro Lima Evangelista, Dr.  
Coorientador: Cristiano Binder, Prof. Dr.

Florianópolis

2023

Souza, Lucas Pauli de

Avaliação do Desempenho Tribológico de Nanopartículas de Óxido de Zinco e Dissulfeto de Molibdênio como Aditivos Lubrificantes Impregnados em Aço Sinterizado / Lucas Pauli de Souza ; orientador, Leandro Lima Evangelista, coorientador, Cristiano Binder, 2023.

70 p.

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

Inclui referências.

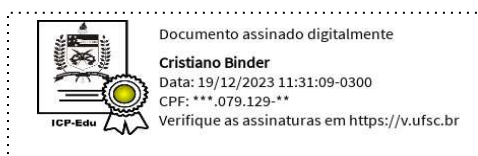
1. Engenharia de Materiais. 2. Tribologia. 3. Lubrificação sólida. 4. Impregnação a vácuo. I. Evangelista, Leandro Lima. II. Binder, Cristiano . III. Universidade Federal de Santa Catarina. Graduação em Engenharia de Materiais. IV. Título.

Lucas Pauli de Souza

**Avaliação do Desempenho Tribológico de Nanopartículas de Óxido de Zinco e Dissulfeto de Molibdênio como Aditivos Lubrificantes Impregnados em Aço Sinterizado**

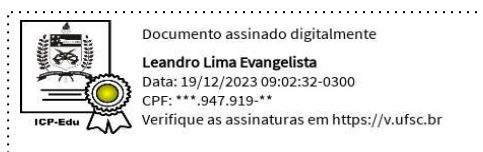
Este Trabalho de Conclusão de Curso foi julgado adequado para obtenção do título de Engenheiro de Materiais e aprovado em sua forma final pelo Curso de Graduação em Engenharia de Materiais

Florianópolis, 14 de dezembro de 2023.



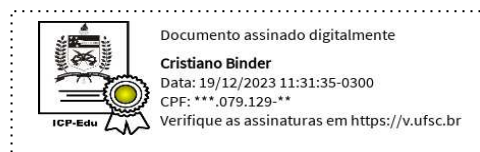
Coordenação do Curso

**Banca examinadora**



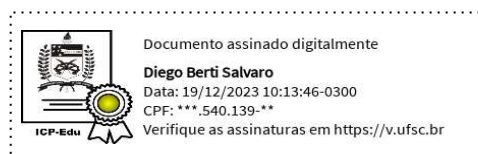
Dr. Leandro Lima Evangelista

Orientador



Prof. Dr. Cristiano Binder

Coorientador



Dr. Diego Berti Salvaro

Instituição Universidade Federal de Santa Catarina



Eng. Tainan Daniel Andrioni

Instituição Universidade Federal de Santa Catarina

Florianópolis, 2023.

Dedico este trabalho à minha família, meu amor maior.

## AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus pelo dom da vida e por sempre iluminar meu caminho.

Ao meu orientador, Dr. Leandro Lima Evangelista, pela confiança, pela oportunidade, por todas as contribuições e ensinamentos durante o desenvolvimento deste trabalho, fundamentais para meu progresso como profissional e pessoa.

Agradeço ao meu coorientador Prof. Dr. Cristiano Binder e ao Prof. Dr. Aloisio Nelmo Klein pela oportunidade de trabalhar no LabMat, bem como pela infraestrutura e suporte fornecidos. Exemplos de profissionais.

Ao Eng. Tainan Daniel Andrioni, por todo suporte prestado, pelos ensinamentos, disposição e por não medir esforços para que este trabalho fosse realizado.

Em especial, aos meus pais, Osni e Graça, por todo amor, suporte, orientação e incentivo que me proporcionaram ao longo da vida. Agradeço também por terem me ensinado os valores e lições que moldam o meu caráter e me guiam até hoje. Vocês são meu porto seguro e minha inspiração.

Ao meus Tios, Marquinhos e Ione, por exercerem o papel de ‘segundos pais’, sempre presentes me apoiando e incentivando com muito amor e carinho.

Aos meus irmãos, Dani, Marcos, Duda e Luana, por toda a parceria, apoio e por estarem sempre presentes independente da distância. Vocês são a definição da palavra ‘irmão’.

Ao meu tio Tião Marino, um exemplo de bondade e coração puro, que me inspira a ser uma pessoa melhor a cada dia.

Ao meu padrinho Júnior e minha madrinha Joice, por todo incentivo e suporte que me proporcionaram nesta caminhada acadêmica.

Aos meus primos e amigos de longa data, pelo apoio, parceria, risadas e pelos momentos e experiências vividas.

A todos os demais colegas de graduação e professores que contribuíram de alguma forma para realização deste trabalho.

*“Aprender é a única coisa de que a mente nunca se cansa, nunca tem medo e nunca se arrepende.”*

(Leonardo da Vinci)

*“Enquanto existir um coração infantil, o Vasco da Gama será imortal.”*

(Américo Oliveira Cachiço)

## RESUMO

A lubrificação sólida tem um papel importante na redução de perdas energéticas provenientes de contatos tribológicos, sendo bastante utilizada em casos onde a lubrificação fluida não apresenta as características técnicas necessárias. Além disso, a lubrificação sólida também se destaca por ser menos agressiva ao meio ambiente. Dentre os diversos modos de utilização da lubrificação sólida, um deles trata-se da técnica de impregnação à vácuo de lubrificantes sólidos em materiais porosos visando promover lubrificação a seco nos materiais. No Laboratório de Materiais (LabMat) da UFSC, estudos utilizando desta técnica vêm sendo desenvolvidos, tornando-se um processo bastante dominado no laboratório. Diante disso, o objetivo principal do trabalho foi analisar o desempenho tribológico de diferentes proporções de mistura dos lubrificantes MoS<sub>2</sub> e ZnO nanoestruturado obtidos via síntese por combustão em solução, impregnados em material poroso. Foram utilizadas 3 proporções diferentes de mistura, sendo 50/50 (MoS<sub>2</sub>/ZnO em massa), 75/25 e 100/0. A técnica de impregnação utilizada, assim como a matriz metálica das amostras, foi adaptada da referência de trabalhos anteriores produzidos no LabMat. Foram realizados ensaios tribológicos de carga variável e carga constante para obtenção de valores de durabilidade e taxa de desgaste. As pistas foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura, microscopia óptica e interferometria óptica. Os resultados mostraram redução na taxa de desgaste para todas as diferentes condições, quando comparadas com a referência, porém com aumento do coeficiente de atrito médio. Resultados também mostraram um comportamento do ZnO combinado com o MoS<sub>2</sub> atuando para diminuir a taxa de desgaste do contracorpo, especialmente na proporção 75/25. Estes resultados mostram um comportamento sinérgico do MoS<sub>2</sub> e ZnO, com bastante potencial para lubrificação sólida de componentes utilizando a mistura destes dois lubrificantes.

**Palavras-chave:** Tribologia; Desgaste; Lubrificantes sólidos; Impregnação à vácuo; Síntese por combustão em solução; Óxido de zinco; Dissulfeto de Molibdênio.



## ABSTRACT

Solid lubrication plays an important role in reducing energy losses from tribological contacts and is widely used in cases where fluid lubrication does not have the necessary technical characteristics. Solid lubrication also stands out for being less aggressive to the environment. Among the various ways of using solid lubrication, one is the technique of vacuum impregnating solid lubricants into porous materials in order to promote dry lubrication of the materials. At UFSC's Materials Laboratory (LabMat), studies using this technique have been carried out, and it has become a process that is well mastered in the laboratory. The main objective of this study was to analyze the tribological performance of different mixing ratios of MoS<sub>2</sub> and nanostructured ZnO lubricants obtained via solution combustion synthesis, impregnated in porous materials. Three different mixing ratios were used: 50/50 (MoS<sub>2</sub>/ZnO by mass), 75/25 and 100/0. The impregnation technique used, as well as the metal matrix of the samples, was adapted from previous work produced at LabMat. Tribological testes using variable load and constant load were carried out to obtain durability and wear rate values. The tracks were analyzed using scanning electron microscopy, optical microscopy and optical interferometry. The results showed a reduction in the wear rate for all the different conditions when compared to the reference, but with an increase in the average friction coefficient. Results also showed a behavior of ZnO combined with MoS<sub>2</sub> acting to decrease the wear rate of the counter body, especially in the 75/25 ratio. These results show a synergistic behavior of MoS<sub>2</sub> and ZnO, with plenty of potential for solid lubrication of components using a mixture of these two lubricants.

**Keywords:** Tribology; Wear; Solid lubricants; Vacuum impregnation; Solution combustion synthesis; Zinc oxide; Molybdenum disulfide.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Representação da rota de processamento tradicional da metalurgia do pó.....	17
Figura 2 – Estágios da sinterização: (a) pó solto; (b) estágio inicial; (c) estágio intermediário; (d) estágio final.....	18
Figura 3 – Representação da influência da pressão de compactação no tamanho e geometria dos poros.....	19
Figura 4 - Esquema de um tribossistema.....	21
Figura 5 – Comportamento tribológico das amostras de Fe + 9% MoS <sub>2</sub> de acordo com a temperatura de sinterização.....	27
Figura 6 – Durabilidade das amostras de Fe + 9% MoS <sub>2</sub> de acordo com a temperatura de sinterização.....	27
Figura 7 – Durabilidade dos compósitos contendo diferentes elementos de liga sinterizados em diferentes temperaturas.....	28
Figura 8 – Coeficiente de atrito e desgaste dos compósitos contendo diferentes elementos de liga sinterizados em diferentes temperaturas.....	28
Figura 9 - Evolução do coeficiente de atrito durante os testes de durabilidade (a) e o valor de durabilidade (b) das amostras impregnadas com grafite com D50 = 1,10, 6,07 e 21,54 μm...	29
Figura 10 - Taxa de desgaste das amostras impregnadas com grafite com D50 = 1,10, 6,07 e 21,54 μm.....	29
Figura 11 – Representação esquemática do grafite sendo retirado dos estoques: (a) grafite 1,10 μm em carga constante; (b) grafite 6,07 e 21,54 μm em carga constante e (c) incremental ...	30
Figura 12 - Estrutura cristalina do MoS <sub>2</sub> .....	31
Figura 13 - Estrutura cristalina do tipo wurtzita do ZnO, Zn em amarelo, O em cinza.....	32
Figura 14 - Esquema do ciclo de impregnação.....	36
Figura 15 - Imagens do corte transversal de amostra porosa após 1 ciclo de impregnação.....	37
Figura 16 - Imagens dos poros impregnados após 4 (a) e 8 (b) ciclos de impregnação e suas correspondentes curvas dos testes de durabilidade (c) e (d).....	38
Figura 17 – Diagrama do ciclo térmico da sinterização.....	40
Figura 18 – Esquema da síntese por combustão em solução do óxido de zinco.....	41
Figura 19 - Configuração utilizada nos ensaios tribológicos.....	44
Figura 20 - (a) Desgaste do contracorpo após ensaio; (b) Aproximação do desgaste para um círculo; (c) Volume desgastado.....	45
Figura 21 - Pista de desgaste típica após ensaios de carga constante.....	45

Figura 22 -Aquisição da área desgastada a partir do perfil médio da superfície.....	46
Figura 23 - Microestrutura das amostras sinterizadas (Astaloy CRL + 0,6%C).....	47
Figura 24 – Microscopia via MEV das nanopartículas de ZnO obtidas via síntese por combustão em solução, (a) com ampliação de 15kx e (b) 75kx. ....	48
Figura 25 – Microscopia via MEV das partículas de MoS <sub>2</sub> .....	49
Figura 26 – Mistura dos lubrificantes sólidos da condição de 75%MoS <sub>2</sub> e 25%ZnO .....	49
Figura 27 – Comparativo das curvas típicas de coeficiente de atrito das diferentes condições no teste de durabilidade .....	50
Figura 28 – Valores de durabilidade obtidos para as diferentes condições testadas. ....	51
Figura 29 – Resultados típicos obtidos do ensaio de desgaste das condições (a) 50/50, (b) 75/25 e (c) 100/0.....	52
Figura 30 – Valores de coeficiente de atrito médio obtido para as diferentes condições.....	53
Figura 31 – Resultados de taxa de desgaste do corpo das diferentes condições analisadas. ....	54
Figura 32 - Taxa de desgaste do contracorpo das diferentes condições.....	54
Figura 33 – Pistas do teste de desgaste logo após ensaio (a) e após limpeza (b). ....	56
Figura 34 – Mapas elementares da composição química da tribocamada.....	56
Figura 35 – Composição química pontuais das pistas de desgaste da condição (a) 50/50, (b) 75/25 e (c) 100/0.....	57
Figura 36 – Comparação da superfície das tribocamadas formadas das condições: (a) 50/50 (b) 75/25 e (c) 100/0.....	58
Figura 37 – Mapas elementares obtidos das pistas de desgaste das diferentes condições .....	59
Figura 38 – Resultado do teste de resistência ao desgaste referentes ao (a) <i>outlier</i> e (b) resultado típico da condição 50/50.....	60
Figura 39 – Pistas de desgaste referentes ao (a) <i>outlier</i> e (b) resultado típico da condição 50/50. ....	60
Figura 40 – Mapas elementares das pistas referentes ao (a) <i>outlier</i> e (b) resultado típico da condição 50/50.....	61
Figura 41 – Comparação das superfícies desgastadas dos contracorpos da condição (a) 50/50; (b) 75/25; (c) 100/0 após testes de desgaste. ....	62
Figura 42 – Composição química pontuais do desgaste do contracorpo.....	63

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Fatores que influenciam no comportamento do atrito.....	24
Tabela 2 - Valores de coeficientes de atrito de diferentes lubrificantes sólidos.....	25
Tabela 3 - Características dos materiais utilizados na reação .....	40

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

$\mu$	Coefficiente de atrito
COF	Coefficiente de atrito
CVD	Deposição química de vapor
DLC	Diamond like carbon
EDS	Energia dispersiva de raios-x
EJ	Exajoule (10 <sup>18</sup> joules)
F	Força de atrito
F <sub>d</sub>	Coefficiente de atrito dinâmico
F <sub>e</sub>	Coefficiente de atrito estático
LABMAT	Laboratório de Materiais
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
N	Força normal
P <sub>atm</sub>	Pressão atmosférica
P <sub>c</sub>	Pressão capilar
P <sub>gl</sub>	Pressão no interior dos poros
PIB	Produto Interno Bruto
P <sub>l</sub>	Pressão do líquido
PVD	Deposição física de vapor
SCS	Síntese por Combustão em Solução
UFSC	Universidade Federal de Santa Catarina
V <sub>d</sub>	Volume desgastado

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b> .....	<b>14</b>
1.1	OBJETIVOS .....	16
<b>2</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	<b>17</b>
2.1	ROTA TRADICIONAL DE PRODUÇÃO VIA METALURGIA DO PÓ.....	17
2.2	TRIBOLOGIA .....	20
2.2.1	<b>Lubrificação sólida</b> .....	<b>22</b>
2.2.2	<b>Atrito e desgaste em regime de lubrificação a seco</b> .....	<b>23</b>
2.3	DISSULFETO DE MOLIBDÊNIO .....	30
2.4	ÓXIDO DE ZINCO .....	32
2.4.1	<b>Síntese por combustão em solução</b> .....	<b>33</b>
2.5	IMPREGNAÇÃO A VÁCUO DE MATERIAIS POROSOS .....	34
<b>3</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	<b>39</b>
3.1	PRODUÇÃO DE AMOSTRAS POROSAS .....	39
3.2	OBTENÇÃO DO ÓXIDO DE ZINCO VIA SCS .....	40
3.3	IMPREGNAÇÃO A VÁCUO DAS AMOSTRAS POROSAS .....	41
3.4	CARACTERIZAÇÕES .....	42
3.4.1	<b>Metalografia e microscopia óptica</b> .....	<b>42</b>
3.4.2	<b>Ensaio de dureza</b> .....	<b>42</b>
3.4.3	<b>Ensaio tribológicos</b> .....	<b>43</b>
3.4.3.1	<i>Ensaio de carga variável</i> .....	43
3.4.3.2	<i>Ensaio de carga constante</i> .....	44
3.4.4	<b>Interferometria óptica de luz branca</b> .....	<b>45</b>
3.4.5	<b>Microscopia eletrônica de varredura</b> .....	<b>46</b>
<b>4</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÕES</b> .....	<b>47</b>
4.1	MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES MECÂNICAS DAS AMOSTRAS SINTERIZADAS .....	47
4.2	LUBRIFICANTES SÓLIDOS.....	48
4.3	RESULTADOS TRIBOLÓGICOS .....	50
4.3.1	<b>Durabilidade e taxa de desgaste</b> .....	<b>50</b>
4.3.2	<b>Caracterização das marcas de desgaste</b> .....	<b>55</b>
<b>5</b>	<b>CONCLUSÃO</b> .....	<b>64</b>
<b>6</b>	<b>SUGESTÃO DE TRABALHOS FUTUROS</b> .....	<b>65</b>
<b>7</b>	<b>REFERÊNCIAS</b> .....	<b>66</b>

## 1 INTRODUÇÃO

Em 1966, o termo tribologia foi utilizado por Jost (1966) pela primeira vez, no estudo apresentado no comitê britânico sobre os impactos econômicos utilizando dos conhecimentos da tribologia. Segundo seu levantamento, cerca de 515 milhões de libras (1% do PIB britânico na época) poderiam ser economizados se os princípios tribológicos conhecidos fossem aplicados na indústria (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017). Atualmente, estima-se que 23% (119 Exajoules - EJ) da energia global consumida é originada de contatos tribológicos, sendo 20% (103 EJ) utilizado para vencer o atrito e 3% (16 EJ) para fabricar peças e componentes de reposição devido ao desgaste (HOLMBERG; ERDEMIR, 2017). Além disso, o aspecto ambiental também é importante de analisar a respeito de perdas por atrito. Estima-se que 15% da emissão de CO<sub>2</sub> dos automóveis é devido ao atrito (SINATORA, 2005).

Com intuito de diminuir o atrito e desgaste dos pares tribológicos, utilizam-se lubrificantes para que o contato entre as asperidades das superfícies seja evitado. Em grande parte das aplicações, os lubrificantes fluidos são empregados, pois além de atuarem diminuindo o contato entre as superfícies, também fornecem amortecimento e arrefecimento ao sistema. No entanto, quando as condições em que são empregados tornam-se severas, como temperaturas muito elevadas ou muito baixas, pressão de contato extremas, ambiente em vácuo, ambientes limpos e sem contaminação (indústria de alimentos e farmacêutica) os lubrificantes sólidos se tornam a melhor opção (DE MELLO et al., 2017). Além disso, os lubrificantes sólidos acabam sendo mais atrativos do ponto de vista ambiental e sustentável, visto que os lubrificantes fluidos apresentam aditivos muitas vezes tóxicos ou poluentes (GIACOMELLI, 2020).

O dissulfeto de molibdênio (MoS<sub>2</sub>) é um dos lubrificantes mais utilizados e documentados na literatura. Devido suas estruturas lamelares, apresentam elevada lubricidade e baixo coeficiente de atrito (LANSDOWN, 1999). Alguns estudos utilizando MoS<sub>2</sub> como lubrificante sólido foram desenvolvidos no Laboratório de Materiais (LABMAT) no Departamento de Engenharia Mecânica da UFSC. A autora Furlan (2016) desenvolveu um compósito autolubrificante de matriz ferrosa contendo MoS<sub>2</sub> como fase lubrificante majoritária, onde foi observado que com utilização de maior tamanho de partícula de MoS<sub>2</sub> melhor era o desempenho tribológico do compósito.

Outro material que vem sendo estudado nos últimos tempos como lubrificante sólido trata-se do óxido de zinco (ZnO). Trabalhos realizados identificaram que é possível obter melhora nas propriedades tribológicas e mecânicas de compósitos. Essa, Zhang e Huang (2017) e Essa *et al.* (2017a) investigaram os efeitos da utilização de lubrificantes sólidos híbridos e

adaptáveis a temperatura de  $WS_2$ ,  $MoS_2$  e  $ZnO$  no atrito de deslizamento e desgaste de compósitos de matriz de aço M50. Foi comprovado que  $ZnO/WS_2$  e  $ZnO/MoS_2$  são candidatos eficazes à lubrificação em elevadas temperaturas, atingindo valores de atrito de 0,19 e 0,17, respectivamente, em comparação com valores de atrito de 0,33 do aço M50, em mesmas condições. Essa *et al.* (2017b) complementou os estudos analisando o desempenho do compósito de matriz de aço M50 com  $ZnO$  como lubrificante sólido em diferentes proporções (5, 10, 15, 20 e 25 % em massa). Como resultado, os menores coeficientes de atrito e taxa de desgaste foram obtidos na proporção de 20% em massa. Há uma diminuição do coeficiente de atrito e taxa de desgaste adicionando nas proporções anteriores até o limite de 20% em massa, porém com proporção de 25 % em massa de  $ZnO$  ocorre aumento bastante elevado na taxa de desgaste e coeficiente de atrito.

Para utilização dos lubrificantes sólidos, existem diversos métodos de deposição das partículas sobre a superfície do material, assim como os compósitos autolubrificantes que apresentam partículas de lubrificante em todo o volume. Um dos métodos de deposição de lubrificantes sólidos na superfície do material é a impregnação à vácuo. Alguns trabalhos dentro do laboratório já foram desenvolvidos utilizando esta técnica. O autor Rivera (2020) estudou o efeito das características dos poros e das partículas de lubrificantes sólidos no comportamento tribológico de aço sinterizado impregnado com grafite. Foi identificado a relação dos tamanhos de poros com o tamanho de partículas, onde para menores tamanho de partículas melhor a impregnação do lubrificante dentro dos poros, assim como maior a durabilidade no teste incremental de força, pois o menor tamanho faz com que as partículas fiquem dentro dos poros sem que sejam expelidas no teste devido ao carregamento, fornecendo lubrificação por maior período de tempo. Nesse contexto de impregnação de partículas de lubrificantes em material poroso que se insere o presente trabalho. O estudo de Rivera serviu como motivação e base para o desenvolvimento deste, sendo referência para comparação de alguns resultados obtidos.

A adição dos lubrificantes sólidos de  $MoS_2$  e  $ZnO$  pode fornecer lubrificação sólida eficiente, reduzindo atrito e desgaste entre superfícies de contato, como referenciado anteriormente. Sendo assim, propõe-se neste trabalho a impregnação da mistura dos lubrificantes sólidos  $MoS_2$  e  $ZnO$  em material poroso, buscando avaliar o desempenho tribológico de diferentes proporções da mistura dos lubrificantes neste método de deposição. O material poroso foi produzido via metalurgia do pó no LABMAT, bem como o  $ZnO$  que foi pela síntese por combustão em solução, processo bem desenvolvido no laboratório para obtenção de nanopartículas de  $ZnO$ . Após desenvolvimento dos testes, buscou-se identificar



uma mistura que apresente melhores resultados tribológicos nos testes de durabilidade e taxa de desgaste.

## 1.1 OBJETIVOS

O presente trabalho tem como objetivo geral analisar o desempenho tribológico de diferentes proporções de mistura dos lubrificantes MoS<sub>2</sub> e ZnO nanoestruturado obtidos via síntese por combustão em solução, impregnados em aço sinterizado. Desta forma, os objetivos específicos deste trabalho são:

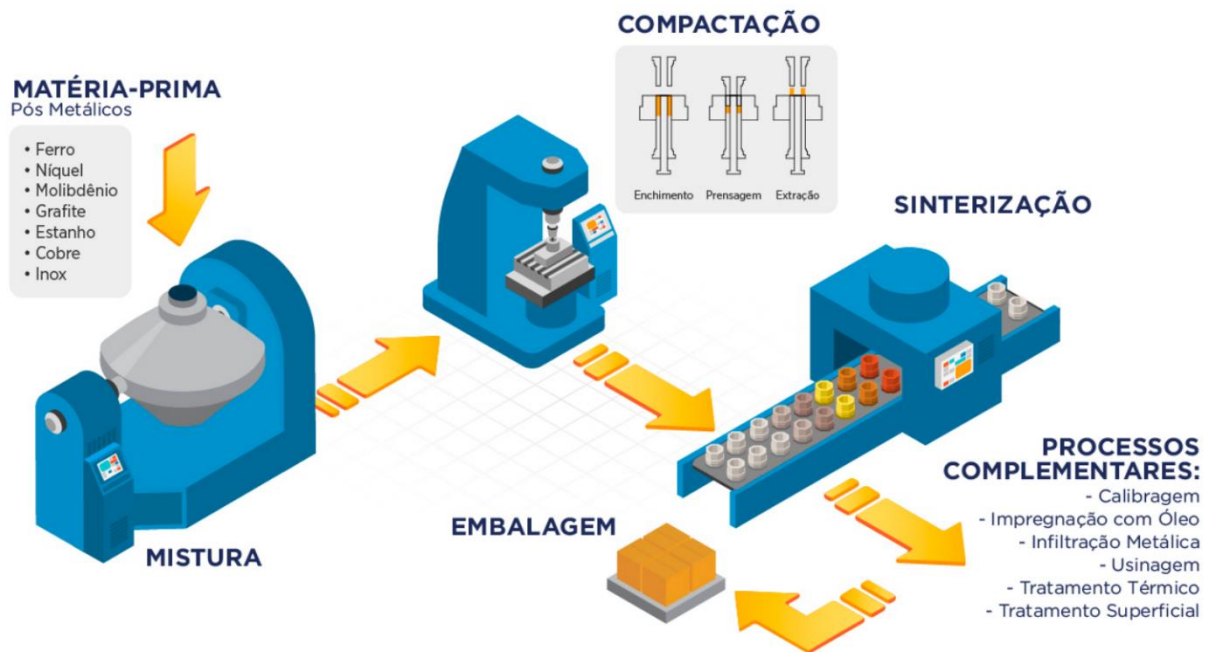
- Reproduzir amostras de aço sinterizado similares as que foram desenvolvidas por Rivera (2020) e comparar as respectivas propriedades obtidas.
- Avaliar o atrito, durabilidade e taxa de desgaste das diferentes proporções dos lubrificantes sólidos impregnados.
- Comparar o desempenho tribológico obtido com a mistura de lubrificantes MoS<sub>2</sub> e ZnO com os resultados obtidos por Rivera (2020) utilizando grafite.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 ROTA TRADICIONAL DE PRODUÇÃO VIA METALURGIA DO PÓ

A metalurgia do pó é definida como um processo em que um metal, uma liga metálica em forma de pó, apresentando normalmente diâmetro menor que 150  $\mu\text{m}$ , são transformados em um componente de engenharia que apresenta propriedades e geometria específica para uma determinada aplicação. Tradicionalmente, o processo da metalurgia do pó ocorre em quatro etapas básicas, sendo elas: produção de pós, mistura de pós e aditivos, compactação/moldagem e sinterização (THÜMMLER; OBERACKER, 1993). A Figura 1 apresenta uma simplificação da rota de processamento tradicional de metalurgia do pó.

Figura 1 – Representação da rota de processamento tradicional da metalurgia do pó.



Fonte: (BS POWDER METALLURGY, 2023).

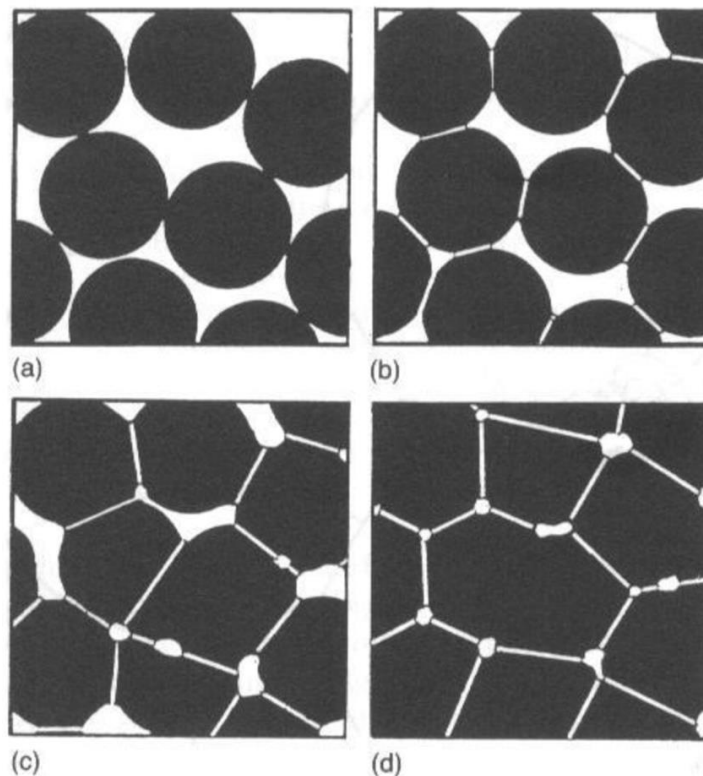
A produção de pós inicia com a obtenção do material no estado sólido e transformado em pó, através de processos mecânicos, químicos e termoquímicos, físicos ou eletrolíticos, podendo haver também a combinação desses métodos. Pós metálicos são usualmente obtidos pelo processo de atomização, no qual o metal fundido é vazado e atingido por jatos de água ou gás em altas velocidades, separando o fluxo do metal líquido em diversas gotas pequenas, que se solidificam e formam o pó. (THÜMMLER; OBERACKER, 1993).

A mistura dos pós busca promover uma distribuição homogênea das diferentes partículas da liga, para que não apresente grandes variações na microestrutura do material formado.

A etapa de compactação, processo de moldagem mais tradicional da metalurgia do pó, é responsável por dar forma à peça a ser fabricada. Durante o processo, ocorre a densificação mecânica dos pós dentro de um molde rígido com aplicação de elevadas pressões. Através da pressão de compactação, as partículas sofrem rearranjo e deformação plástica e certa soldagem fria entre as superfícies, conferindo à peça compactada certa resistência (resistência a verde) suficiente para manuseio nas próximas etapas (GERMAN, 2005).

Na sinterização, o pó metálico compactado é transformado em um sólido coerente em temperaturas inferiores ao de seu ponto de fusão, estabelecendo microestrutura e propriedades mecânicas à peça. A força motora para a ocorrência da sinterização é a diminuição da energia livre superficial das partículas, que ocorre por meio do desaparecimento da interface material/poro, sendo substituído pela interface material/material, com eliminação da porosidade e densificação do material. A Figura 2 representa a densificação que ocorre no material durante a sinterização.

Figura 2 – Estágios da sinterização: (a) pó solto; (b) estágio inicial; (c) estágio intermediário; (d) estágio final.



Fonte: (LEE & REINFORTH, 1994).

No estágio inicial, ocorre o início da formação do pescoço no local onde há interação de contato entre as partículas. Neste estágio o material apresenta baixa densidade relativa. No estágio intermediário, ocorre crescimento do pescoço e diminuição da área de superfície dos poros. As partículas se aproximam entre si, acarretando em uma retração do corpo verde, formando também os contornos de grão. O material apresenta entre 75 a 95% de densidade relativa neste estágio. No estágio final, os poros encontram-se praticamente fechados e isolados nos contornos de grão. Neste estágio ocorre o crescimento de grão, com o material apresentando densidade relativa >95%. Sendo assim, temperatura e tempo de sinterização influenciam no tamanho e geometria final dos poros (HÖGANAS, 2013; GERMAN, 2005).

A pressão de compactação também exerce grande papel na densificação dos materiais produzidos via metalurgia do pó. É dependente do método de compactação utilizado, da forma, tamanho e propriedades mecânicas do pó, assim como o lubrificante utilizado no processo de compactação (POQUILLON et al., 2002). Como ilustra a Figura 3, a pressão de compactação também influencia no tamanho e geometria dos poros. Menores pressões de compactação tendem a resultar em maior porosidade, com os poros sendo interconectados. Para maiores pressões, poros tendem a se tornarem isolados, menores e de geometria regular (GERMAN, 2005).

Figura 3 – Representação da influência da pressão de compactação no tamanho e geometria dos poros.



Fonte: adaptado de (RIVERA, 2020)

Materiais com elevada porosidade apresentam menor resistência mecânica comparados com materiais totalmente densos. Contudo, a porosidade permite o armazenamento de lubrificantes que podem ser liberados durante o deslizamento do material, contribuindo para formação de novas tribocamadas à medida em que ocorre o desgaste do mesmo (DE MELLO et al., 2001).

O processamento de materiais via metalurgia do pó apresenta algumas vantagens (ASM INTERNATIONAL HANDBOOK COMMITTEE, 1998):

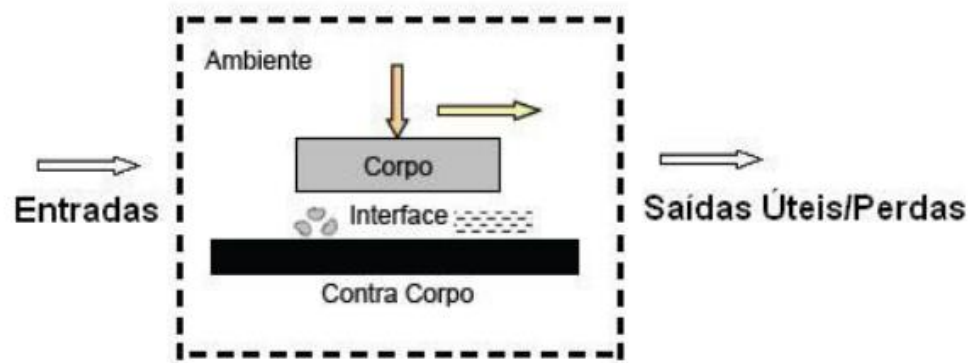
- Perda mínima de matéria-prima;
- Fácil controle da composição química do material;
- Obtenção de componentes acabados com tolerâncias dimensionais estreitas;
- Versatilidade do processo, capaz de produzir diferentes peças, alterando apenas o ferramental de compactação;
- Processo produtivo de fácil automação;
- Processo mais econômico para produção em série.

## 2.2 TRIBOLOGIA

A palavra tribologia provém do grego, no qual “*tribos*” significa atrito, e “*logos*” que significa estudo. Segundo Jost (1990) a tribologia pode ser definida como ‘o ramo da ciência e tecnologia que lida com a interação de superfícies em movimento relativo e das práticas e assuntos associados’, englobando o estudo do atrito, desgaste e lubrificação. Os processos para o entendimento da interação de superfícies são bastante complexos, sendo necessário conhecimento multidisciplinar em ciência dos materiais, mecânica, física e química (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017).

A tribologia é conhecida por ser uma ciência sistêmica, onde mínimas variações nas condições do sistema podem implicar em um resultado completamente distinto. O sistema tribológico ou tribossistema consiste de todos os elementos que afetam o comportamento tribológico, como o atrito e o desgaste. É formado por quatro elementos principais: corpo, contra corpo, elemento interfacial (lubrificantes ou partículas de impurezas) e o ambiente. Sendo assim, as propriedades tribológicas não são intrínsecas do material, mas sim do tribossistema (CZICHOS, 1978). A Figura 4 demonstra esquematicamente um tribossistema.

Figura 4 - Esquema de um tribossistema



Fonte: Adaptado de (MAIER, 2016)

É de extrema importância haver a definição completa dos elementos do tribossistema para o estudo tribológico, conhecendo as propriedades mecânicas e físico-químicas dos materiais do corpo, contra corpo e interface, além de características macro e microgeométricas de suas respectivas superfícies. Do mesmo modo, os parâmetros de carregamento e velocidade de deslizamento apresentam grande influência no desempenho tribológico dos materiais (VALE, 2014).

A tribologia exerce papel importante no mundo de hoje devido a grande quantidade de energia que é perdida por contatos tribológicos. Como já comentado, estima-se que 23% do consumo total global de energia se origina de contatos tribológicos. Com o desenvolvimento de novos materiais, técnicas de tratamentos superficiais e novas tecnologias de lubrificação visando diminuição do atrito e desgaste em veículos, maquinários e outros equipamentos mundialmente utilizados, estima-se que poderia haver uma redução de 40% no consumo global da energia perdida por contatos tribológicos em um prazo de 15 anos. Isso corresponde a uma economia de 1,4% do PIB anual e 8,7% da energia total consumida. Além disso, estas reduções estão ligadas diretamente com a diminuição de emissão de CO<sub>2</sub> na atmosfera produzidas em massa pelos veículos automotores (HOLMBERG; ERDEMIR, 2017). Portanto, a tribologia torna-se extremamente importante para abordar algumas questões mundiais relacionadas com eficiência energética e suas eventuais implicações econômicas e sociais do uso de energia. Portanto, é seu papel buscar formas de minimizar o atrito e desgaste através de novas tecnologias, buscando um mundo mais sustentável.

### 2.2.1 Lubrificação sólida

Um lubrificante sólido é definido como qualquer material utilizado como um filme fino ou pó sobre uma superfície para promover a proteção contra danos durante o movimento relativo, reduzindo o atrito e o desgaste (MIYOSHI, 1996).

Como mencionado previamente, o emprego dos lubrificantes sólidos ocorre quando as características dos lubrificantes líquidos não atendem às condições severas de aplicação, como elevadas temperaturas, temperaturas criogênicas, vácuo, entre outras condições (DE MELLO et al., 2017).

Os lubrificantes sólidos podem ser utilizados de duas maneiras gerais: dispersos por todo volume do material ou presentes apenas na superfície de interesse. No primeiro grupo estão os compósitos autolubrificantes e materiais porosos impregnados. O primeiro apresenta lubrificantes sólidos dispersos em toda a matriz do material. Já os materiais porosos impregnados apresentam lubrificantes nos poros superficiais, sendo bastante influenciados pela penetração do lubrificante nos poros e seus respectivos tamanhos. Ambos apresentam como vantagem o fornecimento de novos estoques de lubrificantes à medida que o material se desgasta. Contudo, por possuírem estoques de lubrificantes ou vazios em sua matriz, propriedades como a resistência mecânica do material são reduzidas.

No outro grupo, com lubrificantes sólidos presentes apenas na superfície de interesse tem-se de exemplos: os filmes DLC (*diamond like carbon*), caracterizados por serem filmes finos à base de carbono com estrutura similar à do diamante; sólidos lamelares na forma de pós ou nanopartículas depositadas na superfície de interesse a fim de formar tribocamadas lubrificantes (GIACOMELLI, 2020).

Outros métodos de deposição de lubrificantes na superfície também são utilizados como deposição por aerossol, deposição física a vapor (PVD), deposição química a vapor (CVD) ou técnicas a plasma (RIVERA, 2020).

Materiais como grafite, grafeno, bissulfeto de molibdênio ( $\text{MoS}_2$ ), nitreto de boro hexagonal e ácido bórico são comumente utilizados como lubrificantes sólidos por apresentarem estrutura lamelar que possibilita o deslizamento de planos cristalinos quando submetidos a esforços cisalhantes, garantindo propriedades de lubrificidade (DE MELLO et al., 2017; ERDEMIR, 2001).

### 2.2.2 Atrito e desgaste em regime de lubrificação a seco

Atrito é a força que se opõe ao movimento relativo entre dois corpos em contato. É tangencial à interface e oposta a direção do movimento. Geralmente, a magnitude da força de atrito é descrita em termos do coeficiente de atrito ( $\mu$ ), sendo a razão entre a força de atrito ( $F$ ), e a força normal que pressiona os dois corpos ( $N$ ) (BAYER, 2004).

$$\mu = \frac{F}{N} \quad (1)$$

Dois tipos de coeficiente de atrito podem ser caracterizados: o coeficiente de atrito estático ( $F_e$ ) e o coeficiente de atrito dinâmico ( $F_d$ ). O primeiro está relacionado com a força necessária para iniciar o movimento relativo das superfícies, e o segundo, com a força necessária para manter o movimento relativo das superfícies (BLAU, 2001).

O contato entre duas superfícies planas ocorre apenas em pontos discretos, devido à rugosidade de suas superfícies. O somatório dos pontos de contato constitui a denominada área de contato real. No contato destas asperezas, há como resultado o contato adesivo causado por interações interatômicas, formando ligações de força moderada, unificando os dois corpos. Para que ocorra movimento relativo entre os corpos, é necessário haver a quebra das ligações. Com a quebra das ligações, são geradas excitações locais que dissipam pelo material em forma de ondas mecânicas, gerando calor. Portanto, o atrito é atribuído a dois principais mecanismos: adesão (junção formada por essas interações interatômicas) e deformação (cisalhamento das asperezas das superfícies). Sendo assim, a área de contato real tem influência no atrito, onde para menores valores de área real, as forças adesivas acabam sendo pequenas, ocasionando geralmente menores valores de coeficiente de atrito e menor desgaste (VALE, 2014; HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017; ANSELMO, 2023).

O atrito não é uma propriedade intrínseca do material, e sim, uma resposta do sistema a qual está inserido. Desta forma, diversos fatores podem afetar o comportamento do atrito, os quais estão destacados na Tabela 1. Quando o número de fatores que influenciam no atrito é grande, torna-se necessário identificar o conjunto de variáveis chave aplicáveis a cada caso particular, a fim de selecionar os métodos de teste ideais para aplicação (BLAU, 2001).



Tabela 1 - Fatores que influenciam no comportamento do atrito

<b>Categoria</b>	<b>Fator</b>
Geometria de contato	Conformidade dos componentes (acoplamento de formas em macroescala)
	Rugosidade da superfície (características em microescala - formas das asperidades, distribuição de tamanho)
	Ondulação da superfície
	Configuração da superfície (direcionalidade) em relação ao movimento relativo
Propriedades de fluidos e fluxo	Regime de lubrificação (limite, misto, hidrodinâmico, elastohidrodinâmico - espessura do filme e pressão)
	Características de viscosidade do fluido, uma vez que afeta o fluxo newtoniano ou não newtoniano
	Efeitos de temperatura e pressão na viscosidade Efeitos da pseudoplasticidade na viscosidade de filmes ultrafinos
Química do lubrificante	Formação de películas que alteram o atrito
	Estabilidade de modificadores de atrito ao longo do tempo
	Oxidação e acidificação de lubrificantes
Movimento relativo	Movimento unidirecional ou alternativo
	Constância do movimento (acelerações, pausas)
	Magnitude da velocidade de superfície relativa
Forças aplicadas	Magnitude da força normal (pressão de contato)
	Constância das forças aplicadas
Terceiros corpos	Características das partículas arrastadas no lubrificante
	Características dos conjuntos de partículas contidos na interface (por exemplo, partículas de desgaste, contaminantes externos, camadas de pó lubrificante)
Temperatura	Efeitos térmicos nas propriedades dos materiais (instabilidades termoelásticas)
	Efeitos térmicos nas propriedades do lubrificante (viscosidade, fluxo, possibilidade de cavitação)
	Temperatura induzida por fricção em combinação com a temperatura do ambiente
Rigidez e vibrações	Conformidade de contato
	Amortecimento de vibrações friccionais ou externas
	Feedback entre o estímulo friccional e a resposta estrutural

Fonte: adaptado de (BLAU, 2001).

Existem diversas formas de classificar os lubrificantes sólidos, considerando suas propriedades físicas, químicas, mecânicas e estruturais. A Tabela 2 classifica diferentes lubrificantes sólidos, com os típicos valores de coeficiente de atrito encontrados. Como pode ser observado, o atrito em sistemas que utilizam lubrificantes sólidos pode apresentar grandes variações nos valores, salientando novamente o fato de o atrito não ser uma propriedade do material e sim do sistema o qual se insere, com diversos fatores influenciando seu comportamento (representados na Tabela 1).

Tabela 2 - Valores de coeficientes de atrito de diferentes lubrificantes sólidos

Classificação	Materiais	Variação típica do coeficiente de atrito
Sólidos lamelares	MoS <sub>2</sub>	0,002-0,25
	HBN	0,150-0,7
	Grafite	0,07-0,5
	H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub> (ácido bórico)	0,02-0,2
	GaSe, GaS, SnSe	0,15-0,25
Metais moles	Ag	0,2-0,35
	Pb	0,15-0,2
	Au	0,2-0,3
Misturas de óxidos	CuO-Re <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	0,3-0,1
	CuO-MoO <sub>3</sub>	0,35-0,2
	NiO-MoO <sub>3</sub>	0,3-0,2
Óxidos	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,15-0,6
	TiO <sub>2</sub>	0,1
	ZnO	0,1-0,6
Halogenetos e sulfatos de metais alcalinos	CaF <sub>2</sub> , BaF <sub>2</sub> , SrF <sub>2</sub>	0,2-0,4
	CaSO <sub>4</sub> , BaSO <sub>4</sub> , SrSO <sub>4</sub>	0,15-0,2
Sólidos baseados em carbono	Diamante	0,02-1
	Carbono tipo diamante (DLC)	0,003-0,5
	Carbono vítreo	0,15
	Fulerenos	0,15
Materiais orgânicos/Polímeros	Estearato de Zinco	0,1-0,2
	Graxas	0,2-0,4
	PTFE	0,04-0,15
Materiais compósitos ou revestimentos espessos (>50µm)	Compósitos de matriz metálica, polimérica ou cerâmica contendo grafita, WS <sub>2</sub> , MoS <sub>2</sub> , Ag, CaF <sub>2</sub> , BaF <sub>2</sub> , etc.	0,05-0,4
Revestimentos compósitos (<50µm)	Filmes de Ni e Cr eletrodepositados contendo PTFE, grafite, diamante, B <sub>4</sub> C, etc., partículas de lubrificantes	0,1-0,5
	Nanocompósito ou revestimentos multicamadas constituídos de MoS <sub>2</sub> , Ti, DLC, etc.	0,05-0,15

Fonte: adaptado de (BINDER, 2009)

Segundo Neale (1995) o desgaste pode ser definido como a perda progressiva de material resultante da interação mecânica entre duas superfícies de contato. Em geral, as superfícies estão em movimento relativo, seja por deslizamento ou rolamento, sob carregamentos aplicados. O desgaste ocorre devido a falha mecânica local de zonas interfaciais altamente solicitadas e seu modo de falha é frequentemente influenciado por fatores ambientais.

Bhushan (2002) refere-se ao desgaste como o dano causado nas superfícies de contato, onde estes são geralmente baseados na perda de material, mas deve ser enfatizado que danos devido ao deslocamento de material (observados por microscopia) sem alteração de peso e volume, também constitui o desgaste.

Existem ao menos três modos em que o desgaste pode ser classificado: (i) Pela aparência das superfícies desgastadas (ou da trilha de desgaste); (ii) Mecanismos físicos de

remoção de material ou causadores de dano; (iii) Condições envolvidas no desgaste (variáveis operacionais) (BAYER, 2004).

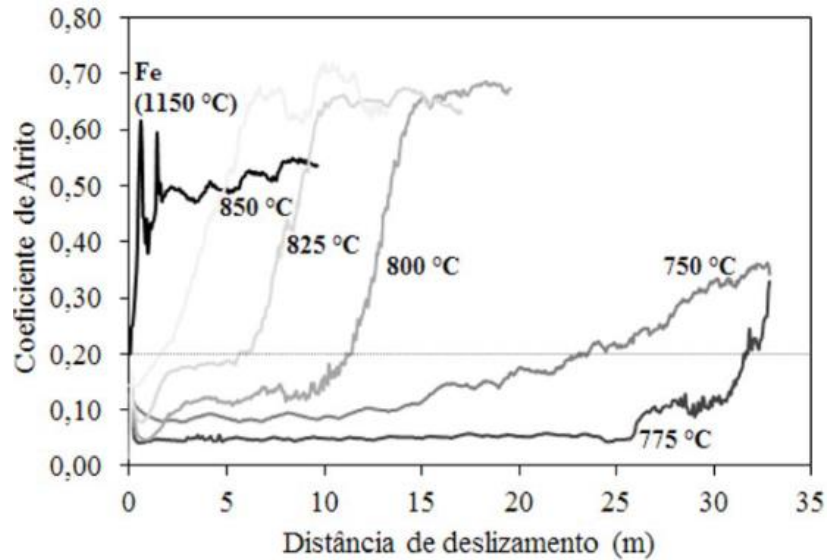
A norma DIN 50320 classifica e define os mecanismos de desgaste em quatro tipos:

- Desgaste adesivo: ocorre quando superfícies em contatos deslizam uma contra a outra. As altas pressões nas asperezas causam deformação plástica, formação e subsequente quebra de ligação adesiva interfacial.
- Desgaste abrasivo: deslocamento de material de uma superfície devido a partículas duras ou asperezas em um contracorpo que desliza sobre a superfície.
- Desgaste por fadiga superficial: fadiga e nucleação de trincas na superfície devido a tensões cíclicas, resultando na separação de material.
- Reação triboquímica: formação de produtos de reação química resultante da interação química entre elementos de um tribossistema, iniciada por ação tribológica.

O desgaste, assim como o atrito, não se trata de uma propriedade do material e sim uma resposta do sistema formado. Ademais, superfícies com elevado coeficiente de atrito não necessariamente apresentam elevadas taxas de desgaste. Como exemplo, cerâmicas apresentam coeficientes de atrito médio e baixas taxas de desgaste (ANSELMO, 2023)

Alguns estudos realizados no LabMat analisaram o desgaste ocorrido em sistemas utilizando lubrificantes sólidos, tornando-se uma das motivações para realização deste presente trabalho. Furlan (2016) estudou o desenvolvimento de compósito autolubrificante de matriz ferrosa contendo  $\text{MoS}_2$  como lubrificante sólido. A autora analisou amostras do compósito de  $\text{Fe}+9\%\text{MoS}_2$  (% em volume) em diferentes temperaturas de sinterização. A Figura 5 ilustra as curvas dos ensaios tribológicos obtidos pelo autor do teste escalonado com 7N, teste onde são realizadas cargas incrementais a cada 10 minutos de ensaio, para avaliar o comportamento do sistema autolubrificante a medida que se aumenta a severidade do contato. É possível notar que os menores valores de temperatura de sinterização apresentam menor coeficiente de atrito. A autora associa este resultado com a maior quantidade de  $\text{MoS}_2$  que não reagiu com a matriz, estando disponível para atuar como lubrificante. Foram obtidos valores médios de coeficiente de atrito próximos de 0,06 no início do ensaio, entretanto se torna elevado logo na primeira carga do ensaio.

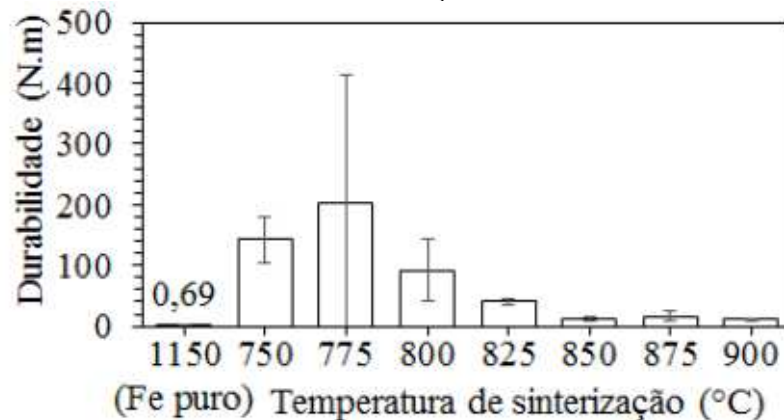
Figura 5 – Comportamento tribológico das amostras de Fe + 9% MoS<sub>2</sub> de acordo com a temperatura de sinterização



Fonte: (FURLAN, 2016)

Este comportamento é melhor observado na Figura 6, que apresenta os valores de durabilidade obtidos. O maior valor médio de durabilidade atingido foi de aproximadamente 200 N.m. A hipótese levantada pela autora está relacionada com a deformação plástica que ocorre na superfície de contato e também da região logo abaixo do contato (região sub-superficial). Neste caso, os reservatórios de lubrificantes também são deformados, existindo um limite no qual a deformação acaba recobrando totalmente estes reservatórios dos lubrificantes com a matriz do material, incapacitando os lubrificantes de atuarem no contato da superfície.

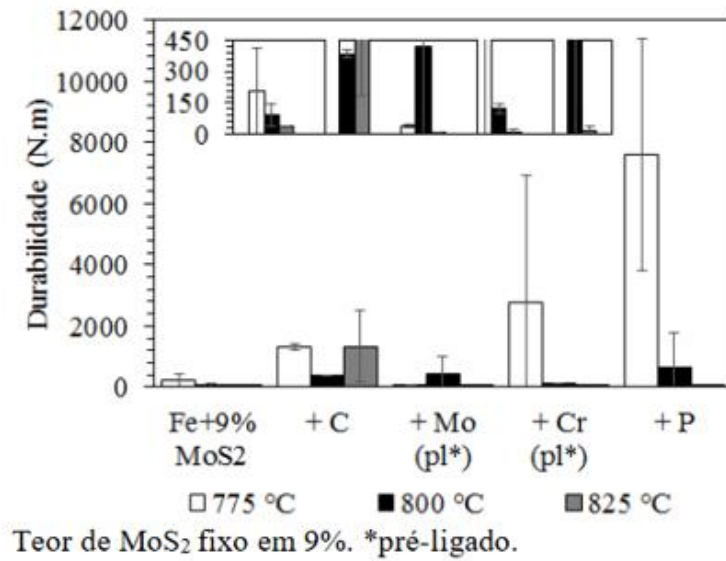
Figura 6 – Durabilidade das amostras de Fe + 9% MoS<sub>2</sub> de acordo com a temperatura de sinterização



Fonte: (FURLAN, 2016)

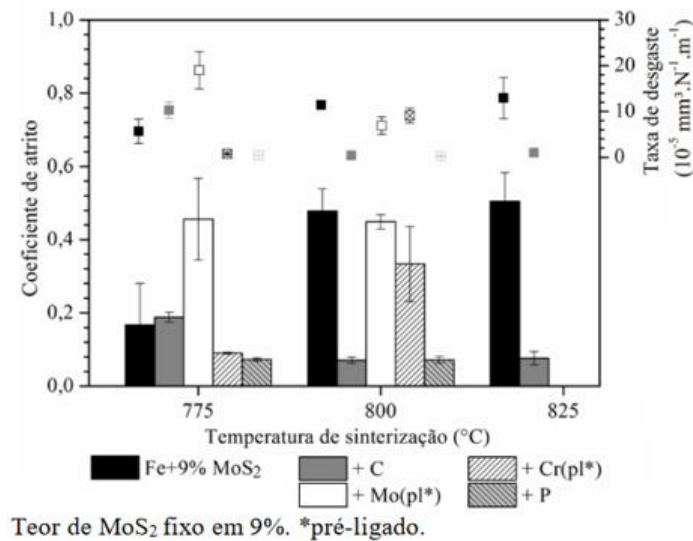
A autora ainda estudou a adição de diferentes elementos de liga no compósito, buscando melhorias no comportamento tribológico. Assim, foi possível observar que a adição de C, Cr e P, foi capaz de melhorar os valores de durabilidade do compósito em diferentes temperaturas (Figura 7), assim como na diminuição do atrito e taxa de desgaste em diferentes temperaturas (Figura 8), com o P obtendo melhores resultados em condições específicas.

Figura 7 – Durabilidade dos compósitos contendo diferentes elementos de liga sinterizados em diferentes temperaturas



Fonte: (FURLAN, 2016)

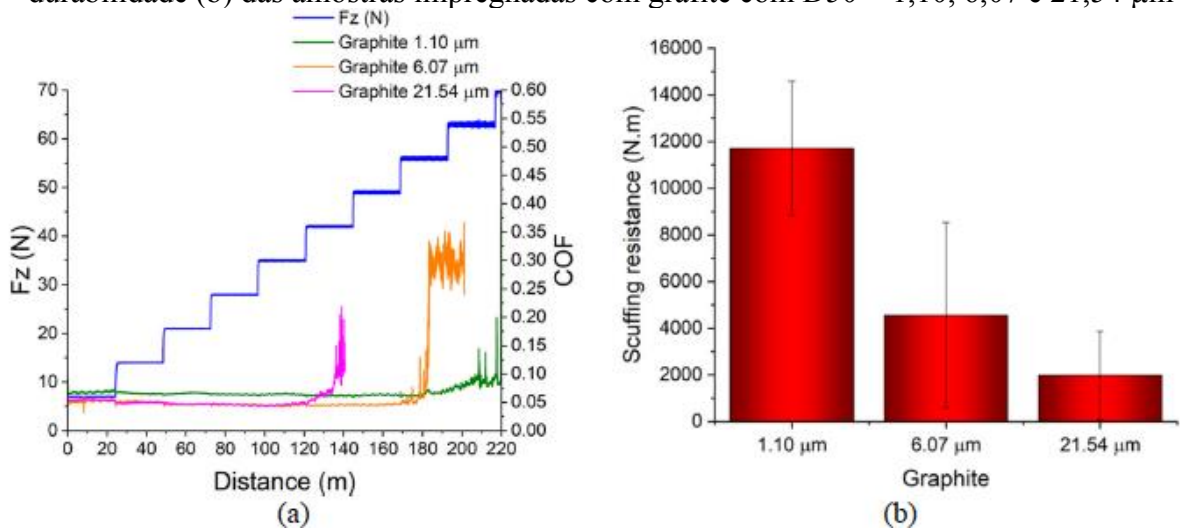
Figura 8 – Coeficiente de atrito e desgaste dos compósitos contendo diferentes elementos de liga sinterizados em diferentes temperaturas.



Fonte: (FURLAN, 2016)

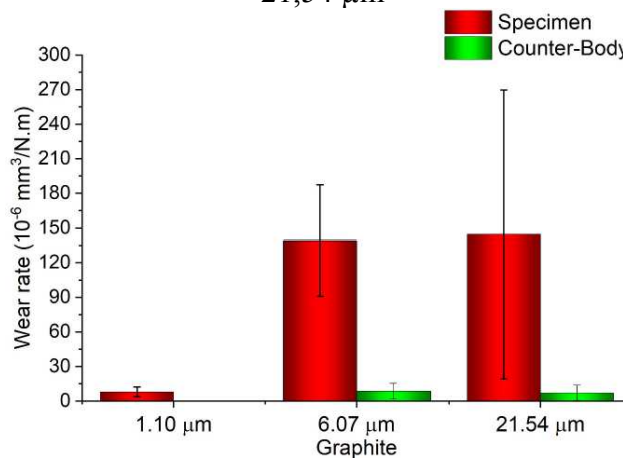
No estudo realizado por Rivera (2020), o autor avaliou o efeito das características dos poros e dos lubrificantes sólidos no comportamento tribológico de aço sinterizado impregnado com grafite. O autor estudou o comportamento de diferentes tamanhos de partícula de grafite no processo de impregnação, assim como seus respectivos resultados nos testes tribológicos. Como resultado, para menores tamanhos de partícula do lubrificante, maior foi o valor de durabilidade apresentado e menor a taxa de desgaste do corpo e contracorpo. Os resultados dos testes tribológicos estão mostrados nas Figuras 9 e 10.

Figura 9 - Evolução do coeficiente de atrito durante os testes de durabilidade (a) e o valor de durabilidade (b) das amostras impregnadas com grafite com D50 = 1,10, 6,07 e 21,54 µm



Fonte: (RIVERA, 2020)

Figura 10 - Taxa de desgaste das amostras impregnadas com grafite com D50 = 1,10, 6,07 e 21,54 µm

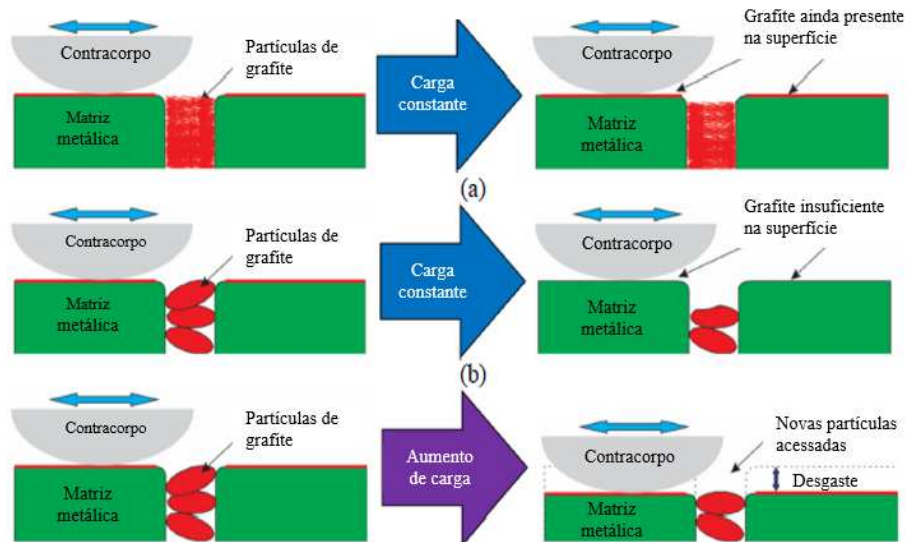


Fonte: (RIVERA, 2020)



Uma das hipóteses levantadas pelo autor para este comportamento é na diferença da fluidez do pó devido ao tamanho de partículas, no qual pós mais finos são lentamente retirados de dentro dos poros durante o desgaste, que acabam fornecendo constantemente lubrificantes, formando e mantendo a tribocamada protetora, como mostra a Figura 11 (a). Já partículas maiores acabam sendo retiradas com maior facilidade, acarretando em falta de lubrificação durante o desgaste por não ter fornecimento constante de lubrificantes (Figura 11 (b)). Com o incremento de cargas no teste de durabilidade ocorre também o aumento da penetração do contracorpo na superfície da amostra, que assim, encontra novas partículas do lubrificante dentro dos poros (Figura 11 (c)).

Figura 11 – Representação esquemática do grafite sendo retirado dos estoques: (a) grafite 1,10  $\mu\text{m}$  em carga constante; (b) grafite 6,07 e 21,54  $\mu\text{m}$  em carga constante e (c) incremental



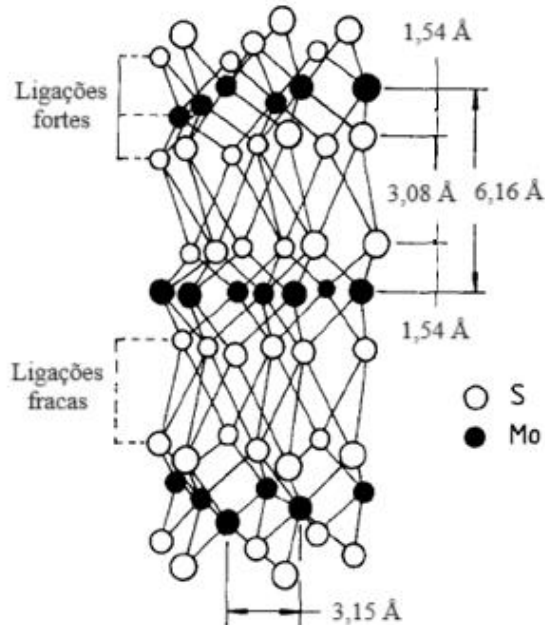
Fonte: adaptado de (RIVERA, 2020)

### 2.3 DISSULFETO DE MOLIBDÊNIO

O dissulfeto de Molibdênio ( $\text{MoS}_2$ ) é um dos lubrificantes sólidos mais utilizados e documentados na literatura, junto do grafite. É encontrado de forma natural, sendo o mineral formado denominado molibdenita. Encontra-se em larga escala por todo o globo, porém a maior parte do  $\text{MoS}_2$  existente no comércio é obtido artificialmente (LANSDOWN, 1999). O dissulfeto de molibdênio apresenta comportamento lubrificante devido a sua estrutura cristalina hexagonal lamelar, que apresenta seis planos de simetria e duas moléculas por célula unitária. Cada átomo de enxofre (S) está equidistante de três átomos de molibdênio (Mo) e cada átomo de molibdênio está equidistante de seis átomos de enxofre, tendo espaçamento interatômico de

$2,41 \pm 0,06 \text{ \AA}$ . Cada camada no  $\text{MoS}_2$  consiste de um plano de átomos de molibdênio entre dois planos de átomos de enxofre (Figura 12). A distância entre os átomos de molibdênio é de  $3,16 \text{ \AA}$ . A distância entre camadas adjacentes de enxofre é de  $3,08 \text{ \AA}$ , enquanto a distância entre camadas adjacentes de molibdênio é  $6,16 \text{ \AA}$  (ALLAM, 1991).

Figura 12 - Estrutura cristalina do  $\text{MoS}_2$



Fonte: Adaptado de (ALLAM, 1991).

O efeito lubrificante é baseado na estrutura cristalina em camadas, onde a ligação entre as camadas (ligações entre S) é do tipo *van der Waals*, sendo ligações fracas que são facilmente quebradas, facilitando assim o deslizamento destes planos. De maneira diferente, os átomos de mesma camada (ligações entre Mo e S) são ligados fortemente por ligações covalentes, provendo lamelas de alta resistência. Sendo assim, quando o material está presente em uma superfície deslizante, as camadas cristalinas do  $\text{MoS}_2$  deslizam-se facilmente e se orientam paralelamente à direção de deslizamento, promovendo um efeito lubrificante ao material (CONSONI, 2008).

O  $\text{MoS}_2$  apresenta coeficiente de atrito extremamente baixo em presença de diferentes materiais, velocidades de operação, temperaturas e pressões. É bastante estável quimicamente, sendo resistente à maioria dos ácidos e insensível à radiação. É utilizado para aplicações em vácuo e deslizamento a seco, pois degradam facilmente em ambientes úmidos. Outro aspecto importante é em respeito a temperatura de operação, onde o  $\text{MoS}_2$  começa a oxidar ao ar em

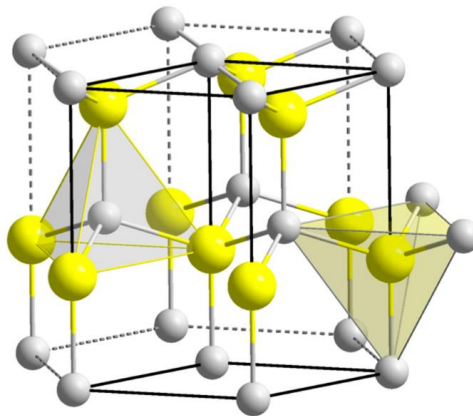


temperaturas próximas a 317 °C, influenciando negativamente nas propriedades tribológicas do lubrificante (LANSDOWN, 1999).

## 2.4 ÓXIDO DE ZINCO

O óxido de zinco (ZnO) é um semicondutor binário de grupo II – VI cuja natureza iônica se situa na fronteira entre os semicondutores covalentes e iônicos (VALENTINA et al., 2014). Como semicondutor, ZnO apresenta grande *gap* de energia (3,37 eV) e elevada energia de ligação (60 meV). Se destaca também por sua elevada estabilidade mecânica e térmica, piezoeletricidade, dureza, rigidez, baixa toxicidade, biocompatibilidade e biodegradabilidade, sendo um material multifuncional amplamente utilizado (KOŁODZIEJCZAK-RADZIMSKA; JESIONOWSKI, 2014).

Figura 13 - Estrutura cristalina do tipo wurtzita do ZnO, Zn em amarelo, O em cinza.



Fonte: (BORYSIEWICZ, 2019)

Existem três estruturas cristalinas do ZnO: hexagonal do tipo wurtzita, blenda de zinco e sal de rocha. Apenas a estrutura wurtzita é estável termodinamicamente em temperatura ambiente. As demais são obtidas em condições especiais, com a blenda de zinco estabilizada apenas por crescimento em substratos cúbicos e a estrutura sal de rocha obtida apenas em elevadas pressões (~2 GPa) (MOEZZI; MCDONAGH; CORTIE, 2012). A estrutura wurtzita do ZnO (Figura 13) apresenta parâmetros de rede  $a$  e  $c$  igual a 3,2495 Å e 5,2062 Å, respectivamente (BORYSIEWICZ, 2019).

Observa-se na literatura estudos no qual o ZnO tem sido incorporado com outros materiais lubrificantes para utilização como sólidos lubrificantes. Conforme comentado anteriormente, Essa, Zhang e Huang (2017) e Essa *et al.* (2017a) estudaram a incorporação do

ZnO com WS<sub>2</sub> e MoS<sub>2</sub> como lubrificantes sólidos em uma matriz de aço M50, analisando o atrito e desgaste para elevadas temperaturas. Como resultado, foram obtidos valores de coeficiente de atrito de 0,19 para ZnO/WS<sub>2</sub> e 0,17 para ZnO/MoS<sub>2</sub>, sendo 0,33 o coeficiente de atrito obtido na matriz de aço M50 para mesmas condições. Ademais, REN *et al.*, (2020) estudou as propriedades tribológicas de nanopartículas *core-shell* de ZnO@grafeno como aditivos lubrificantes em óleo, no qual se obteve diminuição no coeficiente de atrito em cerca de 60% quando comparado com o óleo base. Mais recentemente, Romero *et al.* (2023) estudou o comportamento tribológico de revestimentos nanocompósitos a base de cobalto utilizando nanopartículas *core-shell* de óxido de zinco recobertas óxido de grafeno (ZnO@GO) para diferentes concentrações do lubrificante. Como resultado, concentração contendo 0,3 g/L de ZnO@GO no revestimento de cobalto apresentou menor valor de coeficiente de atrito (0,09). Obteve-se também redução de 20% e 22% no desgaste para concentrações de 0,2 e 0,3 g/L de ZnO@GO, respectivamente, em comparação com o revestimento de Co sem adição de lubrificantes. Sendo assim, é possível observar o comportamento sinérgico do ZnO combinados com outros materiais lubrificantes, os quais podem melhorar as propriedades tribológicas do sistema em que são inseridos.

Existem diversos métodos de sínteses diferentes para se obter partículas e nanopartículas de ZnO. Uma das alternativas trata-se da síntese por combustão em solução, método bastante simples, seguro e versátil, altamente eficiente em termos energéticos e tem grande potencial para produção em larga escala de nanomateriais num curto período de tempo.

#### **2.4.1 Síntese por combustão em solução**

A síntese por combustão em solução (SCS) é um processo que utiliza uma metodologia simples e versátil para produção de pós cerâmicos nanoestruturados para aplicação em variadas tecnologias, incluindo células de combustível de óxidos sólidos, catalisadores, sensores de gás, atuadores, pigmentos cerâmicos, entre outras diversas aplicações. (NOVITSKAYA *et al.*, 2021).

O processo SCS é baseado na química de propelentes, no qual ocorre reação exotérmica auto-sustentável entre componentes de um precursor, usualmente sendo nitratos metálicos (oxidantes) junto de um combustível orgânico (redutores) que são misturados a nível molecular em uma solução (KHORT *et al.*, 2021). A mistura de combustão é submetida a um aquecimento (entre 300 e 500°C) até chegar ao ponto de ignição, que reage em questão de segundos formando óxidos nanocristalinos como produto principal. A combustão libera calor e

diversos gases, tais como CO<sub>2</sub>, N<sub>2</sub> e vapor de água, através da queima dos combustíveis orgânicos. Assim, os pós formados apresentam estruturas espumosas e esponjosas, grande pureza de fase, maior área superficial e estreita distribuição de tamanho de partícula (PIGOSSO, 2022). Em alguns casos, etapas adicionais de calcinação são realizadas para que haja formação completa da fase cristalina (NASCIMENTO; BRETAS; MORELLI, 2019).

O mecanismo de reação de combustão é bastante complexo. Diversos parâmetros influenciam a reação, tais como o tipo de combustível, razão combustível-oxidante, temperatura de ignição e quantidade de água utilizada na solução.

A razão combustível-oxidante é um dos parâmetros mais importantes na determinação das propriedades dos pós sintetizados por SCS. Tamanho de cristalito, morfologia, área superficial, grau e natureza de aglomeração são usualmente definidas pelo controle da razão combustível-oxidante. Ela determina a influência dos gases na morfologia das partículas, controlando a temperatura de combustão. Quanto maior for a quantidade de combustível na razão, maior é o tamanho dos poros das partículas (TONIOLO, 2009).

A razão combustível-oxidante é dada pela equação 2. A valência nessa razão é baseada em cada elemento que compõe os reagentes, sendo a valência de oxidação do cátion metálico e a valência de redução do combustível.

$$\varphi = \frac{\sum(\text{mols dos elementos na fórmula química do combustível}) \cdot (\text{valência})}{\sum(\text{mols dos elementos na fórmula química do oxidante}) \cdot (\text{valência})} \quad (2)$$

Uma razão com  $\varphi > 1$  corresponde a uma solução rica em combustível,  $\varphi < 1$  uma solução deficiente em combustível e  $\varphi = 1$  uma solução estequiométrica (NOVITSKAYA et al., 2021).

## 2.5 IMPREGNAÇÃO A VÁCUO DE MATERIAIS POROSOS

A impregnação de materiais porosos é um processo utilizado para promover o preenchimento dos poros superficiais, com intuito de incluir uma fase lubrificante nos materiais para aplicações tribológicas (ASM INTERNATIONAL HANDBOOK COMMITTEE, 1998). A impregnação a vácuo é um processo simples de implementar e operar, onde a penetração do fluido nos poros é determinada pela sua molhabilidade e do vácuo aplicado. O ciclo de impregnação pode ser visto na Figura 14.

Para simplificar o processo, um sistema de 3 poros interconectados de diferentes diâmetros foi considerado e o funcionamento do processo é descrito da seguinte forma (RIVERA, 2020):

1. O processo inicia com a submersão do material poroso em uma dispersão contendo o sólido lubrificante. A dispersão preenche alguns poros superficiais até atingir a condição de equilíbrio dada pela equação 3:

$$P_{g1} = P_l = P_{atm} + P_c \quad (3)$$

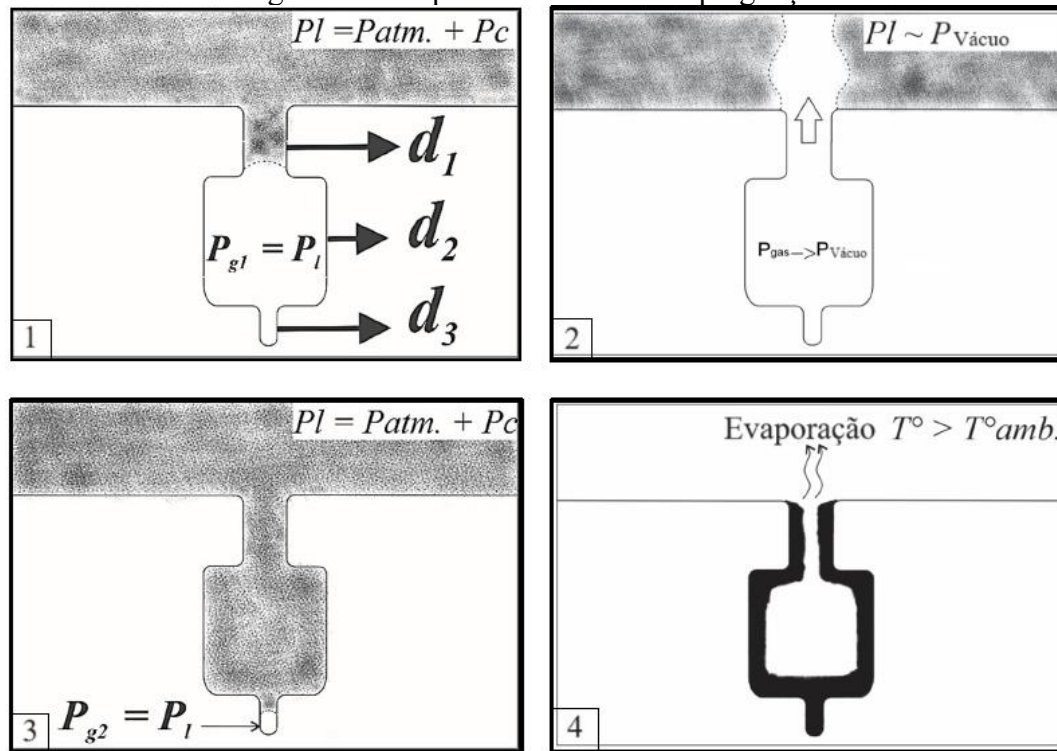
Sendo  $P_{g1}$  a pressão do ar no interior dos poros,  $P_l$  a pressão no líquido,  $P_{atm}$  é a pressão atmosférica e  $P_c$  a pressão capilar, dada pela equação 4:

$$P_c = \frac{2\sigma}{R} \quad (4)$$

Onde  $\sigma$  é a tensão superficial e  $R$  o raio de curvatura do poro.

2. Em seguida, é aplicado vácuo no sistema ( $P_l = P_{v\u00e1cuo}$ ). O ar dentro dos poros é extraído devido ao gradiente de pressão até atingir o equilíbrio  $P_{v\u00e1cuo}$ .
3. Após ocorrer a extração do ar dentro dos poros, a pressão atmosférica é restabelecida. Agora, a pressão interna nos poros é menor que a pressão de fora, assim o líquido penetra no poro, conseguindo acessar novos poros, comprimindo o ar até atingir a condição de equilíbrio de  $P_c$ .
4. Por fim, o material é retirado da solução e colocado em temperatura que ocorra a evaporação do fluido, ficando apenas as partículas de lubrificantes sólidos no interior dos poros.

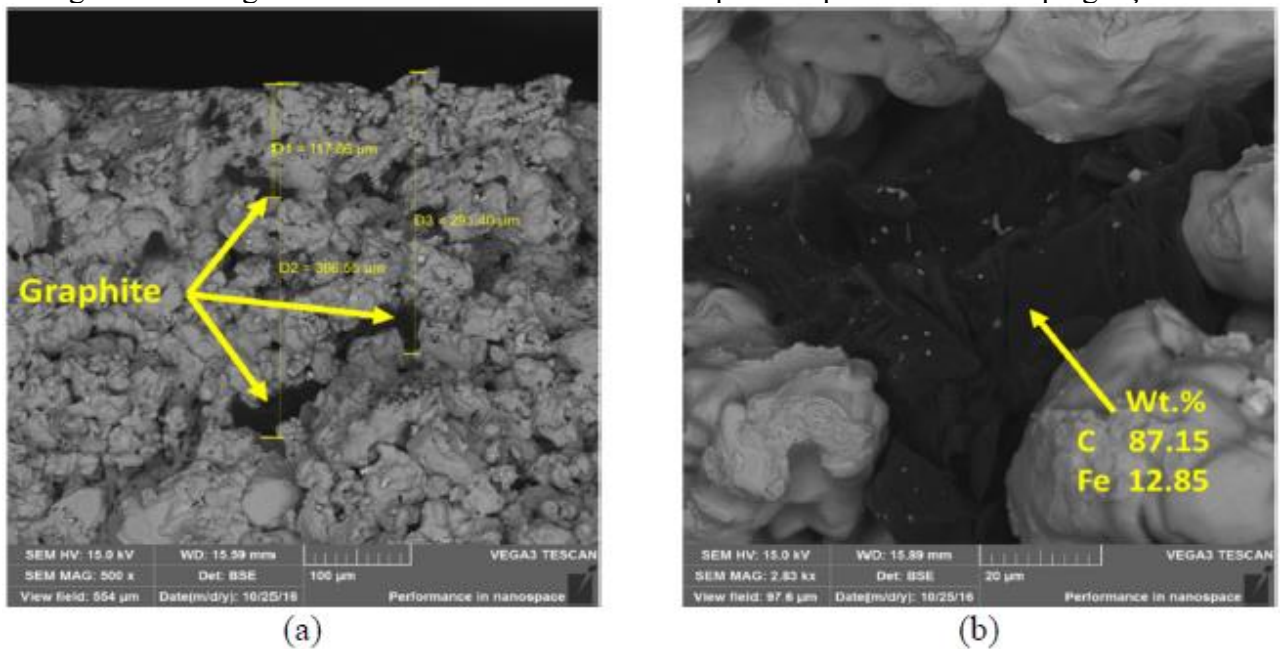
Figura 14 - Esquema do ciclo de impregnação



Fonte: Adaptado de (RIVERA, 2020)

Nos estudos de Rivera (2020), para avaliar a penetração do lubrificante nas amostras porosas foi realizado apenas um ciclo de impregnação, no qual foi possível observar grafite ( $D_{50} = 1,10 \mu\text{m}$ ) abaixo de  $366 \mu\text{m}$  da superfície como mostra a Figura 15. Este fato valida que a impregnação é um excelente processo para introduzir lubrificantes sólidos nos poros.

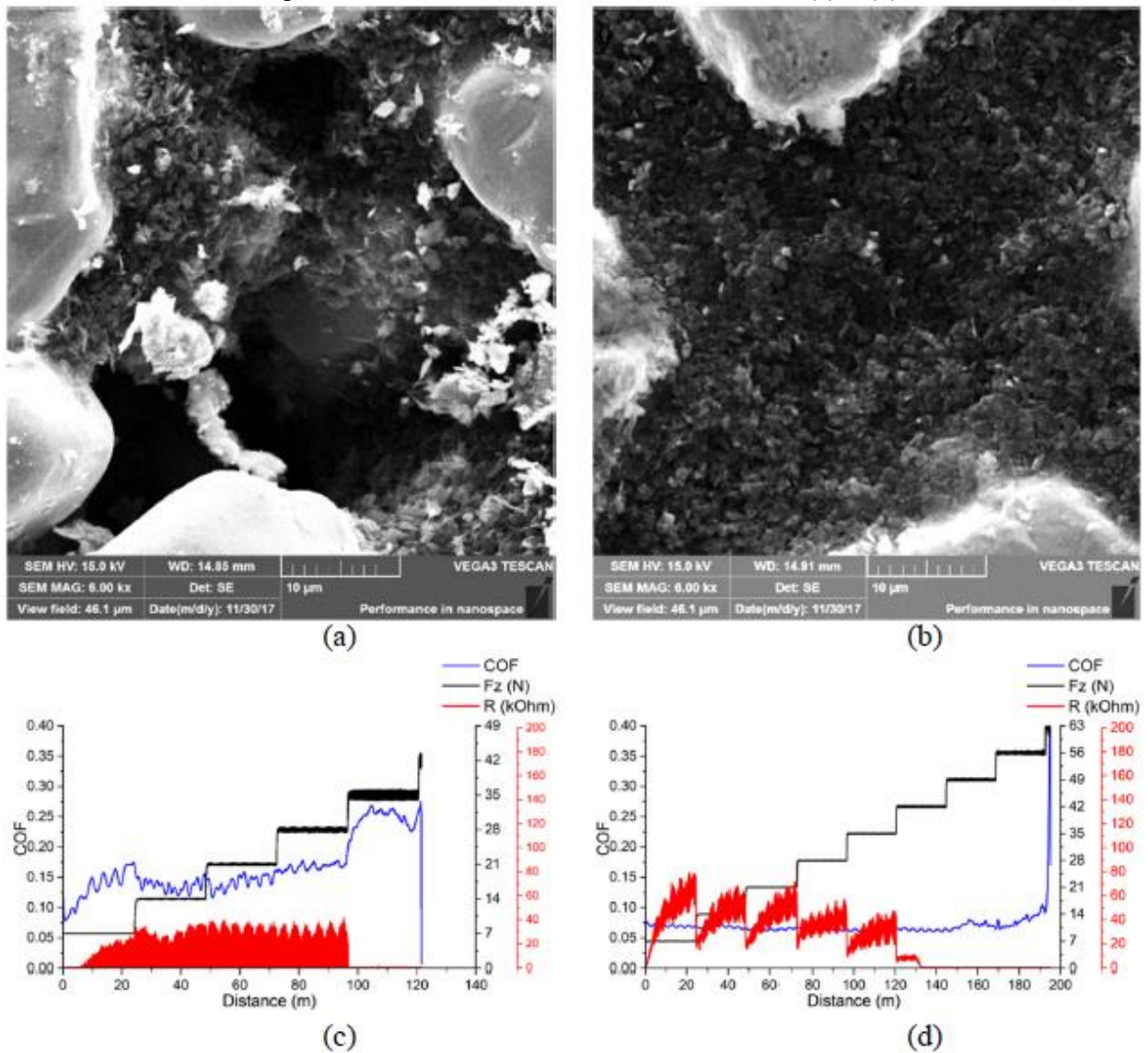
Figura 15 - Imagens do corte transversal de amostra porosa após 1 ciclo de impregnação



Fonte: (RIVERA, 2020)

O autor também estudou o número de ciclos de impregnação necessário para haver completo preenchimento dos poros. Para apenas 1 e 2 ciclos, não foi encontrado grafite suficiente dentro dos poros. Para 4 e 8 ciclos, os poros superficiais encontravam-se preenchidos, porém ao analisar o interior dos poros, para 4 ciclos ainda haviam poros sem preenchimento de lubrificante (como mostra a Figura 16 (a) e (b)), o que acarretou em um comportamento tribológico inferior (Figura 6 (c) e (d)). Para 16 ciclos de impregnação não houve melhorias no comportamento tribológico, sendo 8 ciclos de impregnação definido como o ideal para este tamanho de partícula.

Figura 16 - Imagens dos poros impregnados após 4 (a) e 8 (b) ciclos de impregnação e suas correspondentes curvas dos testes de durabilidade (c) e (d).



Fonte: (RIVERA, 2020)

Rivera (2020) também observou o efeito do tamanho de partícula no processo de impregnação. Utilizando grafite com  $D_{50} = 21,54 \mu\text{m}$ , o autor observou que com 8 ciclos, poros superficiais sem preenchimentos eram encontrados, devido à dificuldade de partículas maiores preencherem os poros. Para 16 ciclos, os poros superficiais eram todos preenchidos, sendo definido como o número ideal de ciclos para partículas maiores.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

Esta seção tem como intuito descrever, de modo detalhado, todos os aspectos, técnicas, materiais e métodos utilizados na elaboração deste trabalho.

#### 3.1 PRODUÇÃO DE AMOSTRAS POROSAS

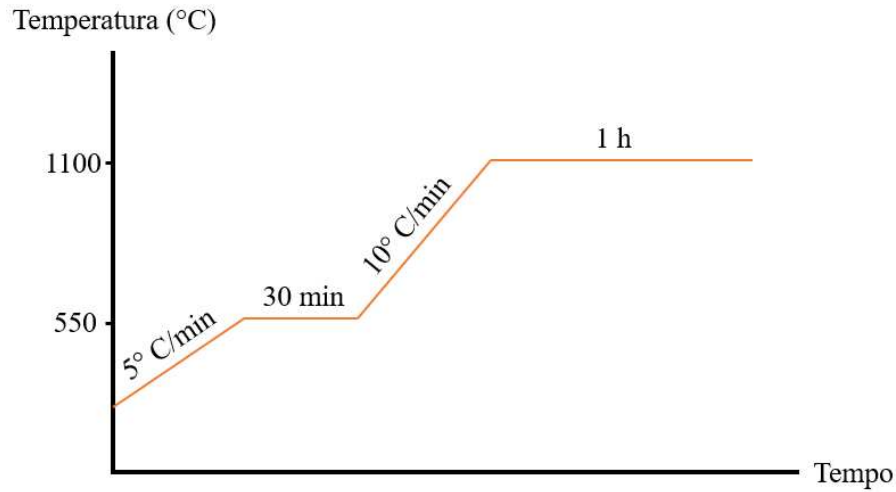
Para o desenvolvimento de amostras porosas via metalurgia do pó, utilizou-se como material o pó pré-ligado Astaloy CRL (Höganäs®), com tamanho de partícula  $D_{50} = 104 \mu\text{m}$  e composição química: 98,3% Ferro, 1,5% Cromo e 0,2% Molibdênio, junto do pó de carbono elementar Micrograf 99507 UJ (Nacional de Grafite®) de tamanho de partícula  $D_{50} = 6,07 \mu\text{m}$ . O pó Astaloy CRL foi peneirado dentro da faixa de 125 e 75  $\mu\text{m}$  e misturado com 0,6% em massa de pó de carbono e 0,4% de Kenolube (Höganäs®) (lubrificante para compactação) utilizando o misturador tridimensional Alphie-3 com velocidade de 60 RPM por 30 minutos.

A mistura foi compactada com uma pressão de 400 Mpa, utilizando uma prensa hidráulica semi-automática Gabrielli, com duplo efeito, e um conjunto de matriz e punções de 20 mm para obtenção de amostras com 20 mm de diâmetro e aproximadamente 10 mm de espessura.

As amostras foram sinterizadas num forno tubular de aquecimento resistivo, utilizando atmosfera de 95% Ar – 5%  $\text{H}_2$ , com fluxo de gás de 0,5 L/min. Primeiramente, foi utilizado uma taxa de aquecimento de  $5^\circ \text{C}/\text{min}$  com temperatura de  $550^\circ \text{C}$  e tempo de patamar de 30 minutos para retirada dos lubrificantes das amostras. Na segunda etapa, foi utilizado uma taxa de aquecimento de  $10^\circ \text{C}/\text{min}$  com temperatura de  $1100^\circ \text{C}$  e tempo de patamar de 1 hora para sinterização das amostras. Um esquema do diagrama do ciclo térmico é visto na Figura 17. As amostras foram resfriadas dentro do próprio forno, com auxílio de ventiladores para acelerar o processo de resfriamento. Valores da taxa de resfriamento não foram coletados. Foi realizado apenas 1 ciclo térmico para as amostras.



Figura 17 – Diagrama do ciclo térmico da sinterização



Fonte: Autoria própria.

### 3.2 OBTENÇÃO DO ÓXIDO DE ZINCO VIA SCS

O estudo para obtenção do ZnO via síntese por solução em combustão foi adaptado do trabalho de Pigosso (2022). Para a síntese por combustão em solução do ZnO, os materiais utilizados estão descritos na Tabela 3.

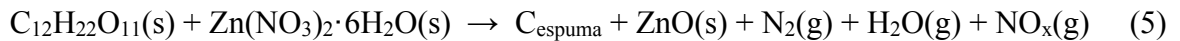
Tabela 3 - Características dos materiais utilizados na reação

Material	Fórmula molecular	Peso molecular (g/mol)	Função na reação	Comerciante
Nitrato de zinco hexahidratado	$Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$	297,5	Oxidante	Neon Comercial
Sacarose	$C_{12}H_{22}O_{11}$	342,3	Combustível	Neon Comercial

Fonte: Autoria própria.

Para obtenção de aproximadamente 1g de nanopartículas de ZnO, foram misturados 3,567 g (12 mmol) de nitrato de zinco hexahidratado e 0,513 g de sacarose (1,5 mmol) em 3 ml de água destilada dentro de um béquer até ocorrer a dissolução completa das partes sólidas. A valência de oxidação do  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$  e a valência de redução do  $C_{12}H_{22}O_{11}$  são de 10 e -48, respectivamente (Novitskaya et al., 2021). Segundo a equação 4, a razão combustível-oxidante para a solução é  $\phi = 0,6$ , correspondente a uma solução deficiente em combustível.

O mecanismo de formação de nanopartículas de ZnO, segundo Islam *et al.* (2019), pode ser explicado pelos seguintes passos: a solução é levada dentro de um almofariz a um forno Mufla pré aquecido a 500° C. A mistura de  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  e sacarose são diluídas formando uma pasta viscosa uniforme. Conforme ela aquece no interior do forno, o  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  começa a se decompor rapidamente e formam  $\text{NO}_2$ ,  $\text{N}_2$ ,  $\text{CO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{O}$  e outros gases a base de nitrogênio, fazendo com que a pasta viscosa inche e forme uma espuma (Equação 4). O tempo padrão estabelecido para ocorrência destes passos é de 10 minutos.



Entretanto, a sacarose é parcialmente carbonizada devido a desidratação e polimerização. Como resultado ocorre a formação de ZnO incorporado em uma espuma de sacarose parcialmente carbonizada. Devido a este carbono que pode estar presente na estrutura, é realizada calcinação. A espuma formada é quebrada com uma espátula para expor o carbono enquanto é mantida no forno Mufla a 500° C durante 20 minutos, para que o carbono no pó possa ser extraído como  $\text{CO}_2$  (Equação 5). Após este tempo, as nanopartículas de ZnO podem ser retiradas do forno e resfriadas a temperatura ambiente. Em seguida, é passada para outro almofariz e moídas com um pistilo. Um esquema do processo é representado na Figura 18.



Fonte: Adaptado de (PIGOSSO, 2022)

### 3.3 IMPREGNAÇÃO A VÁCUO DAS AMOSTRAS POROSAS

Para impregnação, utilizou-se como lubrificante sólido nanopartículas de ZnO obtidas via SCS e dissulfeto de molibdênio Molykote Z (DowCorning®), de tamanho de partícula

D50 = 32  $\mu\text{m}$ . A proporção utilizada para as soluções foi de 0,4 g de lubrificantes sólidos para 50 ml de acetona. Três soluções diferentes de mistura de lubrificantes foram realizadas, sendo:

- 50% MoS<sub>2</sub> + 50% ZnO (50/50);
- 75% MoS<sub>2</sub> + 25% ZnO (75/25);
- 100% MoS<sub>2</sub> (100/0).

As amostras foram impregnadas a vácuo utilizando uma dessecadora ligada a uma bomba de vácuo. No processo, a amostra é depositada dentro da solução contendo os lubrificantes e levada ao interior da dessecadora. Quando aplicado vácuo, o ar no interior dos poros é extraído e com a restauração da pressão atmosférica a solução preenche os poros. Com a amostra impregnada, ela é retirada da solução e a acetona é volatilizada utilizando ar quente. O processo de impregnação e volatilização ocorre até os poros estarem totalmente preenchidos com lubrificante, seguindo o trabalho de Rivera (2020), realizou-se 8 ciclos de impregnação por cada amostra. Para cada ciclo, a solução foi sonicada (Qsonica, modelo Q700) durante 1 minuto antes da impregnação. As amostras foram impregnadas individualmente.

### 3.4 CARACTERIZAÇÕES

#### 3.4.1 Metalografia e microscopia óptica

Para a preparação metalográfica, duas amostras sinterizadas foram cortadas transversalmente de forma manual e embutidas em baquelite. Em seguida, realizou-se lixamento com sequência de lixas de *mesh* 80, 120, 220, 320, 600 e 1200 em lixadeira rotativa manual. Após lixamento, as amostras foram polidas utilizando pano de polimento e suspensão de alumina com tamanho médio de partícula de 1  $\mu\text{m}$  e 0,3  $\mu\text{m}$ . As amostras foram atacadas com reagente de nital 2% para revelar a microestrutura da matriz.

A análise da microestrutura foi realizada via microscópio óptico modelo Leica DM4000 M LED, sendo obtidos imagens com diferentes ampliações para análise qualitativa.

#### 3.4.2 Ensaio de dureza

Foram realizados ensaios de microdureza Vickers nas amostras que passaram por preparação metalográfica. Para medição, utilizou-se o microdurômetro da marca LECO modelo LM 100AT. Foram realizados dois tipos de medições, uma macrodureza utilizando carga de

500 gf para avaliar o efeito da porosidade na resistência mecânica, outra de microdureza utilizando 10 gf para avaliar as fases presentes na matriz metálica. Foram realizadas 5 medições para cada uma das cargas utilizadas, sendo 5 medições em cada uma das fases presentes na matriz.

### **3.4.3 Ensaios tribológicos**

#### *3.4.3.1 Ensaios de carga variável*

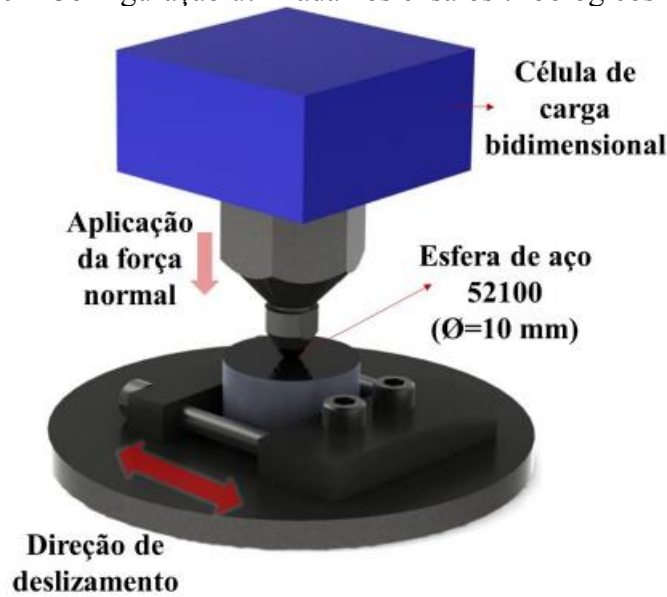
Primeiramente, foram realizados testes de carga variável incremental, sendo uma metodologia desenvolvida por (DE MELLO; BINDER, 2006), que tem como objetivo avaliar o comportamento do sistema autolubrificante à medida que se aumenta a severidade do contato. O método consiste em incrementar a força normal aplicada pelo contracorpo, que exerce movimento alternativo, em intervalos fixos de tempo até que o sistema não seja capaz de manter a condição de lubricidade, no caso, quando o coeficiente de atrito (COF, do inglês *Coefficient of Friction*) é maior que 0,2. Como resultado do teste está o valor de durabilidade (N.m), sendo a relação da carga aplicada com a distância de deslizamento. A Figura 19 indica a configuração utilizada para realização dos ensaios tribológicos.

Os parâmetros dos testes utilizados no desenvolvimento do presente trabalho estão descritos a seguir:

- Força normal de 7 N com incrementos de 7 N a cada 10 minutos;
- Frequência 2 Hz;
- Comprimento de pista de 10 mm;
- Contracorpo: esfera de 10 mm de diâmetro de aço SAE52100;
- Atmosfera: ar ambiente com 23 °C e umidade relativa entre 40 e 50%.

O teste foi reproduzido 5 vezes para cada condição analisada.

Figura 19 - Configuração utilizada nos ensaios tribológicos



Fonte: (GIACOMELLI, 2020).

#### 3.4.3.2 Ensaios de carga constante

O ensaio de carga constante tem como objetivo avaliar a taxa de desgaste do corpo e contracorpo obtidos durante o ensaio, assim como permitir a comparação do coeficiente de atrito das diferentes condições propostas no presente trabalho. O equipamento e as configurações utilizadas foram as mesmas que nos ensaios de carga variável, com alterações nos parâmetros de força normal aplicada, utilizando nesta uma carga contínua de 14 N durante 1 hora de teste, que totaliza em 144 m de deslizamento. Foram realizados 5 testes por condição.

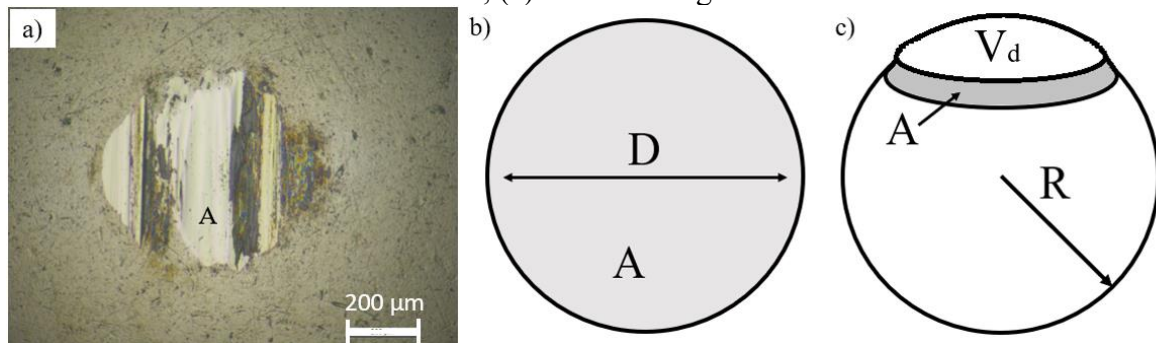
Para avaliação da taxa de desgaste, foi utilizado o microscópio óptico para observar a superfície desgastada do contracorpo esférico (Figura 20 (a)). As marcas de desgaste no contracorpo eram semelhantes à de uma circunferência, sendo assim, utilizou-se uma aproximação para um círculo de mesma área (Figura 20 (b)). Sendo  $h$  a altura do material removido e  $R$  o raio inicial da esfera, ambos em mm, o cálculo do volume desgastado na esfera ( $V_d$ ) (Figura 20 (c)) é obtido a partir das equações (GIAROLLO; MAZZAFERRO, 2018):

$$h = R - \sqrt{\left[ R^2 - \left( \frac{D^2}{4} \right) \right]} \quad (7)$$

$$V_d = \frac{\pi h}{6} \left( \frac{3D^2}{4 + h^2} \right) \quad (8)$$

A taxa de desgaste é obtida a partir divisão entre o volume desgastado pela distância de deslizamento e carga aplicada.

Figura 20 - (a) Desgaste do contracorpo após ensaio; (b) Aproximação do desgaste para um círculo; (c) Volume desgastado.



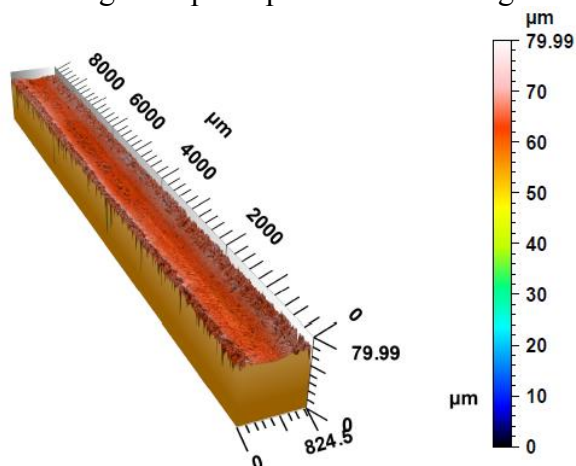
Fonte: Adaptado de (GIAROLLO; MAZZAFERRO, 2018)

### 3.4.4 Interferometria óptica de luz branca

Foi utilizado o interferômetro óptico de luz branca Zygo Newview7300 para análise das pistas de desgaste das amostras resultantes dos testes tribológicos. Para tratamento dos dados obtidos no interferômetro, utilizou-se o software de análise MountainsMap® 7.4 da fabricante Digital Surf.

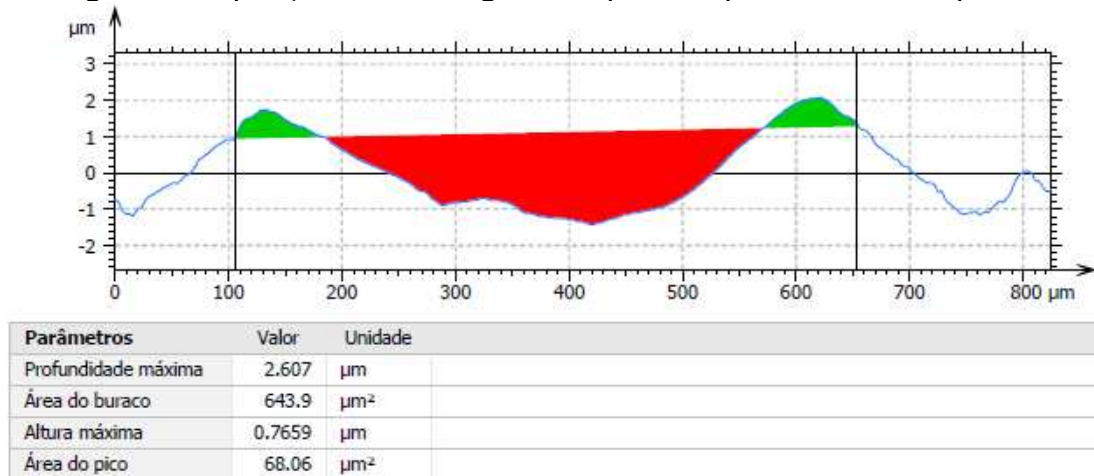
O tratamento dos dados no software envolveu algumas etapas. Primeiramente, foi realizado o preenchimento dos pontos não medidos a partir dos pontos vizinhos. Depois, foi realizada a remoção da forma com filtro polinomial de segundo grau, e na sequência a extração das extremidades das pistas para que não interferissem nos resultados de desgaste (Figura 21). Por último, foi realizada a conversão da superfície em uma série de perfis e assim obtido o perfil médio para aquisição da área desgastada (Figura 22). O volume desgastado por pista é obtido multiplicando a área desgastada da pista pelo tamanho da pista.

Figura 21 - Pista de desgaste típica após ensaios de carga constante



Fonte: Autoria própria.

Figura 22 -Aquisição da área desgastada a partir do perfil médio da superfície



Fonte: Autoria própria.

### 3.4.5 Microscopia eletrônica de varredura

Utilizou-se o microscópio eletrônico de varredura (MEV) modelo TESCAN VEGA3 LMU, equipado com EDS, para análise das pistas de desgaste dos testes tribológicos. Foi realizado análise da composição química das tribocamadas formadas utilizando espectros por EDS, assim como análise via mapas elementares por EDS. Foi avaliado o tamanho das pistas, assim como a porosidade das amostras e a eficiência do processo de impregnação a vácuo para fornecimento dos lubrificantes. Também foi utilizado para analisar o desgaste do contracorpo utilizado nos testes de carga constante.

Importante destacar que antes das análises realizadas via MEV, as amostras foram previamente limpas utilizando acetona como solvente no banho de ultrassom, durante 10 minutos.



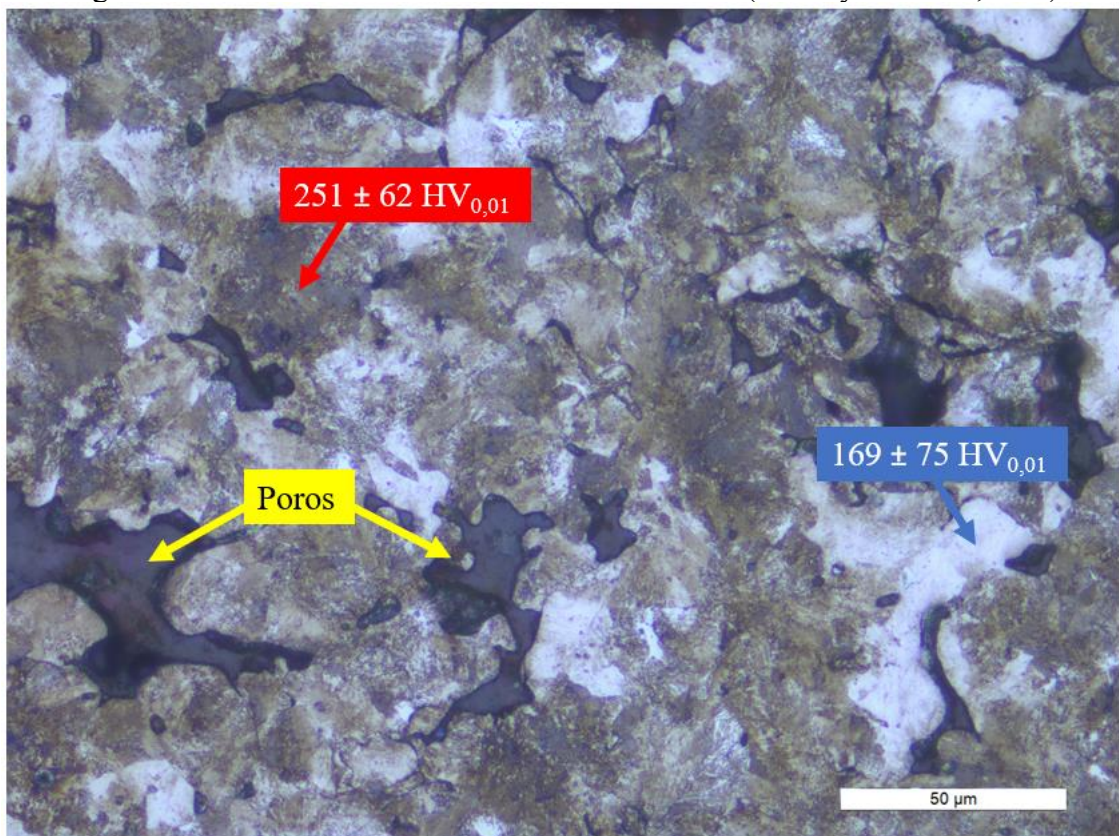
## 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 4.1 MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES MECÂNICAS DAS AMOSTRAS SINTERIZADAS

Após a sinterização, as amostras apresentaram densidade aparente de aproximadamente  $6,38 \pm 0,03 \text{ g/cm}^3$ . A densidade real do Astaloy CRL é de  $7,84 \text{ g/cm}^3$ . Sendo assim, as amostras sinterizadas apresentaram grau de porosidade de aproximadamente 18,6%. A Figura 23 apresenta a microestrutura da liga. É possível observar as fases perlíticas (seta vermelha) e concentrações de fase ferríticas (seta azul), junto de seus respectivos valores de microdureza obtidos, assim como os poros (setas amarelas) espalhados por toda microestrutura.

O valor de dureza obtido para liga foi de  $161 \pm 20 \text{ HV}_{0,5}$ , sendo bastante próximo do valor obtido por Rivera (2020), de  $165 \pm 15 \text{ HV}_{0,5}$ .

Figura 23 - Microestrutura das amostras sinterizadas (Astaloy CRL + 0,6%C)



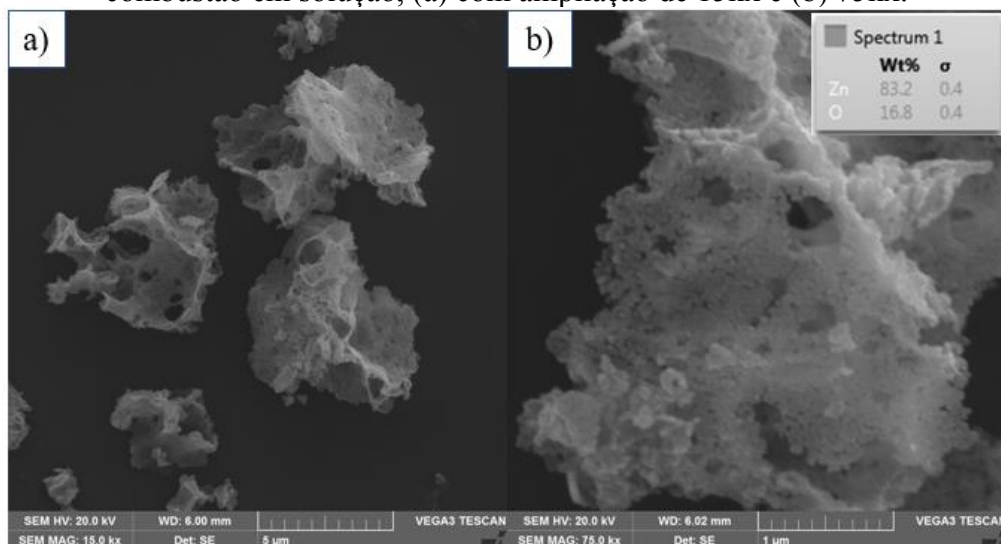
Fonte: Autoria própria.



## 4.2 LUBRIFICANTES SÓLIDOS

A Figura 24 mostra as nanopartículas de ZnO obtidas pela síntese por combustão em solução. Em (a) é possível observar os aglomerados de nanopartículas, que apresentam característica de uma espuma porosa, típico do processo SCS. Essa espuma é facilmente quebrada devido as fracas ligações entre as nanopartículas. Em (b), se observa com maior clareza as nanopartículas de ZnO, que apresentam tamanho por volta de 50 nm, com morfologia predominantemente esférica. Também é apresentado o valor obtido via EDS da composição química.

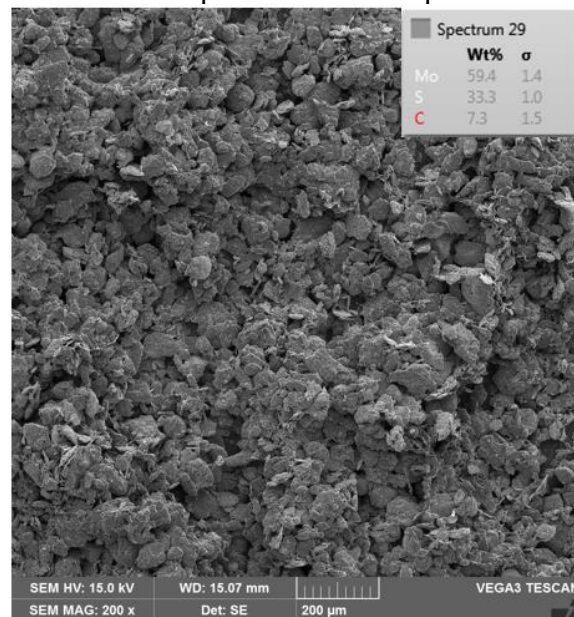
Figura 24 – Microscopia via MEV das nanopartículas de ZnO obtidas via síntese por combustão em solução, (a) com ampliação de 15kx e (b) 75kx.



Fonte: Autoria própria.

A micrografia obtida do MoS<sub>2</sub>, assim como sua respectiva composição química, é apresentada na Figura 25. Chama a atenção a contaminação de carbono presentes no pó do MoS<sub>2</sub>, com uma concentração elevada. Vale destacar a incerteza da composição obtida por EDS, onde a técnica é mais assertiva em identificar os elementos presentes, podendo haver variações do percentual em massa dos elementos. Outras técnicas de caracterização se tornam necessárias para maior entendimento, porém, não houve um estudo a fundo sobre a procedência do carbono no presente trabalho.

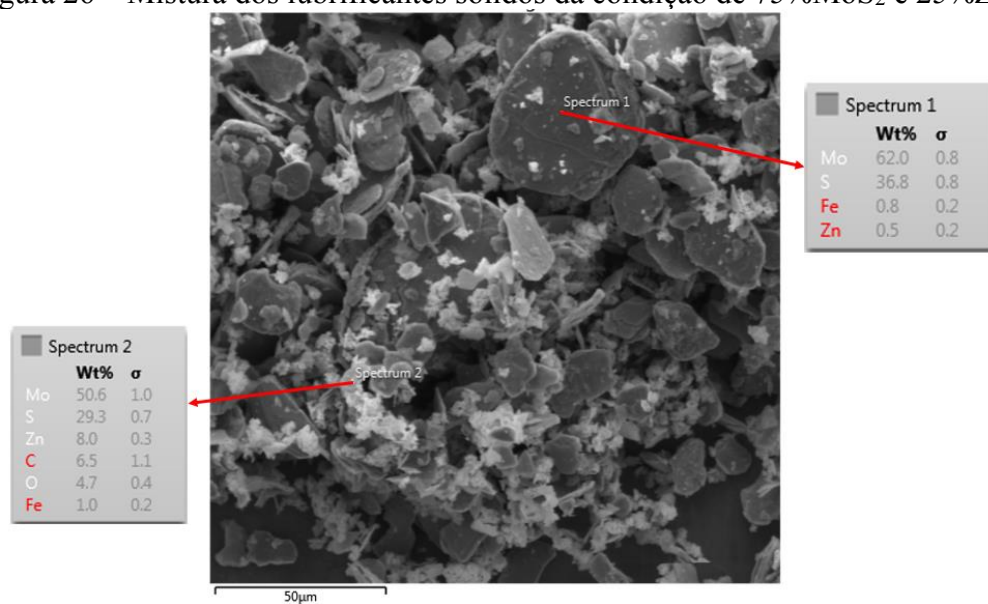
Figura 25 – Microscopia via MEV das partículas de MoS<sub>2</sub>



Fonte: Autoria própria

A Figura 26 mostra a mistura dos lubrificantes, sendo possível ver uma boa distribuição das partículas e seus respectivos espectros. Nota-se a diferença do tamanho das partículas. Interessante notar, que devido a grande diferença do tamanho das partículas, o espectro do ZnO (Spectrum 2) também acaba pegando forte sinal da partícula de MoS<sub>2</sub>. Vale destacar que a imagem foi obtida do pó na superfície das amostras após a impregnação a vácuo, o que mostra uma boa efetividade do processo, com recobrimento completo da superfície.

Figura 26 – Mistura dos lubrificantes sólidos da condição de 75%MoS<sub>2</sub> e 25%ZnO



Fonte: Autoria própria.

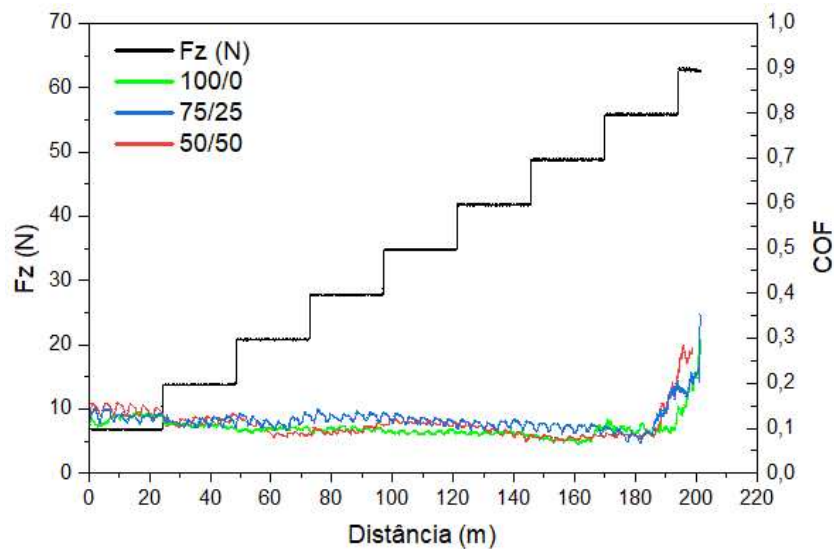
## 4.3 RESULTADOS TRIBOLÓGICOS

### 4.3.1 Durabilidade e taxa de desgaste

Os testes tribológicos foram realizados visando a comparação das 3 condições diferentes de soluções utilizadas para impregnação, sendo elas: 50/50 (50% MoS<sub>2</sub> + 50% ZnO), 75/25 (75% MoS<sub>2</sub> + 25% ZnO) e 100/0 (100% MoS<sub>2</sub>).

Os testes de durabilidade foram realizados para analisar o efeito das diferentes condições na capacidade da amostra de manter uma camada lubrificante perante cargas incrementais. A Figura 27 apresenta a curva característica obtida do teste de durabilidade para as 3 condições diferentes. Nota-se um comportamento bastante similar do COF entre as condições, com 100/0 apresentando menor valor de COF. Vale destacar que o comportamento do coeficiente de atrito para todas as condições foi semelhante, atingindo cerca de 200 m de deslocamento e cargas normais de 63 N.

Figura 27 – Comparativo das curvas típicas de coeficiente de atrito das diferentes condições no teste de durabilidade

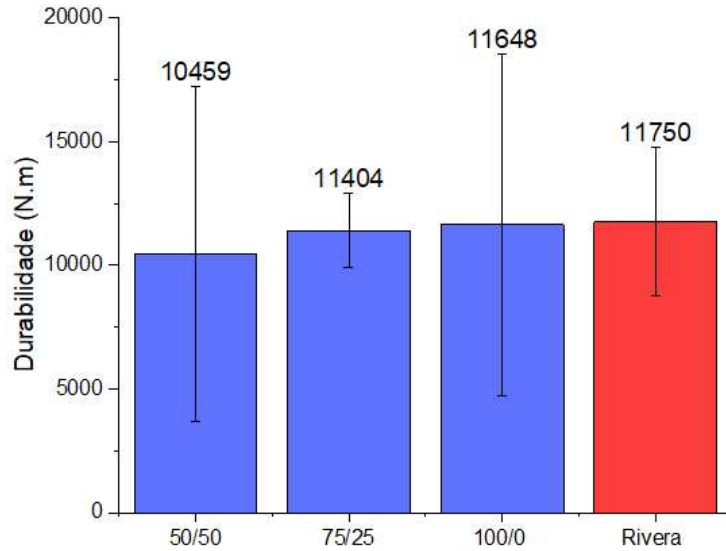


Fonte: Autoria própria.

A Figura 28 mostra que as médias obtidas de durabilidade para as 3 condições foram próximas, entretanto as condições com 50/50 e 100/0 apresentam maior desvio em relação à média, enquanto a condição 75/25, apresenta melhor repetibilidade dos resultados, e, portanto, uma maior previsibilidade do comportamento nesse sistema. Os valores obtidos de durabilidade se assemelham aos resultados de Rivera (2020), como indicado em vermelho no gráfico. Esse

resultado corrobora a capacidade de lubrificação das partículas impregnadas, e a efetividade do processo de impregnação.

Figura 28 – Valores de durabilidade obtidos para as diferentes condições testadas.

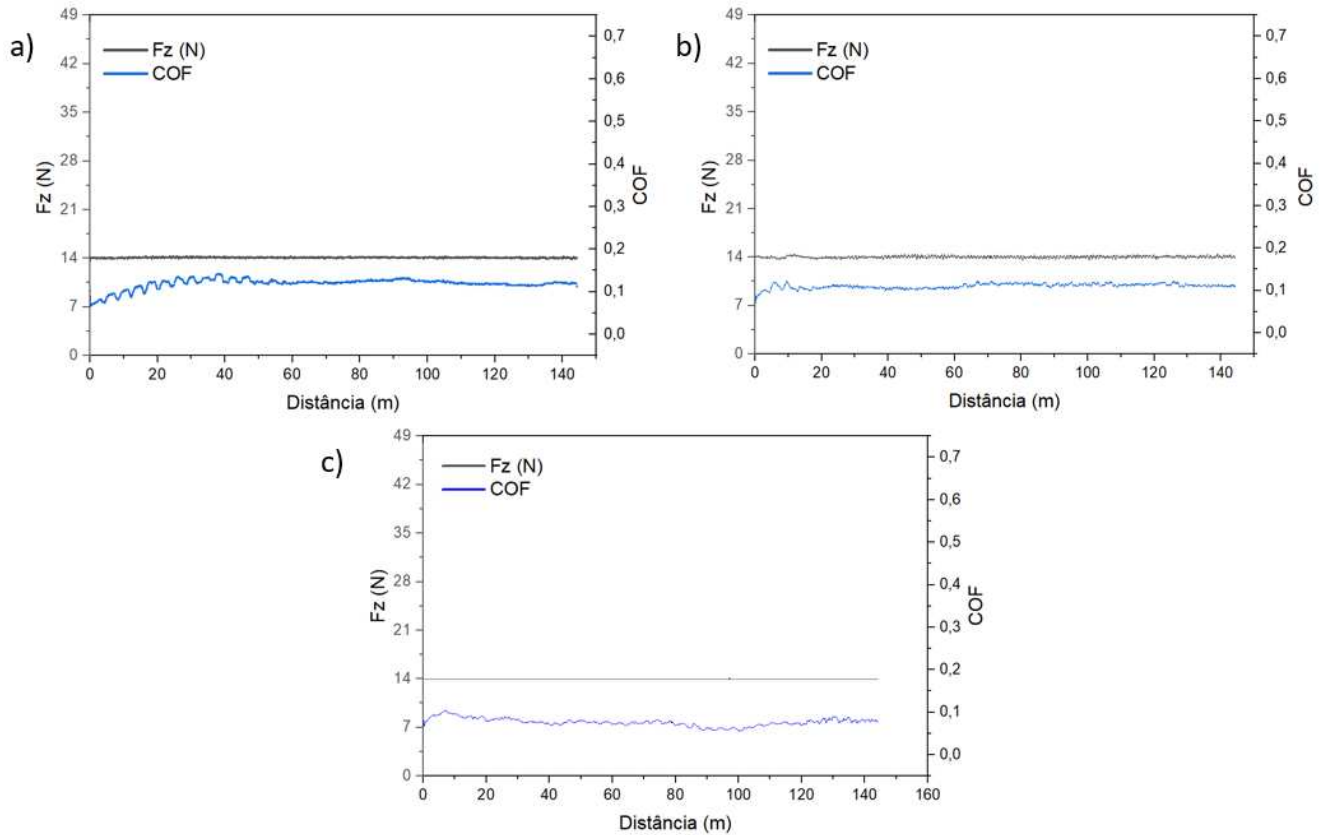


Fonte: Autoria própria.

A partir dos ensaios de carga constante foi possível calcular o COF médio, assim como o desgaste no corpo e contracorpo de cada condição avaliada. O cálculo do COF médio leva em consideração o COF após haver a estabilização do sistema, no qual nos primeiros metros do teste o COF varia significativamente, sendo denominado de regime transitório.

A Figura 29 apresenta os resultados típicos obtidos para cada condição no teste de resistência ao desgaste, sendo possível observar o regime transitório no início dos testes, sendo desconsiderado essa distância no cálculo de COF médio.

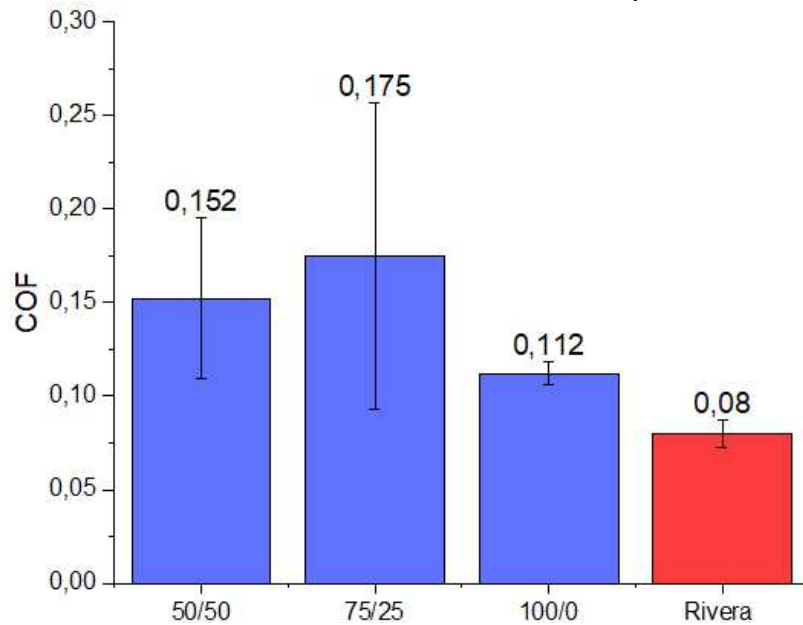
Figura 29 – Resultados típicos obtidos do ensaio de desgaste das condições (a) 50/50, (b) 75/25 e (c) 100/0



Fonte: Autoria própria.

O resultado do COF médio das 3 condições é mostrado na Figura 30. Observa-se que a condição 100/0, que continha apenas  $\text{MoS}_2$  como lubrificante, apresentou menor valor médio de COF. Ainda assim, a condição 75/25 foi a que apresentou maior COF médio, não seguindo uma relação linear do aumento de COF com aumento de ZnO na mistura. Porém, é possível afirmar que a adição de nanopartículas de ZnO na mistura não gera benefícios em termos de diminuição no atrito, visto que para as duas condições que continham nanopartículas, os valores foram maiores, além de haver um desvio maior dos resultados. Quando comparados com os resultados de Rivera (2020), observa-se que todas as condições apresentaram valores maiores de COF médio.

Figura 30 – Valores de coeficiente de atrito médio obtido para as diferentes condições.



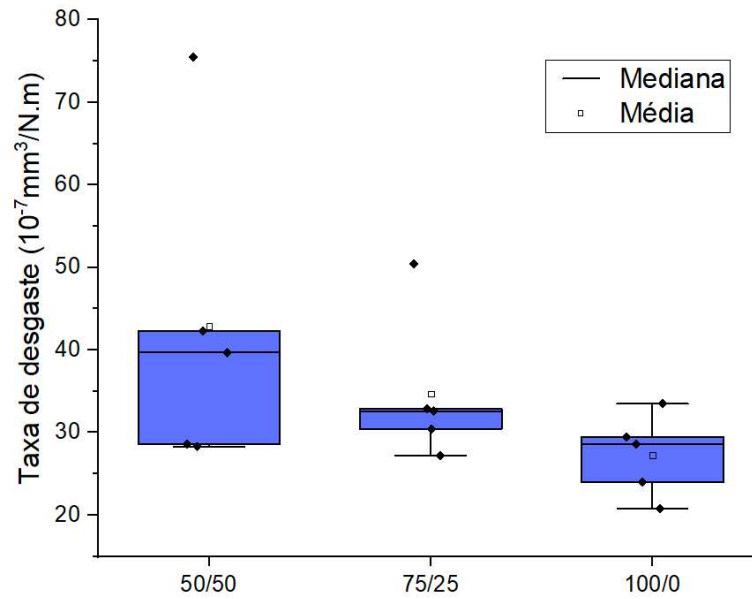
Fonte: Autoria própria.

Para as taxas de desgaste do corpo e contracorpo foram realizados gráficos *box plot* para melhor apresentação dos resultados, visto as variações que ocorreram em alguns valores.

A taxa de desgaste do corpo de cada condição foi obtida após análise das pistas no interferômetro. Como mostra a Figura 31, conforme maior a quantidade de ZnO na composição da mistura de lubrificante, maior foi o valor médio do desgaste no corpo da amostra. Nota-se que a taxa de desgaste não seguiu uma relação direta com o COF médio obtido, porém, assim como no COF, o melhor resultado obtido foi para a condição 100/0, que apresentou menor taxa de desgaste média de  $27,3 \times 10^{-7} \text{mm}^3/\text{N.m}$  e também menor variação nos resultados. Observa-se a maior dispersão obtida na condição 50/50, que apresentou média de  $42 \times 10^{-7} \text{mm}^3/\text{N.m}$ , contando com um *outlier* de aproximadamente  $75 \times 10^{-7} \text{mm}^3/\text{N.m}$ . A condição 75/25 apresenta um menor desvio em comparação com a condição 50/50, apresentando taxa de desgaste média de  $34,7 \times 10^{-7} \text{mm}^3/\text{N.m}$ . Contudo, também apresenta um *outlier*, de aproximadamente  $50 \times 10^{-7} \text{mm}^3/\text{N.m}$ , que influencia no valor médio de desgaste obtido, assim como no desvio.

É possível afirmar que a adição de nanopartículas de ZnO também não traz benefícios em relação à diminuição do desgaste no corpo do material. Além disso, com a adição de nanopartículas, o processo acaba se tornando menos estável e previsível, apresentando grandes desvios da média.

Figura 31 – Resultados de taxa de desgaste do corpo das diferentes condições analisadas.

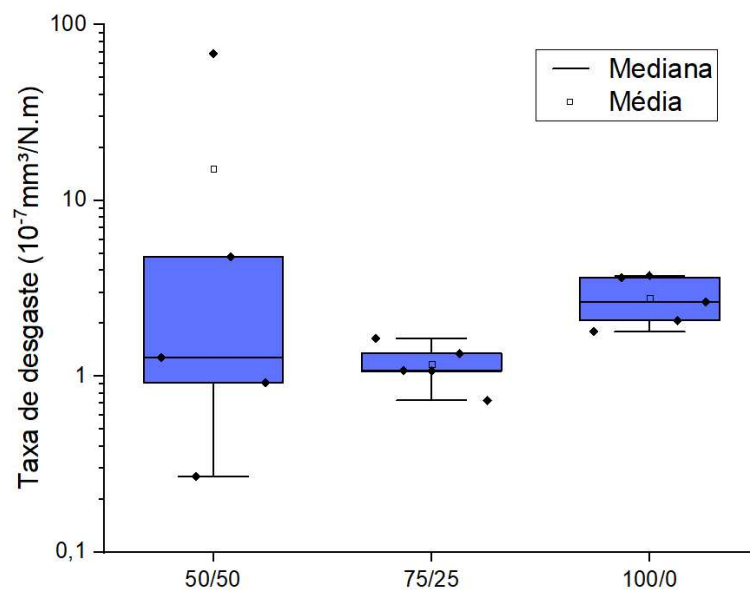


Fonte: Autoria própria.

É válido ainda mencionar que todas as condições apresentaram menor taxa de desgaste quando comparado com os valores obtidos por Rivera (2020), que utilizando grafite, apresentou em sua melhor condição uma taxa de desgaste de  $75 \pm 40 \times 10^{-7} \text{mm}^3/\text{N.m}$ .

Utilizando o microscópio óptico, foi observada a superfície desgastada dos contracorpos e assim calculado suas respectivas taxas de desgaste. O resultado obtido é ilustrado na Figura 32.

Figura 32 - Taxa de desgaste do contracorpo das diferentes condições.



Fonte: Autoria própria

Observa-se que a taxa de desgaste do contracorpo teve comportamento inversamente proporcional ao COF médio, também ao desgaste do corpo, quando comparadas as condições 75/25 e 100/0. A condição 50/50 apresentou média de  $15,2 \times 10^{-7} \text{mm}^3/\text{N.m}$ , sendo muito maior que a condição 75/25 e 100/0, que apresentaram médias de 1,17 e  $2,78 \times 10^{-7} \text{mm}^3/\text{N.m}$ , respectivamente. Houve grande dispersão obtida para esta primeira condição, que teve um *outlier* de  $68,9 \times 10^{-7} \text{mm}^3/\text{N.m}$  e valor mínimo obtido de  $0,27 \times 10^{-7} \text{mm}^3/\text{N.m}$ . Chama atenção a distância entre a média e a mediana, indicando que a distribuição além de larga, é deslocada para valores menores. Possivelmente, aumentando o número de testes realizados, a distorção da distribuição causada pelo *outlier* tenderia a ser menor. Entretanto, como mostrado no desgaste do corpo, a imprevisibilidade dos resultados com a adição das nanopartículas poderia apresentar novos *outliers*.

#### 4.3.2 Caracterização das marcas de desgaste

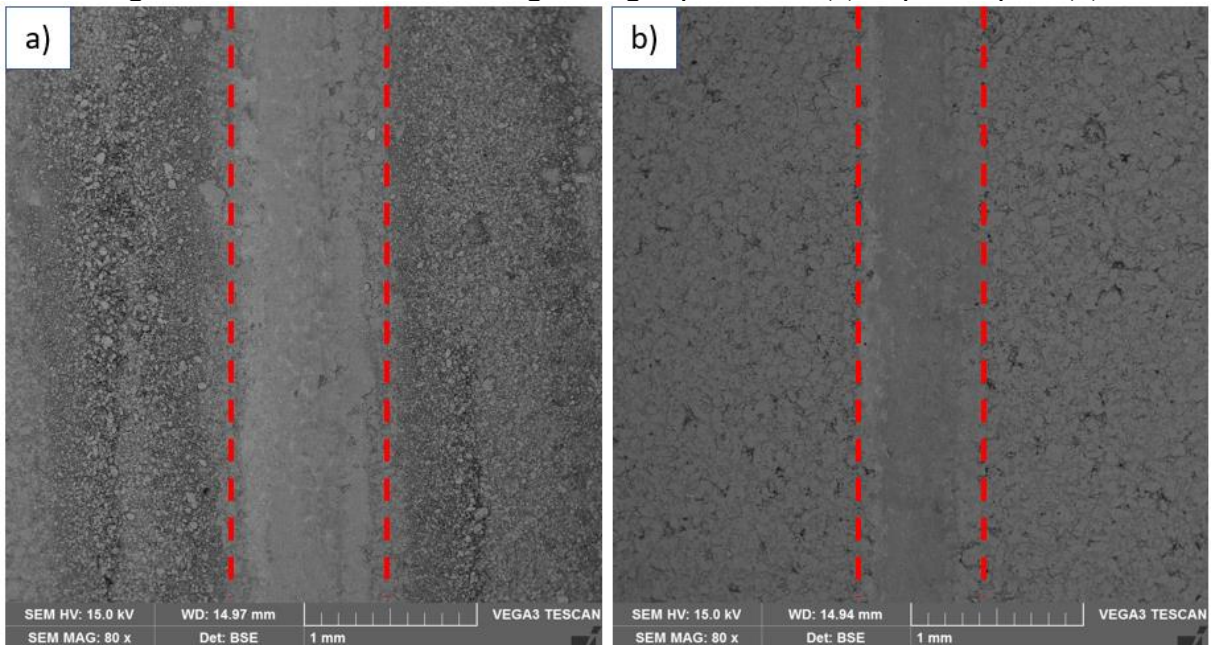
Buscando entender os resultados tribológicos obtidos, foram realizadas caracterizações das marcas de desgaste, visando identificar o mecanismo de desgaste ocorrido e as tribocamadas formadas.

Primeiramente foi realizado uma análise via MEV para avaliação da superfície de desgaste e sua tribocamada formada, assim como identificar a efetividade do método de impregnação à vácuo. A Figura 33 (a) mostra uma pista de desgaste formada logo após o teste e (Figura 33 (b)) a pista após limpeza por 10 minutos no ultrassom. Nota-se maior visibilidade da pista de desgaste, assim como a formação e aderência da tribocamada, que se manteve após limpeza.

Para maior entendimento sobre as características da tribocamada, foi realizada uma análise de mapas elementares por energia dispersiva de raios X (EDS). Na Figura 34 estão mostrados os mapas elementares da região obtida da tribocamada da condição 75/25. Observa-se a presença de Zn e O por toda camada, assim como Mo e S, provenientes dos lubrificantes. Também se observa grande concentração destes elementos nos poros, que pode ser visto no mapa elementar do ferro (amarelo) como regiões escuras. Isso comprova que houve a impregnação dos lubrificantes nos poros, que forneceram lubrificantes durante todo o teste, formando e mantendo a tribocamada protetora. Devido a semelhança e padronização das pistas formadas, conclui-se que houve a impregnação em todas as amostras. Fe, Cr, C são elementos encontrados na matriz do material.

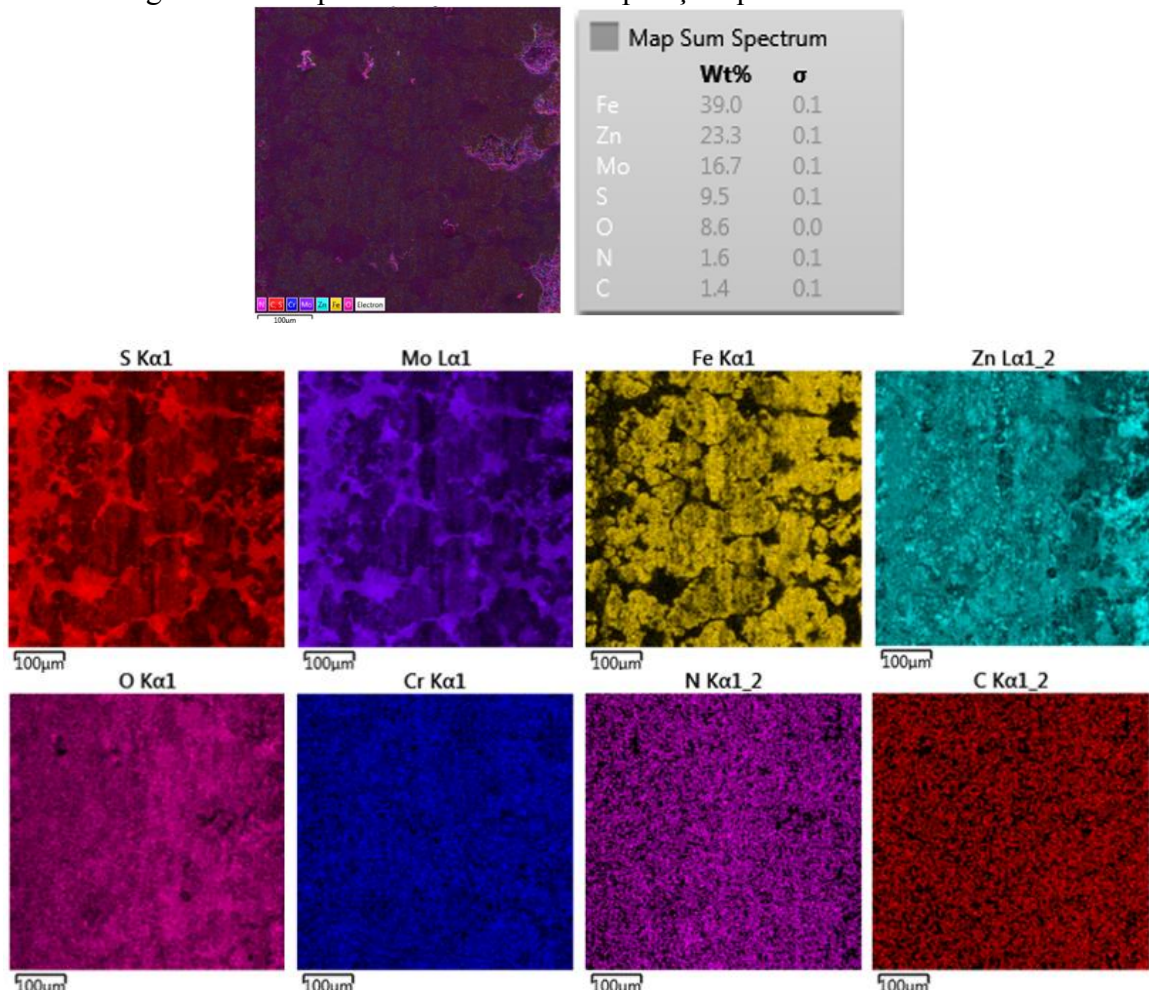


Figura 33 – Pistas do teste de desgaste logo após ensaio (a) e após limpeza (b).



Fonte: Autoria própria.

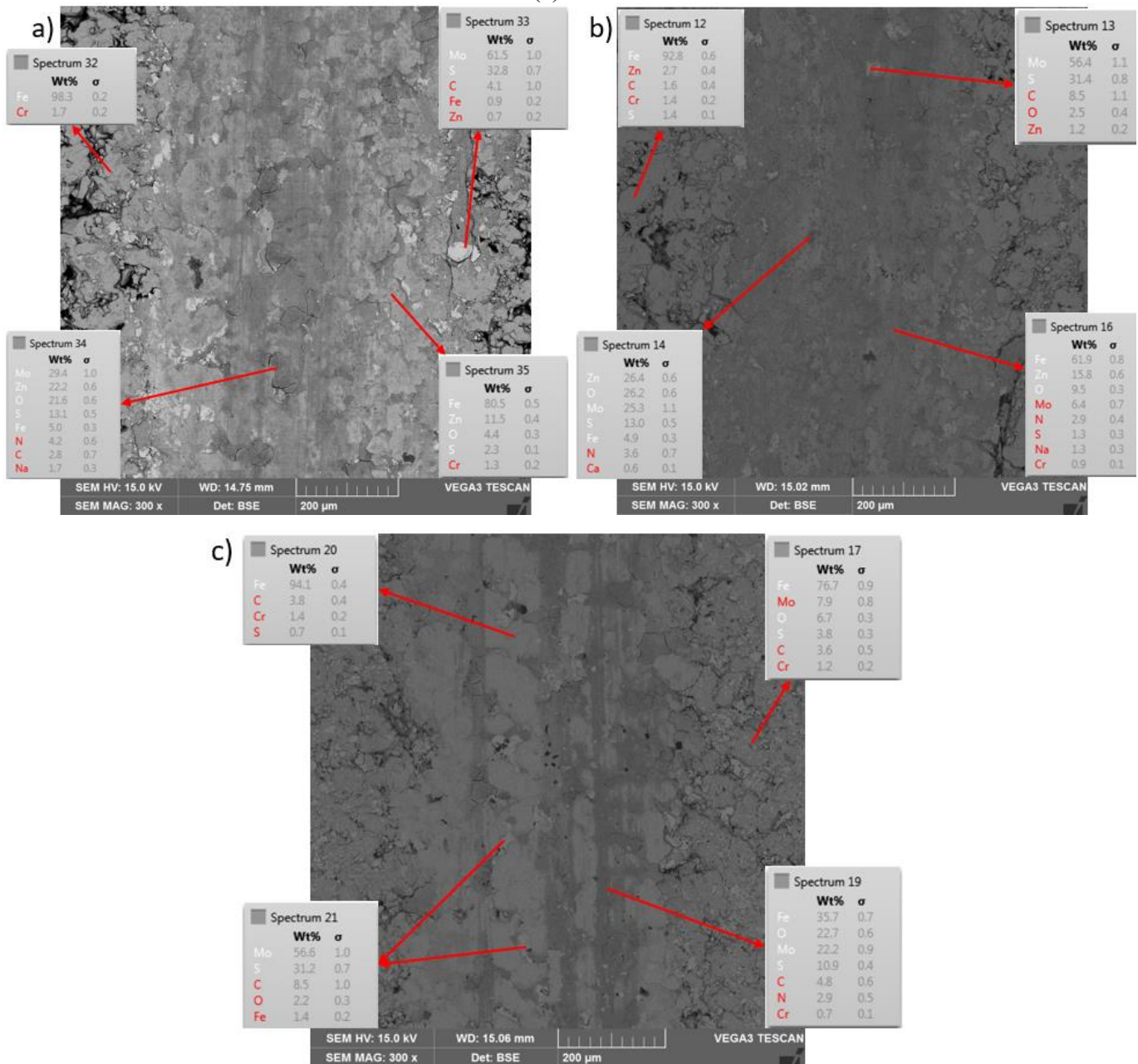
Figura 34 – Mapas elementares da composição química da tribocamada.



Fonte: Autoria própria.

Uma avaliação mais criteriosa da tribocamada de cada condição foi realizada, utilizando espectros EDS pontuais, visando observar características específicas de cada uma e ter melhor compreensão dos resultados (Figura 35).

Figura 35 – Composição química pontuais das pistas de desgaste da condição (a) 50/50, (b) 75/25 e (c) 100/0



Fonte: Autoria própria

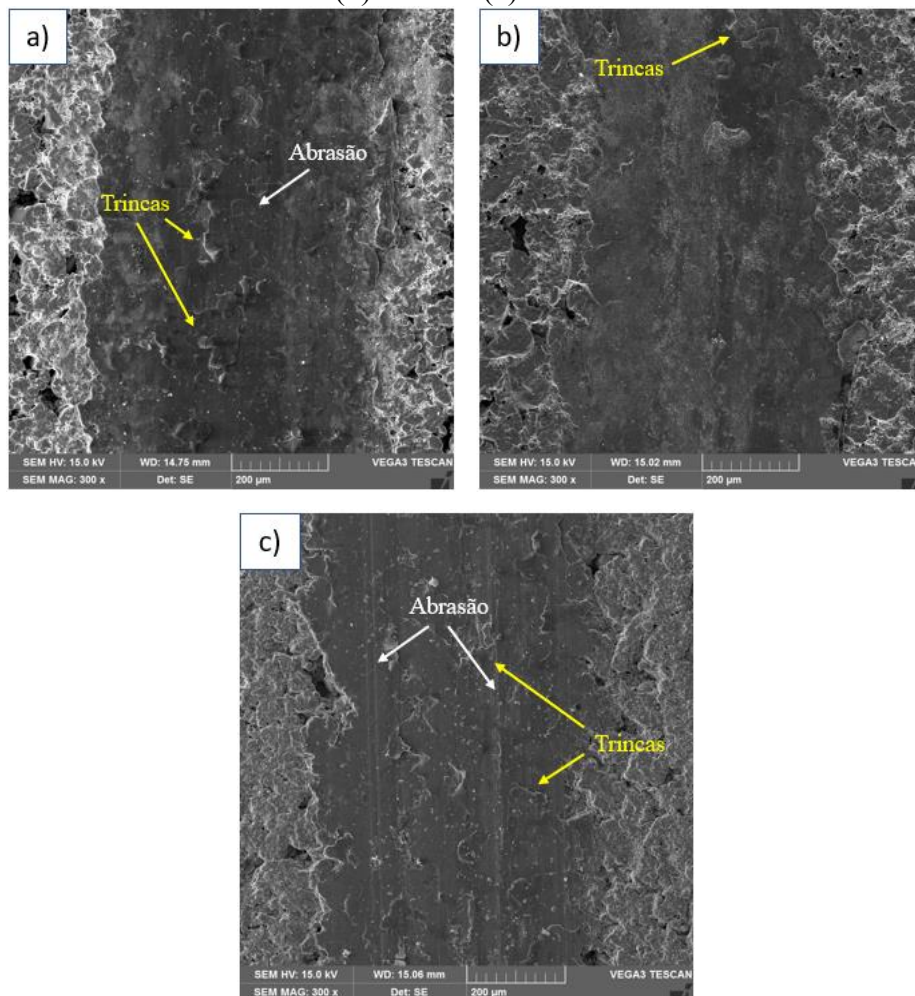
Na condição 50/50 é possível ver maior distribuição das concentrações de ZnO e MoS<sub>2</sub>, que são presentes por toda pista. A condição 75/25 também apresenta diferentes concentrações dos lubrificantes, contudo aparenta maior uniformidade da tribocamada. Já a



condição 100/0, apresenta apenas o lubrificante  $\text{MoS}_2$ , assim como o esperado. Além disso, é observado grande presença de óxido formado pelo contato tribológico, bastante visível como marcas de desgaste. Também se observa a presença de carbono em todas as condições devido a contaminação no pó de  $\text{MoS}_2$ , já evidenciado anteriormente. Neste caso, é importante destacar que materiais carbonáceos geralmente apresentam boas propriedades tribológicas, o que pode ou não ter influenciado nos resultados obtidos.

A Figura 36 ilustra a comparação das diferentes condições por meio de imagens SE obtidas no MEV, para identificar características topográficas das mesmas. Fica mais visível observar a maior uniformidade da tribocamada obtida na condição 75/25, apresentando poucas trincas e marcas de desgaste abrasivo na tribocamada, em comparação às outras condições de maior visibilidade. Este fator pode ter influenciado o menor desgaste do contracorpo apresentado pela condição 75/25.

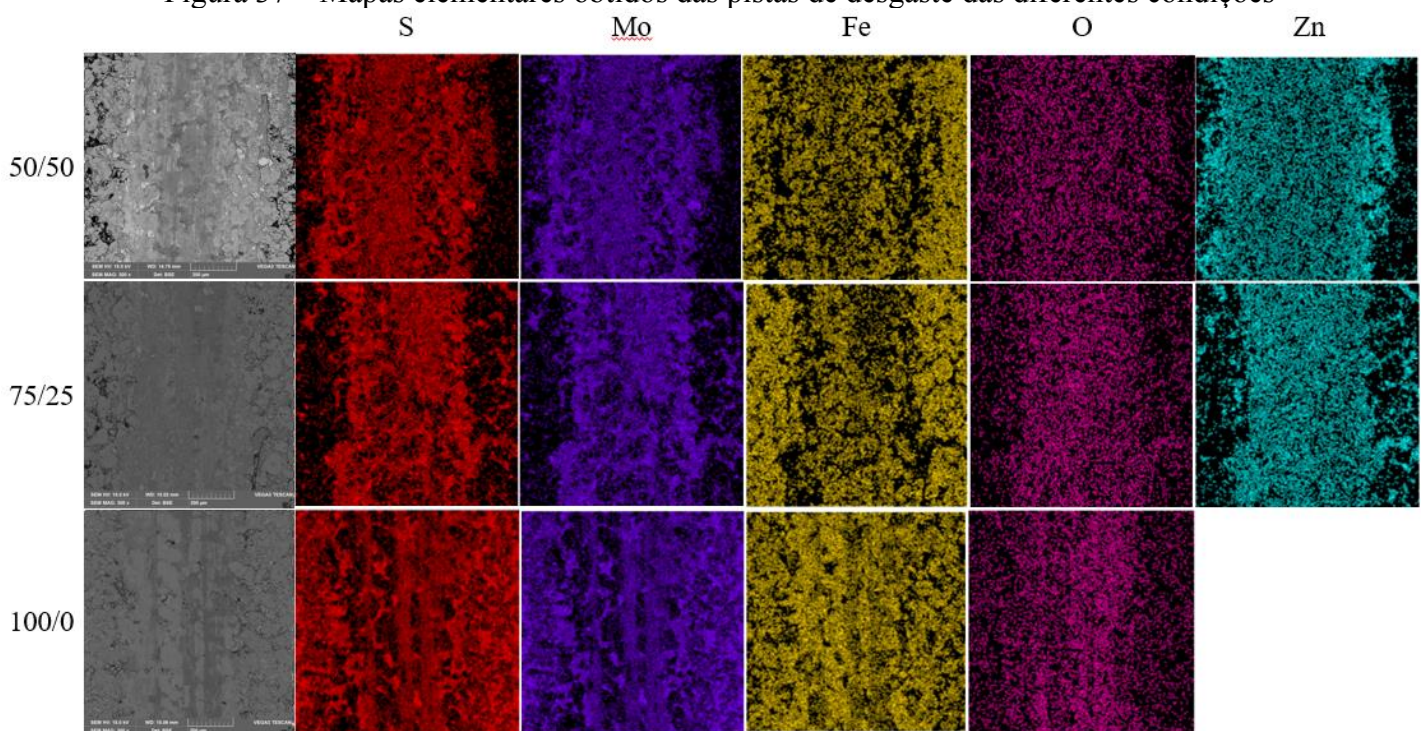
Figura 36 – Comparação da superfície das tribocamadas formadas das condições: (a) 50/50 (b) 75/25 e (c) 100/0



Fonte: Autoria própria

De modo geral, a presença dos lubrificantes é observada por toda a pista, na tribocamada formada. As regiões mais escuras apresentam maiores concentrações de óxidos, no caso óxido de zinco e outros óxidos formados durante contato tribológico, devido às pressões e aumento de temperatura pontuais provenientes do ensaio. As regiões mais claras apresentam maiores concentrações de MoS<sub>2</sub>, presente em todas as condições. A Figura 37 apresenta os mapas elementares das pistas das condições, sendo bem visível a concentração do oxigênio nas regiões mais escuras, bastante presente na condição 100/0.

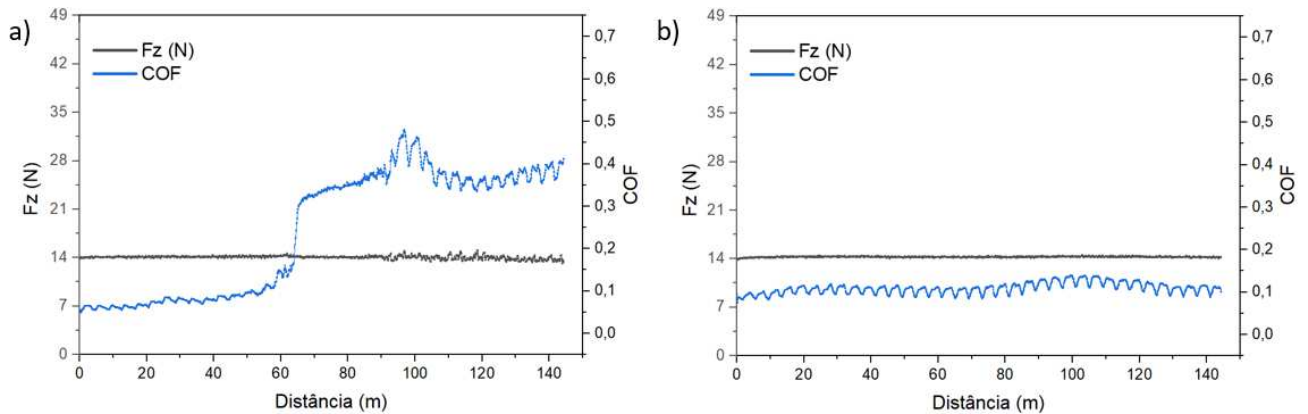
Figura 37 – Mapas elementares obtidos das pistas de desgaste das diferentes condições



Fonte: Autoria própria

Em relação à taxa de desgaste do contracorpo, foi observado na condição 50/50 a maior taxa de desgaste, sendo bastante influenciado pelo *outlier* obtido. A Figura 38 ilustra a comparação da curva do teste de resistência ao desgaste do *outlier* e do resultado típico obtido para esta condição.

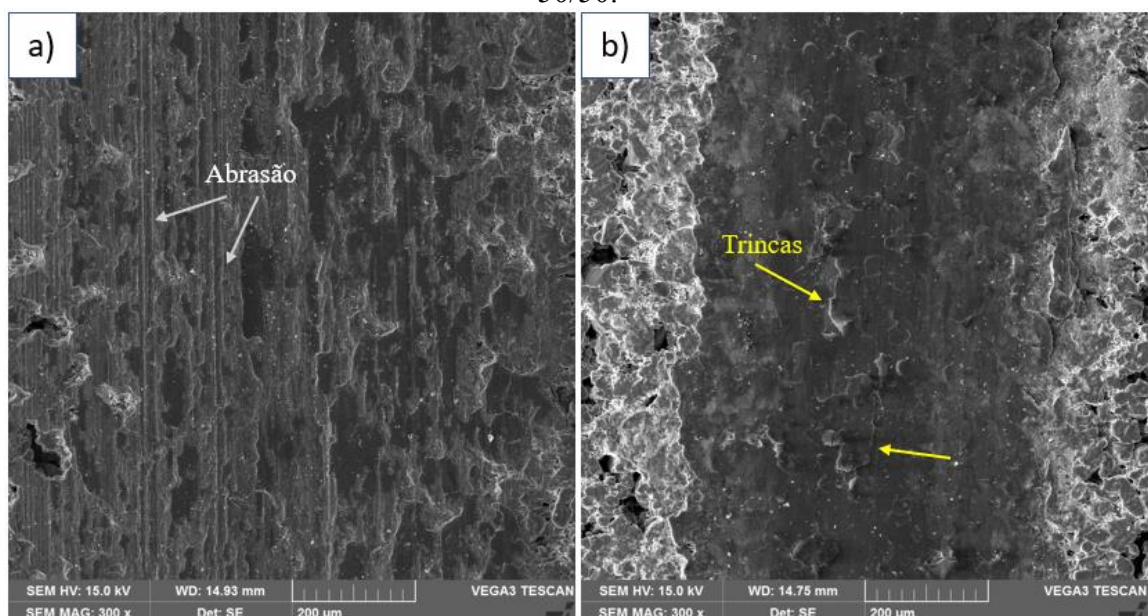
Figura 38 – Resultado do teste de resistência ao desgaste referentes ao (a) *outlier* e (b) resultado típico da condição 50/50.



Fonte: Autoria própria.

Nota-se que o *outlier* não apresentou regime de lubricidade até o fim do teste, o que acarretou no desgaste severo do corpo e contracorpo. As pistas foram analisadas via MEV e estão mostradas na Figura 39. É possível observar primeiramente a diferença no tamanho das pistas, no qual se utilizando mesmas ampliações, acaba não sendo possível observar as bordas da pista do *outlier* (Figura 39 (a)) devido ao desgaste excessivo ocorrido. Observa-se também as marcas do desgaste abrasivo bastante evidentes nesta pista. Na Figura 39 (b), observa-se a tribocamada protetora bem definida, com trincas presentes, como já documentado anteriormente.

Figura 39 – Pistas de desgaste referentes ao (a) *outlier* e (b) resultado típico da condição 50/50.

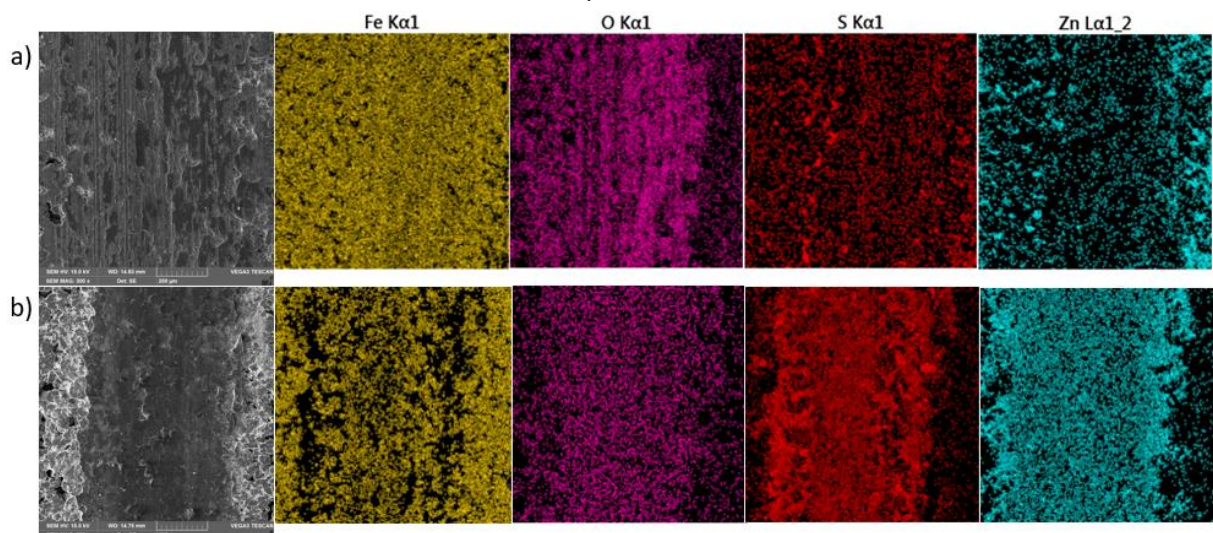


Fonte: Autoria própria



A Figura 40 mostra os mapas elementares das duas pistas. Nota-se que a pista do *outlier* (Figura 40 (a)) apresentou bastante quantidades de óxido, identificadas nas regiões mais escuras da microscopia, e pouquíssima quantidade dos lubrificantes sólidos, presentes apenas em alguns estoques restantes, conforme mapa do S e Zn. Para a pista do resultado típico (Figura 40 (b)), os lubrificantes estão presentes por toda tribocamada, sendo bastante uniforme, com algumas concentrações de lubrificante em estoques nas laterais da pista. Como observação, no EDS realizado do *outlier* não foi capturado Mo, porém seu mapa é bastante semelhante ao do S, por serem os compostos do mesmo material. Sendo assim, além dos resultados tribológicos serem bastante distintos destas duas pistas, suas marcas de desgaste e tribocamadas também apresentam diferenças significativas entre si.

Figura 40 – Mapas elementares das pistas referentes ao (a) *outlier* e (b) resultado típico da condição 50/50.

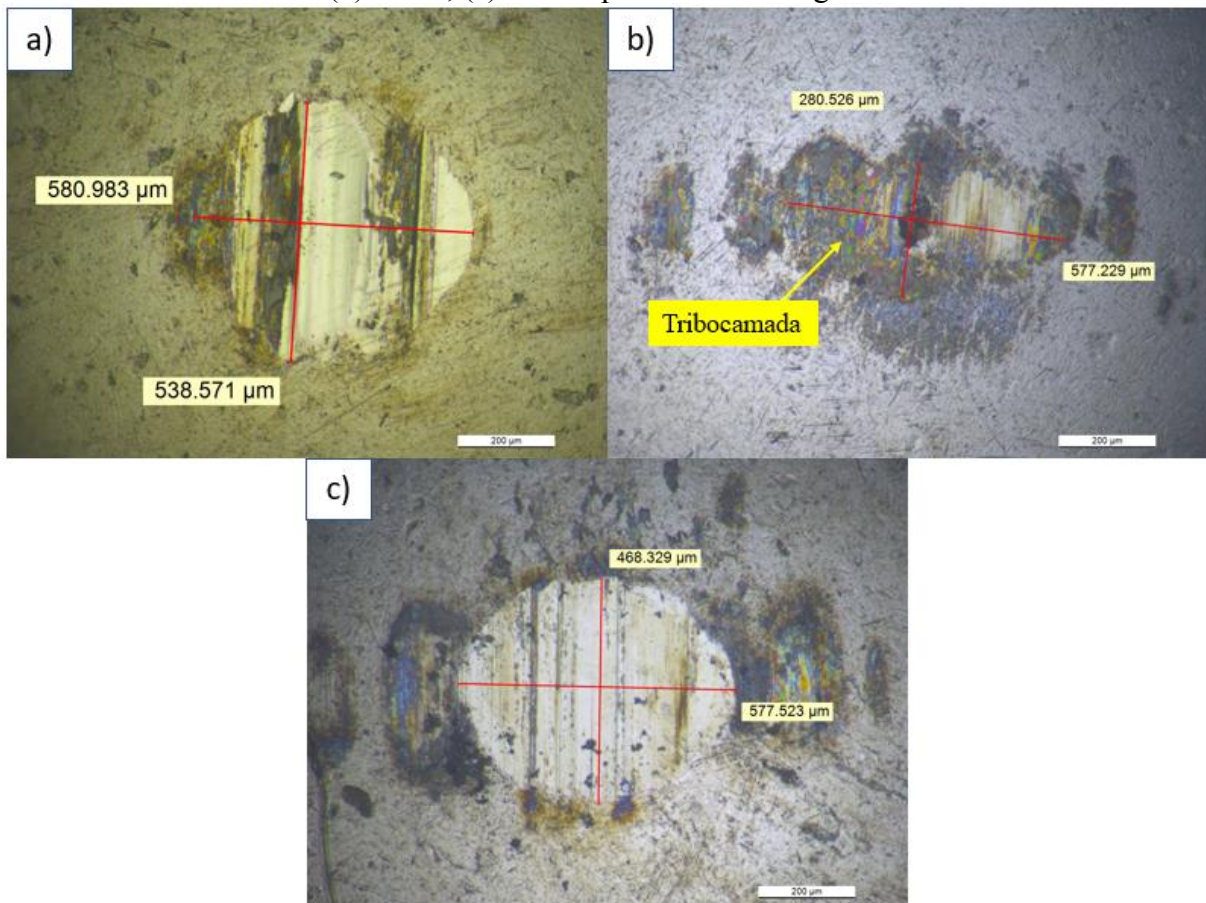


Fonte: Autoria própria

A menor taxa de desgaste média no contracorpo foi obtida para condição 75/25, no qual foi observado que para esta condição, formaram-se tribocamadas bastante presentes na região de contato do contracorpo em todos os testes. Supõe-se que este fator foi determinante para obtenção de menor valor da taxa de desgaste. A Figura 41 apresenta a micrografia das superfícies de desgaste das diferentes condições, onde é possível observar as marcas de desgaste abrasivo sofrido pelo contato e movimento relativo com o aço sinterizado. No caso da condição 75/25 (Figura 41 (b)), aparece uma tribocamada evidente envolvendo a marca e inclusive cobrindo o centro da imagem, enquanto nas demais condições as tribocamadas aderidas são significativamente menores/menos presentes. Essa condição de 75/25 foi a única que conseguiu

apresentar menor taxa de desgaste do contracorpo do que obtido por Rivera (2020), o qual o valor médio de  $1,5 \times 10^{-7} \text{mm}^3/\text{N.m}$ , resultado que está relacionado com a presença constante destas tribocamadas por toda a marca de desgaste.

Figura 41 – Comparação das superfícies desgastadas dos contracorpos da condição (a) 50/50; (b) 75/25; (c) 100/0 após testes de desgaste.

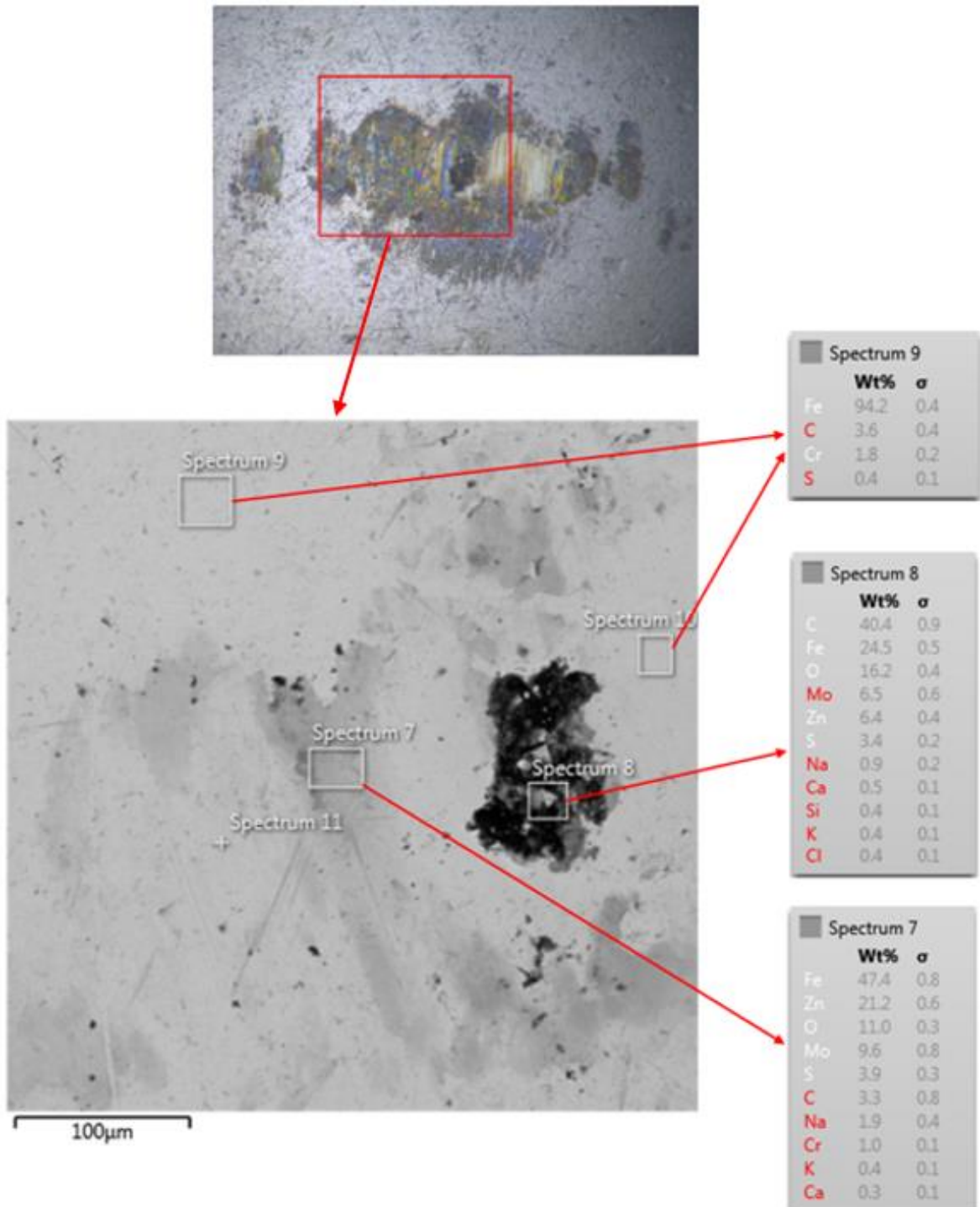


Fonte: Autoria própria.

Com objetivo de compreender esse resultado, o contracorpo da condição 75/25 foi analisado via MEV para avaliar a tribocamada formada, assim como determinar a sua composição química. A Figura 42 mostra a microscopia óptica e eletrônica realizada no contracorpo. Os espectros de EDS mostram a composição em cada ponto medido. É possível observar que na tribocamada formada há grande presença dos lubrificantes sólidos utilizados (Spectrum 7), fato esse que pode explicar a menor taxa de desgaste obtida do contracorpo. Também se observa uma grande região com concentração de carbono no espectro 8, muito provavelmente de uma contaminação durante o processo. Vale ressaltar novamente que materiais carbonáceos geralmente apresentam boas propriedades tribológicas. Destaca-se também a presença de Zn, proveniente das nanopartículas de ZnO, espalhadas pela marca de

desgaste (Spectrum 7), assim como a presença de óxidos na superfície (Spectrum 7 e 8), elemento químico comum em tribocamadas e associado a oxidação da superfície, derivado do aquecimento provocado pelo contato e movimento relativo.

Figura 42 – Composição química pontuais do desgaste do contracorpo.



Fonte: Autoria própria.



## 5 CONCLUSÃO

Neste estudo, avaliou-se o desempenho tribológico das diferentes proporções de mistura dos lubrificantes MoS<sub>2</sub> e ZnO nanoestruturado, impregnados em material poroso. Com base nos objetivos propostos e resultados obtidos deste trabalho, foi possível concluir que:

- Conseguiu-se reproduzir com êxito as amostras sinterizadas, que apresentaram propriedades mecânicas bastante próximas das obtidas no trabalho de Rivera (2020);
- A impregnação de materiais porosos utilizando MoS<sub>2</sub> e ZnO conseguiu promover lubricidade ao sistema, sendo possível obter valores de COF de 0,112.
- Os valores médios de durabilidade obtidos para cada condição foram semelhantes, sendo também muito próximos do que obtido por Rivera (2020);
- De modo geral, a adição de nanopartículas de ZnO não trouxe vantagens em termos de diminuição do coeficiente de atrito e desgaste do corpo. Contudo, houve aumento na resistência ao desgaste do contracorpo para condição de 75/25.
- Todas as condições estudadas apresentaram menor taxa de desgaste do corpo comparadas com as obtidas por Rivera (2020), com a condição 100/0 apresentando menor desgaste. Para o corpo, o desgaste foi proporcional a quantidade de ZnO na mistura dos lubrificantes, com a condição 50/50 apresentando maior valor;
- Houve formação de tribocamada protetora em todas as condições, com bastante concentração dos lubrificantes ZnO e MoS<sub>2</sub>.

## 6 SUGESTÃO DE TRABALHOS FUTUROS

Como sugestão para trabalhos futuros, recomenda-se:

- Analisar o desempenho tribológico de diferentes concentrações de mistura de ZnO e MoS<sub>2</sub>, a fim de observar uma condição ideal que apresente melhores resultados.
- Utilizar outras técnicas de caracterização, como espectroscopia Raman, para melhor entendimento e avaliação das tribocamadas formadas em cada uma das condições.
- Avaliar o desempenho tribológico da mistura de outros lubrificantes no processo de impregnação à vácuo.
- Estudar o comportamento da mistura MoS<sub>2</sub> e ZnO em escala nanométrica das partículas.
- Analisar a contaminação do carbono presente nas partículas de MoS<sub>2</sub>, visando identificar sua influência nos resultados tribológicos obtidos.

## 7 REFERÊNCIAS

- ALLAM, I.M. Solid lubricants for applications at elevated temperatures. *J Mater Sci* **26**, 3977–3984 (1991). <https://doi.org/10.1007/BF00553478>
- ANSELMO, Letícia Maria. Estudo da calibração e da lubrificação fluida nas propriedades tribológicas de compósitos autolubrificantes produzidos via metalurgia do pó. 2022. 91 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciência e Engenharia de Materiais, Centro Tecnológico, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2022.
- ASM INTERNATIONAL HANDBOOK COMMITTEE. Volume 7: Powder Metal Technologies and Applications. Ohio: ASM International, 1998.
- ASM INTERNATIONAL HANDBOOK COMMITTEE. Metals Handbook Desk Edition. 2. ed. Ohio: ASM International, 1998.
- BAYER, R. J. Mechanical Wear Fundamentals and Testing, Revised and Expanded. [s.l.] CRC Press, 2004.
- BHUSHAN, B. Introduction to Tribology. New York: John Wiley & Sons, 2002.
- BS POWDER METALLURGY (São Paulo). Metalurgia do pó. Disponível em: <https://bspm.com.br/metalurgia-do-po/>. Acesso em: 26 nov. 2023.
- BINDER, Cristiano. 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 Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2009.
- BLAU, P. J. The significance and use of the friction coefficient. *Tribology International*, v. 34, n. 9, p. 585–591, 1 set. 2001.
- BORYSIEWICZ, M. A. ZnO as a Functional Material, a Review. *Crystals*, v. 9, n. 10, p. 505, out. 2019.
- CONSONI, Deise Rebelo. Estudo do Processo de Obtenção de Dissulfeto de Molibdênio por Plasma DC. 2008. 90 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciência e Engenharia de Materiais, Centro Tecnológico, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2008.

CZICHOS, H.; “Tribology: a systems approach to the science and technology of friction, lubrication, and wear (Tribology series, 1)”, Elsevier Science, 1st edition, 1978.

DE MELLO, J. D. B. et al. Effect of compaction pressure and powder grade on microstructure and hardness of steam oxidised sintered iron. *Powder Metallurgy*, v. 44, n. 1, p. 53–61, 19 jan. 2001.

DE MELLO, J. D. B. et al. Tribological behaviour of sintered iron based self-lubricating composites. *Friction*, v. 5, n. 3, p. 285–307, set. 2017.

DIN 50320: Verschleiß - Begriffe, Analyse von Verschleißvorgängen, Gliederung des Verschleißgebietes. Beuth Verlag, Berlin 1979.

DO VALE, João Luiz. Estudo do Comportamento Tribológico do politetrafluoretileno em deslizamento sem lubrificação contra aço inoxidável, Dissertação de Mestrado, UTFP, 2014.

ERDEMIR, A. In: BHUSHAN, B. (Ed.). *Modern Tribology Handbook*: CRC Press, v.II, 2001. p.787–825.

ESSA, F. A. et al. Effects of ZnO and MoS<sub>2</sub> Solid Lubricants on Mechanical and Tribological Properties of M50-Steel-Based Composites at High Temperatures: Experimental and Simulation Study. *Tribology Letters*, v. 65, n. 3, p. 97, 22 jun. 2017a.

ESSA, F. A. et al. Improved Friction and Wear of M50 Steel Composites Incorporated with ZnO as a Solid Lubricant with Different Concentrations Under Different Loads. *Journal of Materials Engineering and Performance*, v. 26, n. 10, p. 4855–4866, 1 out. 2017b.

ESSA, F. A.; ZHANG, Q.; HUANG, X. Investigation of the effects of mixtures of WS<sub>2</sub> and ZnO solid lubricants on the sliding friction and wear of M50 steel against silicon nitride at elevated temperatures. *Wear*, v. 374–375, p. 128–141, 15 mar. 2017.

FURLAN, Kaline Pagnan. Desenvolvimento de Compósito Autolubrificante de Matriz Ferrosa Contendo MoS<sub>2</sub>. 2016. 236 f. Tese (Doutorado) - Curso de Ciência e Engenharia de Materiais, Centro Tecnológico, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2016.

GERMAN, R. M. *Powder Metallurgy & Particulate Materials Processing*. Princeton: Metal

GIACOMELLI, Renan Oss. Metodologia para investigação do desempenho tribológico de lubrificantes sólidos na macroescala aplicada a grafeno e carbono derivado de carbetos. 2020. 148 f. Tese (Doutorado) - Curso de Ciência e Engenharia de Materiais, Centro Tecnológico, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2020.

GIAROLLO, Daniela & MAZZAFERRO, Cintia. (2018). Influência das Microestruturas Resultantes no Desgaste Abrasivo e por Deslizamento de um Aço Estrutural ASTM A242 Soldado pelo Processo MAG. *Soldagem & Inspeção*. 23. 191-204. 10.1590/0104-9224/si2302.07.

HÖGANAS. Sintering. In: HÖGANAS (Ed.). *PM-School Handbook 2: Production of Sintered Components*. 1st. ed. Höganäs: Höganäs, 2013.

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

HUTCHINGS, Ian; SHIPWAY, Philip. *TRIBOLOGY: Friction and wear of engineering materials*. Second Editions ed. Cambridge, MA: Elsevier, 2017.

Islam, Md. Tariqul, Arieana Dominguez, Bonifacio Alvarado-Tenorio, Ricardo A. Bernal, Milka O. Montes, e Juan C. Noveron. “Sucrose-Mediated Fast Synthesis of Zinc Oxide Nanoparticles for the Photocatalytic Degradation of Organic Pollutants in Water”. *ACS Omega* 4, nº 4 (10 de abril de 2019): 6560–72. <https://doi.org/10.1021/acsomega.9b00023>.

Jost, H. P., 1990, “Tribology-origin and future”, *Wear*, v.136, pp.1-17.

JOST, P. Jost Report. London. 1966.

KHORT, A. et al. Corrosion and transformation of solution combustion synthesized Co, Ni and CoNi nanoparticles in synthetic freshwater with and without natural organic matter. *Scientific Reports*, v. 11, n. 1, p. 7860, 12 abr. 2021.

KOŁODZIEJCZAK-RADZIMSKA, A.; JESIONOWSKI, T. Zinc Oxide—From Synthesis to Application: A Review. *Materials*, v. 7, n. 4, p. 2833–2881, abr. 2014.

LANSDOWN, A.R. *Molybdenum Disulphide Lubrication*, Swansea. UK: tribology Series, 35. Editor: D. Dowson. Elsevier, 1999. 380p.

LEE, W. E.; REINFORTH, W. M. (1994) Ceramic microstructure property control by processing. London: Chapman & Hall, p. 03-64.

MAIER, Marco Antônio Lopes. Desenvolvimento de Bancada para Estudos Tribológicos em Mancais Deslizantes. 2016. 107 f. TCC (Graduação) - Curso de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Juiz de Fora, Juiz de Fora, 2016.

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>.

MIYOSHI, Kazuhisa. Solid Lubricants Fundamentals and Applications: introduction and background. Cleveland: National Aeronautics And Space Administration, 1996.

MOEZZI, A.; MCDONAGH, A. M.; CORTIE, M. B. Zinc oxide particles: Synthesis, properties and applications. Chemical Engineering Journal, v. 185–186, p. 1–22, mar. 2012.

NASCIMENTO, C. C.; BRETAS, R. E. S.; MORELLI, M. R. Síntese da perovskita  $[\text{KNbO}_3]_{0,9}[\text{BaNi}_{0,5}\text{Nb}_{0,5}\text{O}_{3-\delta}]_{0,1}$  por combustão em solução. Cerâmica, v. 65, p. 45–53, mar. 2019.

NEALE, Michael J.. The Tribology Handbook. Surrey: Butterworth-Heinemann, 1995. Powder Industries Federation, 2005.

NOVITSKAYA, E. et al. A review of solution combustion synthesis: an analysis of parameters controlling powder characteristics. International Materials Reviews, v. 66, n. 3, p. 188–214, 3 abr. 2021.

PIGOSSO, Tainá. N-doped zinc oxide nanoparticles obtained by solution combustion synthesis for the photocatalytic removal of tetracycline hydrochloride. 2022. 96 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciência e Engenharia de Materiais, Centro Tecnológico, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2022.

POQUILLON, D. et al. Cold compaction of iron powders—relations between powder morphology and mechanical properties. Powder Technology, v. 126, n. 1, p. 75–84, 2002.

REN, B. et al. Tribological properties and anti-wear mechanism of ZnO@graphene core-shell nanoparticles as lubricant additives. *Tribology International*, v. 144, p. 106114, abr. 2020.

RIVERA, Nicolás Ignacio Araya. 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 Ciência e Engenharia de Materiais, Centro Tecnológico, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2020.

ROMERO, M. et al. On the tribological behavior of cobalt-based nanocomposite coatings containing ZnO@Graphene oxide core-shell nanoparticles. *Wear*, 24th International Conference on Wear of Materials. v. 522, p. 204835, 1 jun. 2023.

SINATORA, Amilton. Tribologia: um resgate histórico e o estado da arte. 2005. Professor Titular – Universidade de São Paulo, São Paulo, 2005. . Acesso em: 11 out. 2023.

SOUZA, Eduardo Moraes. Desenvolvimento de compósito de matriz ferro-níquel reforçado por carbetto de nióbio formado in situ durante a sinterização. 2022. 141 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciência e Engenharia de Materiais, Centro Tecnológico, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2022.

THÜMMLER, F.; OBERACKER, R.. An Introduction to Powder Metallurgy. London: The Institute Of Materials, 1993.

TONIOLO, Juliano Cantarelli. Influência da Razão Combustível-Oxidante nas Características de Óxidos Nanoestruturados Sintetizados por Combustão em Solução. 2009. 156 f. Tese (Doutorado) - Curso de Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2009.

VALE, João Luiz do. Estudo do Comportamento Tribológico do Politetrafluoretileno em Deslizamento sem Lubrificação Contra Aço Inoxidável. 2014. 182 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2014.

VALENTINA, C. et al. Nanostructured ZnO Materials: Synthesis, Properties and Applications. *Handbook of Nanomaterials Properties*, p. 137–177, 1 mar. 2014.