

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL

Escola de Engenharia

Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais - PPGE3M

Verificação da adição de Cinza Leve no composto Ferro-Cobre-Grafite para fabricação de anéis de selos mecânicos pelo processo de metalurgia do pó convencional.

Clayton André Oliveira da Motta
Engenheiro Mecânico

Dissertação para obtenção do título de Mestre
em Engenharia

PORTO ALEGRE

2014

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL

Escola de Engenharia

Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais - PPGE3M

Verificação da adição de Cinza Leve no composto Ferro-Cobre-Grafite para fabricação de anéis de selos mecânicos pelo processo de metalurgia do pó convencional

Clayton André Oliveira da Motta

Engenheiro Mecânico

Trabalho realizado no Centro de Tecnologia da Escola de Engenharia da UFRGS, dentro do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais - PPGE3M, como parte dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia.

Área de Concentração: Processos de fabricação

PORTO ALEGRE

2014

Esta Dissertação foi julgada adequada para obtenção do título de Mestre em Engenharia, área de concentração de Processos de fabricação e aprovada em sua forma final, pelo Orientador e pela Banca Examinadora do Curso de Pós-Graduação.

Orientador: Prof. Dr. Ing. Lirio Schaeffer

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Eng^o José Carlos Krause de Verney - ULBRA

Dr. Eng^o Arão de Matos Dias - Tecsinter Metalurgia

Prof. Dr. Eng^o Eduardo Osório - UFRGS

Prof. Dr. Telmo Roberto Strohaecker

Coordenador do PPGE3M

Dedico a minha esposa
Elisete Langner Marques da Motta
E a minha mãe
Aida Oliveira da Motta
(*in memoriam*)

AGRADECIMENTOS

À Deus, pois sem ele nada é possível.

Ao Professor Dr. Ing Lirio Schaeffer, pela orientação dedicada e objetiva, pela confiança e grande ajuda e pelo trabalho sério e dinâmico que comigo desenvolveu.

Ao Mestre em Engenharia Vinícius Martins, pelo apoio oferecido no desenvolvimento dos relatórios e resultados atingidos.

Ao Mestre em Engenharia José de Souza, por toda contribuição que me ofereceu tanto nos experimentos, como na interpretação dos mesmos.

Aos colaboradores do Laboratório de Transformação Mecânica e Mestres em Engenharia Uilian Boff e Maiquel Emersom Pfingstag pelas inúmeras vezes que me auxiliaram com tempo e equipamentos para que eu pudesse desenvolver este trabalho e enriquecer minhas faculdades.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Trabalhos desenvolvidos pelo LdTM da UFRGS.....	20
Figura 2 - Visualização das partículas de cinza volante.....	25
Figura 3 - Diagrama de fases $Al_2O_3 - MgO$	28
Figura 4 - Diagrama de fases sílica-alumina.	29
Figura 5 - microscopia eletrônica de varredura (MEV), de um compósito cerâmico KSN com adição de CuO sinterizados: (a) cerâmica KSN; (b) cerâmica KSN dopada com 0,5% CuO e (c) cerâmica KSN dopada com 1,0% CuO	33
Figura 6 - Moinho de bola.	36
Figura 7 - Etapas da sinterização.....	39
Figura 8 - Comportamento da compressibilidade de pós duros e dúcteis.	40
Figura 9 - Representação das partículas de pó após a compactação.	41
Figura 10 – (a) micrografia de um compósito $WC-20Ni$ sinterizado (100X) e (b) micrografia do sinterizado $90Cu10Sn$. Aumento (400x).	42
Figura 11 - Diagrama dos processos de desgaste em função do elemento interfacial e do tipo de movimento das interfaces.	46
Figura 12 - Imagem MEV de um espinélio de $CuFeCrO_4$ a $900^\circ C$ com ampliação de 2500X.	48
Figura 13 - Posicionamento de um selo mecânico em bombas centrífugas.....	48
Figura 14 - Ilustração das partes construtivas de um selo mecânico “não cartuchado”.....	49
Figura 15 - Fluxograma de desenvolvimento do trabalho.....	51
Figura 16 - Conjunto de ferramentas para geração dos compostos A,B,C com cinza e Sem cinza.....	52
Figura 17 - Misturador duplo cone.....	58
Figura 18 - Área de depósito do pó solto.	59
Figura 19 - Balança de precisão e recipiente com água.	59
Figura 20 - Prensa de compactação.	60
Figura 21 - Forno poço SANCHIS.....	61
Figura 22 - Equipamento para análise de MEV e EDS.....	62
Figura 23 - Ensaio de microdureza Vickers para sinterizados.	62
Figura 24 - Equipamento de ensaio de dureza Brinell.	63
Figura 25 - Equipamento de desgaste por tribologia.....	63
Figura 26 - Equipamento de perfilometria.	64

Figura 27 – Dimensional de referência para as amostras A,B,C e SC.	64
Figura 28- Voltímetro.	65
Figura 29 - Equipamento de medida da condução elétrica dos compósitos.	65
Figura 30 – Massa específica aparente dos constituintes químicos utilizados na formulação dos compostos.	67
Figura 31 – Massa específica aparente dos compostos gerados.	67
Figura 32 - Compressibilidade dos compostos A, B, C e SC.	68
Figura 33 - Ilustração dos compostos A, B e C após a sinterização.	69
Figura 34 - Peças do composto SC sinterizado.	69
Figura 35 - Densidade dos compostos (ligas) A, B, C e SC após a sinterização.	70
Figura 36 - Microscopia dos compósitos com cinza leve (a) e sem cinza leve (b).	71
Figura 37 - Micrografia das amostras dos compostos A, B, C e SC, (50x), atacado com Nital 2%.	72
Figura 38 - Composto sinterizado $75Fe25Cu$	73
Figura 39 - Microscopia eletrônica de varredura da peça sinterizada, referente ao composto A (4,8% cinza leve).	73
Figura 40 - Microscopia eletrônica de varredura da amostra sinterizada SC.	74
Figura 41 - Micrografia de compósito sinterizado (1) $FeSiC$, (2) $FeSiC$ e $0,8C$	75
Figura 42 - Amostra sinterizada referente ao composto A com análise do EDS ($spectrum^1$).	75
Figura 43 - Amostra sinterizada referente ao composto A com análise do EDS ($spectrum^2$).	76
Figura 44 - Amostra sinterizada referente ao composto A com análise do EDS ($spectrum^3$).	76
Figura 45 - Análise de EDS amostra sinterizada do composto sem cinza, $spectrum^1$	77
Figura 46 - Análise de EDS amostra sinterizada do composto sem cinza, $spectrum^2$	77
Figura 47 - Valores de dureza Brinell para ligas Fe-Cu em diferentes balanços.	78
Figura 48 - Ensaio de desgaste tribológico amostra do composto A.	80
Figura 49 - Ensaio de desgaste tribológico amostra do composto B.	80
Figura 50 - Ensaio de desgaste tribológico amostra do composto C.	81
Figura 51 - Ensaio de Perfilometria da amostra do composto A.	82
Figura 52 - Ensaio de Perfilometria da amostra do composto B.	82
Figura 53 - Ensaio de Perfilometria da amostra do composto C.	83
Figura 54 - Ensaio de desgaste tribológico amostra do compósito sem cinza.	83
Figura 55 - Ensaio de perfilometria formato 2D do composto SC.	84
Figura 56 - Ensaio de perfilometria formato 3D do composto SC.	84
Figura 57 - Variação da altura das peças em função da pressão aplicada.	85

Figura 58 – Análise dos diâmetros das amostras após a sinterização.	87
Figura 59 - Gráfico da condutividade elétrica do composto SC.	88
Figura 60 - Gráfico da condutividade elétrica do composto A.	89
Figura 61 - Gráfico da condutividade elétrica do composto B.....	89
Figura 62 - Gráfico da condutividade elétrica do composto C.....	90
Figura 63 - Comportamento da resistividade elétrica dos compostos SC, A, B e C.	91

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Propriedades do carvão mineral.	22
Tabela 2 - Elementos presentes nas cinzas de fundo e leve.	23
Tabela 3 - Propriedades do pó de cobre obtido por diferentes métodos.....	31
Tabela 4 - Classificação do cobre e suas ligas.	32
Tabela 5 - Cerâmica sinterizada.	35
Tabela 6 - Recomendação de parâmetros para verificação da dureza Brinell em sinterizados.	43
Tabela 7 - Representação em massa dos elementos presentes no composto A.....	55
Tabela 8 - Representação em massa dos elementos presentes no composto B.	55
Tabela 9 - Representação em massa dos elementos presentes no composto C.	56
Tabela 10 - Certificado das propriedades químicas presentes no pó de Ferro.	56
Tabela 11 - Propriedades físicas do pó de Ferro	57
Tabela 12 - Tabela das granulometrias do pó de Ferro.	57
Tabela 13 - Especificações técnicas do pó de cobre eletrolítico.	57
Tabela 14 - Tamanho médio das partículas dos pós.....	71
Tabela 15 - Verificação da dureza <i>Brinell</i> das amostras dos compósitos A, B e C e SC.....	78
Tabela 16 - Resultado da microdureza <i>Vickers</i> das amostras dos compostos A, B, C e sem cinza.....	79

LISTA DE ABREVIATURAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas.
<i>ac</i>	Corrente alternada.
ASTM	Sociedade Americana para teste e materiais.
C _p	Calor específico a Pressão Constante.
CCR	Consolidação por Restrição Radial.
dc	Corrente contínua.
EDS	Detector de Energia Dispersiva de Raios –X.
<i>FeCuC</i>	Composto de Cobre, Ferro, Grafite.
<i>HSiCl₃</i>	Silicoclorofórmio.
ISO	Organização Internacional para padronização.
<i>KSN</i>	Óxido pertencente à classe dos materiais com estrutura tungstênio e bronze.
Ldtm	Laboratório de Transformação Mecânica.
<i>mc</i>	Massa do compactado.
<i>mvv</i>	Massa verdadeira do compactado.
<i>MET</i>	Microscopia Eletrônica de Transmissão.
<i>MEV</i>	Microscopia Eletrônica de Varredura.
NBR	Norma Brasileira Regulamentadora.
<i>ph</i>	Potencial de Hidrogênio.
<i>ROC</i>	Compactação Omnidirecional Rápida.
SC	Composto sem cinza.
<i>SiH₄</i>	Silano
<i>vc</i>	Volume do compactado.
<i>vv</i>	Volume verdadeiro do compactado.

LISTA DE SÍMBOLOS

Área	Explicação	Unidade
Cn	Carga Normal	[N]
d	Diâmetro	[m]
da	Densidade Aparente	[g/cm ³]
ds	Densidade após sinterização	[g/cm ³]
dve	Densidade Verde	[g/cm ³]
dvl	Densidade Volumétrica	[g/cm ³]
e	Área da seção ensaiada	[m ²]
F	Força	[N]
I	Intensidade da corrente elétrica	[A]
Kd	Coefficiente específico de desgaste	[mm ³ /Nm]
L	Volume	[cm ³]
l	Espaçamento entre os fios	[mm]
m	Massa	[g]
mps	Massa do pó solto	[g]
P	Pressão	[MPa]
Pc	Pressão de Compactação	[MPa]
q	Taxa de desgaste por distância deslizada.	[mm ³ /m]
Rm	Resistencia elétrica media do composto	[Ω]
T	Temperatura	[°C]
vps	Volume do pó solto	[cm ³]
x	Profundidade da calota	[μm]
z	Perfil da região desgastada	[μm]
p	Resistividade Elétrica	[Ωm]
φ	Diâmetro externo das amostras sinterizadas	[mm]

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS.....	VI
LISTA DE TABELAS.....	IX
RESUMO.....	XVI
ABSTRACT	XVII
1. INTRODUÇÃO	18
2. REVISÃO DA LITERATURA	21
2.1 Carvão mineral.....	21
2.1.1 Produtos gerados da combustão do carvão mineral	22
2.2 Cinza de carvão mineral	22
2.2.1 Cinzas e seu mecanismo de formação.....	23
2.2.2 Cinza de Carvão e sua Utilização.....	24
2.3 Cinza leve	24
2.4 Materiais cerâmicos	26
2.4.1 Materiais compósitos	27
2.4.1.1 Cerâmicas de Al ₂ O ₃	27
2.4.1.2 Dióxido de silício SiO ₂	28
2.4.1.3 Sistema SiO ₂ - Al ₂ O ₃	29
2.4.2 Silício ligado ao Cobre.....	30
2.4.3 Cermets	30
2.5 Pó de ferro.....	30
2.6 Métodos de obtenção das ligas de cobre em pó.....	31
2.6.1 Cobre e elementos de liga	31
2.6.2 Aplicações da mistura de Cobre com Cerâmicos.....	32
2.7 Metalurgia do pó.....	33
2.7.1 Compactação	35
2.7.2 Pós metálicos e suas características	35
2.7.3 Método de obtenção dos pós metálicos.....	36
2.7.4 Principais propriedades e parâmetros que caracterizam um pó	37
2.7.5 Densidade aparente	37
2.7.6 Processo de Sinterização	38

2.7.6.1 Capacidade de sinterização.....	39
2.7.7 Vantagem e desvantagem da metalurgia do pó.....	40
2.7.8 Compressibilidade e compactação	40
2.7.9 Mistura dos pós	41
2.7.10 Lubrificantes	42
2.8 Ensaio metalográfico	42
2.9 Ensaio de dureza	43
2.9.1 Dureza aparente.....	44
2.9.2 Ensaio de microdureza Vickers para sinterizados.....	44
2.10 Ensaio de desgaste	45
2.10.1 Princípios básicos da tribologia	46
2.10.2 O tribômetro	46
2.10.3 Perfilometria.....	47
2.11 Microscopia eletrônica de varredura	47
2.12 Selo mecânico	48
2.13 Condutibilidade elétrica dos materiais compostos	49
2.13.1 Resistividade elétrica dos materiais compostos	50
3 MATERIAIS E MÉTODOS	51
3.1 Visão geral dos procedimentos utilizados	51
3.2 Materiais	52
3.3 Conjunto de ferramentas para compactação dos compostos A,B,C e Sem cinza (SC)	52
3.4 Análises realizadas no processo.....	53
3.5 Cinza leve como reforço em anéis de selo mecânico	53
3.6 Número de amostras	54
3.6.1 Composição dos compostos gerados A, B e C.....	54
3.7 Quantidade de material	54
3.7.1 Composição quantitativa dos elementos do composto A.....	55
3.7.2 Composição quantitativa dos elementos do composto B.....	55
3.7.3 Composição quantitativa dos elementos do composto C.....	55

3.8 Densidade aparente das misturas	56
3.9 Mistura e homogeneização dos compostos A,B,C e Sem Cinza	58
3.9.1.1 Densidade a verde dos compostos A, B, C e Sem Cinza.....	59
3.10 Compactação.....	60
3.11 Sinterização.....	60
3.12 Ensaio metalográfico	61
3.13 Microscopia Eletrônica de Varredura	61
3.14 Ensaio de dureza	62
3.15 Ensaio de desgaste	63
3.16 Análise dimensional da espessura do material	64
3.17 Ensaio de condutividade elétrica	64
4 RESULTADOS E ANÁLISE EXPERIMENTAL	66
4.1 Massa específica aparente.....	66
4.1.1 Ensaio de compressibilidade	68
4.2 Sinterização dos compostos A (4,8% cinza) B (9,8% cinza) C (14,8% cinza) e Sem Cinza (SC)	69
4.3 Densidade dos compostos A, B, C e SC posterior a sinterização	70
4.4 Microscopia eletrônica de varredura das partículas dos pós.....	71
4.4.1 Microscopia óptica das amostras sinterizadas.....	72
4.5 Microscopia eletrônica de varredura das amostras sinterizadas	73
4.6 Verificação da dureza Brinell	78
4.6.1 Verificação da microdureza Vickers	79
4.7 Ensaio de desgaste	79
4.8 Comportamento da altura das peças em função da pressão de compactação aplicada nos compostos A, B, C e SC	85
4.8.1 Comportamento do diâmetro dos compostos A, B, C e SC após a sinterização	86
4.9 Análise da resistividade elétrica dos compostos A, B,C e SC.....	87
5 CONCLUSÕES.....	92

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	93
REFERÊNCIAS	94
ANEXO I – Certificado de análise	103
ANEXO II – Ficha de Especificações Técnicas.....	104

RESUMO

O presente trabalho possui como objetivo analisar as propriedades do composto que apresenta em sua composição *Fe-Cu-C* com adição da cinza leve em percentuais de 4,8% classificado como composto A; 9,8% classificado como composto B; e 14,8% classificado como composto C, processados por metalurgia do pó convencional. Outro objetivo foi analisar o percentual desses compostos e compará-los a liga *Fe-Cu-C*, classificado como composto Sem Cinza (SC), que não apresenta cinza em sua composição. O composto que não apresenta cinza é utilizado na fabricação de anéis de selos mecânicos. Buscou-se nesse trabalho a melhor condição de cinza em balanço como sendo uma possível alternativa na fabricação desses componentes. A cinza leve foi adicionada ao composto SC já citado (*Fe-Cu-C*). O carbono presente no composto sem cinza, que tem por finalidade apresentar uma melhor condição de lubrificação nos anéis de selos mecânicos, foi mantido e balanceado junto aos três novos que apresentaram a adição de cinza. Foi analisada no microscópio eletrônico de varredura a distribuição dos elementos ferro, cobre, grafite e cinza leve após a sinterização. Já o tamanho das partículas dos constituintes dos compostos, foram analisados ainda em estado pulverulento. Determinou-se a massa específica aparente, a curva de compressibilidade e foram compactadas as amostras dos compostos *Fe-Cu-C* com e sem cinza. Foi realizada a sinterização em atmosfera controlada por argônio em temperatura de 1150°C com taxa de resfriamento constante. Para a análise da eficiência da mistura, foram realizados ensaios de densidade das amostras sinterizadas, dureza, microdureza e metalografia. Ensaio de micrografia, Dispersão de Energia por Espectroscopia (EDS), ensaio de desgaste pelo método tribológico, análise perfilométrica 2D e 3D e análise dimensional (variações de altura e diâmetro). Foi realizada também a análise da resistividade elétrica dos compostos balanceados com cinza e sem cinza. Para mensurar a possibilidade do uso dos compostos com cinza foram avaliados os resultados obtidos e comparados com os resultados do composto *Fe-Cu-C* sem adição de cinza. Os resultados indicaram a possibilidade do emprego do composto A (4,8% de cinza) para fabricação de anéis de selo mecânico.

Palavras chave: Cinza leve. Metalurgia do pó convencional. Anéis de selo mecânico, *Fe-Cu-C-Cinza leve*.

ABSTRACT

This work aims to analyze the properties of the compound having in its composition Fe-Cu-C with the addition of fly ash in 4,8% percentage classified as compound A, 9,8% classified as compound B, and 14,8% classified as compound C, processed by conventional powder metallurgy. Another objective was to analyze the percentage of these compounds and compare them to Fe-Cu-C, classified as compound No fly ash (SC), which has no gray in their composition. The compound that has no ash is used in the manufacture of mechanical seals rings. We sought in this work the best condition of gray balance as a possible alternative in the manufacture of these components. The fly ash was added to the compound SC (Fe-Cu-C). The addition of carbon in the compounds was to reduce the friction in process compression. Was examined in a scanning electron microscope the distribution of the elements iron, copper, graphite, and fly ash after sintering. The size of the compounds particles were analyzed in powdery state. It was determined the apparent density, compressibility curve of the compounds Fe-Cu-C and Fe-Cu-C with fly ash. Sintering was performed in a controlled atmosphere with argon at a temperature of 1150 ° C with a constant rate of cooling. To analyze the efficiency of mixing of test samples of sintered density, hardness, hardness and metallography were performed. Energy Dispersive Spectroscopy (EDS), tribological wear test method, analysis perfilométrica 2D and 3D dimensional analysis (variations in height and diameter). Analysis of the electrical resistivity of the compounds with and without fly ash was also performed. To measure the possible use of the compounds with fly ash, results were evaluated and compared with results of the compound Fe-Cu-C without adding ash. The results indicated the possibility of employment of compound A (4,8% ash) for the manufacture of mechanical seal rings.

Key words: Conventional powder metallurgy. Mechanical seals. *Fe-Cu-C-Ash coal*.

1. INTRODUÇÃO

A competitividade nas indústrias remete à necessidade de que se busquem as inovações de forma mais rápida e eficiente. O termo inovação que é originado do latim “*innovazione*” apresenta como significado a renovação. Acredita-se, no entanto, que a inovação representa a aplicação da criatividade, isto é, primeiramente têm-se a criatividade e após a inovação (MARTA, 2008). A evolução dos produtos e processos exige ações mais rápidas e soluções tecnológicas mais dinâmicas. As áreas de tecnologia de materiais e processos de manufatura acompanham com a mesma velocidade tal demanda fazendo com que novos materiais surjam com propósitos de atender a demanda industrial em concomitância com as legislações ambientais e demais requisitos normativos vigentes. A metalurgia do pó é um processo que atende a produtividade, a qualidade de produtos e as exigências das legislações ambientais. A metalurgia do pó é caracterizada pela manufatura de grandes lotes de peças pequenas. Outras peculiaridades deste processo é a possibilidade da manufaturar peças complexas e não complexas com o mesmo nível de qualidade que outros processos de fabricação (ANTÔNIO, 2011).

O processo da metalurgia do pó requer uma baixa energia de transformação na compactação das peças e um aproveitamento de matéria prima superior a 95%. Um anel de selo mecânico é um componente que têm como função principal promover o selamento de eixos de bombas, misturadores e agitadores. Um anel de selo mecânico de composição definida com ferro, cobre e grafite desenvolvido pelo processo da metalurgia do pó é o objeto de estudo dessa dissertação.

As cinzas de carvão, material residual da queima de carvão mineral, são processadas e aproveitadas em diversos campos da indústria, sobretudo na fabricação de cimento e pavimentação (KERSTNER *et al.*, 2011). As categorias industriais que utilizam os subprodutos das cinzas e escórias de carvão podem ser divididas em três categorias conforme segue:

- construção civil;
- manufatura;
- estabilização de resíduos inorgânicos.

De todas as categorias citadas a de construção é a que mais utiliza os subprodutos do carvão (SIQUEIRA, 2011). Como destaque desta categoria industrial está à fabricação de artefatos para construção civil, como blocos, tijolos, placas e lajotas. Quanto ao processo de

estabilização de resíduos a grande parte das aplicações tem sido adotada para estabilizar resíduos inorgânicos, conforme aprestara Chies *et al.*, 2003, na Coletânea Habitare. Seguindo a mesma linha de estudos para o uso da cinza e seus resíduos obtém-se aplicações diversas.

As cinzas são classificadas como cinzas de fundo (pesadas) e cinzas volantes (leves). As características físicas, químicas e mineralógicas das cinzas de carvão são compatíveis com várias matérias-primas que são utilizadas nas indústrias cerâmicas de revestimento. Este resíduo é majoritariamente formado por quartzo (SiO_2) e mulita ($3\text{SiO}_2 \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3$) (KNIES *et al.*, 2003).

A cinza leve é parte do composto proposto neste trabalho através do balanço de massas com o FeCuC, para fins de análise das propriedades mecânicas do selo. Os resíduos de carvão obtidos e utilizados na forma de cinza leve são oriundos das termelétricas dos Estados do sul do Brasil. Esses Estados geram anualmente uma grande quantidade de cinzas pesadas e leves que somadas podem chegar à ordem de 3,0 milhões de toneladas ano. Do total da cinza gerada 65% a 85% está na forma de cinza leve e de 35 a 15% restantes de cinza pesada (SIQUEIRA, 2011).

Assim a fabricação de um composto com a utilização dos resíduos do carvão é de grande valia, principalmente considerando os aspectos de redução de impactos ambientais. Além disso, na geração de peças e utensílios de materiais compósitos que venham a apresentar boas propriedades superficiais mecânicas a um custo relativamente baixo (KNIESS *et al.*, 2003). Verificações de ordem microestrutural, mecânica e de resistência serão apresentadas no trabalho proposto. Os compostos gerados nessa dissertação contém cinza com variações de percentual na ordem de 4,8%, 9,8% e 14,8% em balanço com a liga já existente. Estudos da aplicação de cinzas de carvão no processo de fabricação de componentes por metalurgia do pó convencional é uma linha de pesquisa dos estudos já realizados pelo Laboratório de Transformação Mecânica (LdTM) da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS). A Figura 1 mostra em resumo um histórico de alguns trabalhos já desenvolvidos e que abordam a sinterização de compostos balanceados com materiais cerâmicos, ferrosos e não ferrosos. Também é apresentado na mesma figura o fluxo de desenvolvimento das atividades realizadas nessa dissertação no qual a cinza leve foi adicionada ao selo mecânico de composto já existente (*FeCuC*). A possibilidade do uso desses novos compostos é verificada através das análises das propriedades mecânicas dos espécimes gerados.

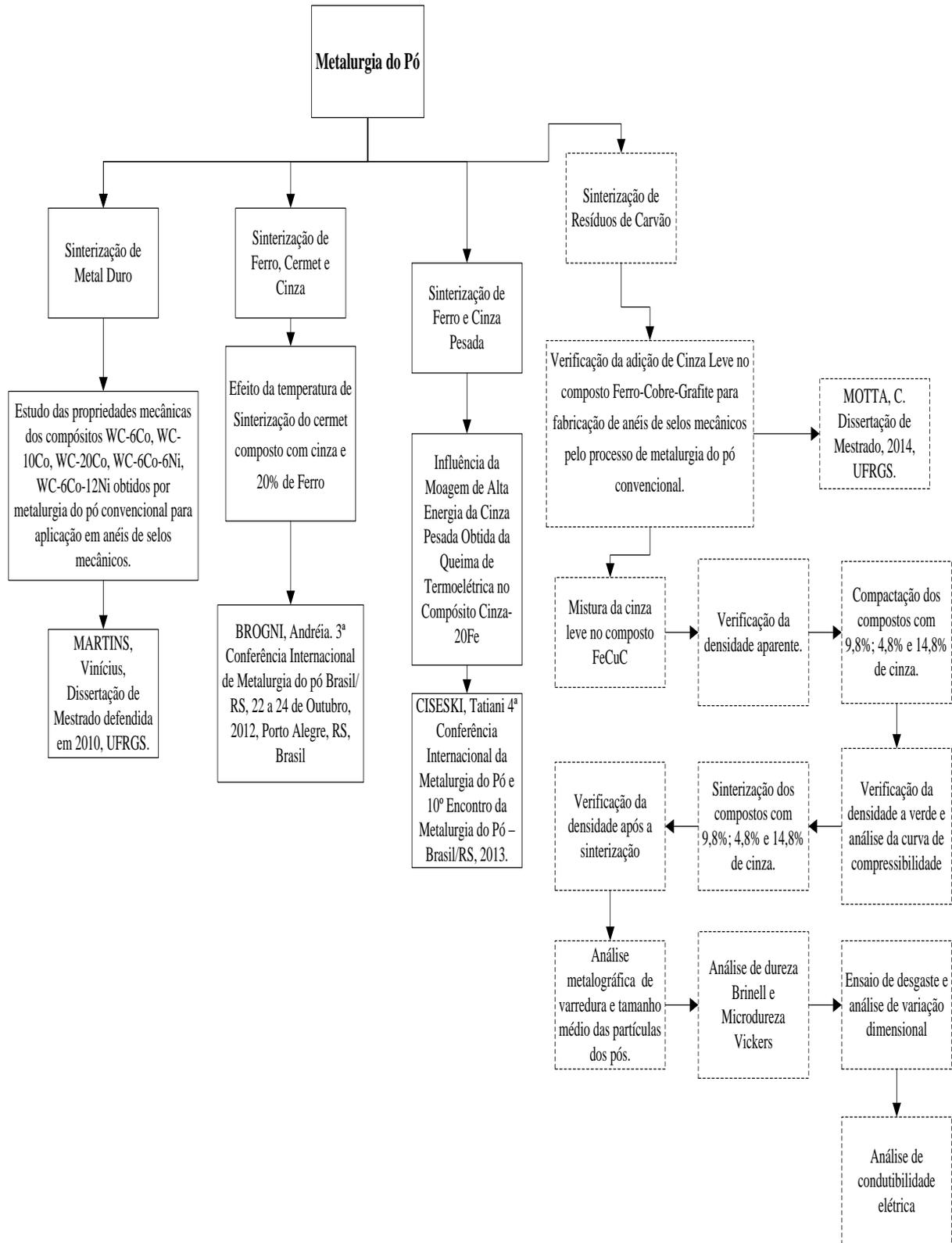


Figura 1 - Trabalhos desenvolvidos pelo LdTM da UFRGS.

2. REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Carvão mineral

O carvão mineral no conceito de José (2011) é uma rocha sedimentar, combustível fóssil sólida. Essa rocha é gerada em função de materiais orgânicos proveniente de vegetais que são depositados em bacias sedimentares. Ainda segundo José (2011), ocorre no processo de formação do carvão mineral o fenômeno classificado como carbonificação, decorrente dos efeitos da temperatura e pressão ao longo dos anos em tal processo. Sua classificação como combustível fóssil, se dá pelo fato das jazidas, desse minério terem se formado há milhões de anos. Os estágios de formação do carvão apresentam-se da seguinte maneira: vegetação, turfa, linhito (onde há baixo grau de carbonificação), carvão e antracito (elevado grau de carbonificação). Tal diferença existe em virtude das condições ambientais e época da formação do mesmo (Osório *et al.*, 2008). O carvão tem sido utilizado em aplicações como no aquecimento de fornos de siderúrgicas, nas indústrias químicas (produção de corantes), na fabricação de explosivos, inseticidas, plásticos, medicamentos, fertilizantes e também para produção de energia elétrica nas termoelétricas (Corrêa *et al.*, 2010). Convém lembrar que o carvão apresenta como principal aplicação, a geração de energia elétrica.

O carvão mineral, segundo Kopezinski (2000), começou a ter seu uso difundido bem antes do descobrimento do petróleo como fonte de energia. Em meados do século XVII surgiram máquinas movidas a vapor, que permitiram a substituição da força de tração animal pela mecânica. O carvão é classificado segundo a norma ASTM – D388.

Quanto a qualidade do carvão mineral, Osório e Vilela (2002) indicam três pontos que julgam ser de importância para definir a qualidade do mineral. Esses pontos segundo os autores são: o poder calorífico do carvão, o teor de cinza presente na composição do carvão e por fim o teor de enxofre de sua composição.

As cinzas que são decorrentes da queima de carvão mineral podem apresentar determinada acidez e seu pH varia em torno de 4,5 ou ainda apresentarem-se como alcalinas, com pH ficando em torno de 12. Tais condições de pH são motivos de estudo para a área ambiental, por exemplo, visando a recuperação do solo para uma melhor produtividade (Jabloski *et al.*, 2000). As cinzas geralmente apresentam-se como ácidas. O carvão mineral da região sul brasileira apresenta elevada percentagem de cinzas quando queimada (Soares *et al.*, 2006). A Tabela 1 mostra as propriedades dos principais tipos de carvão mineral.

Tabela 1- Propriedades do carvão mineral (SCHUMANN, 1985).

Mineral	Cor	Brilho	Poder calorífico (kcal/m ³)	%C
Turfa	Parda	Não tem	1500-2000	55-65
Linhito	Negro-parda	Mate	2000-7000	65-80
Hulha	Negra	Céreo	7000-8500	80-93
Antracito	Negra	Intenso	8500-9000	93-98

2.1.1 Produtos gerados da combustão do carvão mineral

Nos processos de combustão pulverizada do carvão mineral ou por leito fluidizado, são gerados subprodutos. Estes subprodutos ou resíduos gerados a partir da queima do carvão são denominados de cinzas. A composição das cinzas depende fundamentalmente do local de deposição da bacia de carvão. Na Austrália, por exemplo, a cinza de carvão apresenta elevado teor de CaO . Já a cinza do carvão brasileiro possuem em sua composição elevado teor de ferro (Fe) em decorrência da pirita (Fe_2S). As cinzas são classificados como:

- Escórias: são resultantes da queima de carvão granulado em equipamentos de pequeno porte, apresentam granulometria mais grosseira e blocos sinterizados com alto teor de carbono, sendo este em torno de 5 a 20%;
- Cinzas de Fundo (pesadas): este material fica depositado ao fundo da fornalha de combustão. Apresenta teores de carbono dispersos que varia em torno de 0,30 a 3,13% (SOARES, 2006);
- Cinzas Volantes (leves): resultam da combustão de carvão pulverizado ou em leito fluidizado e são capturadas por precipitadores eletrostáticos. Este material é o que apresenta menor granulometria, é composto em grande parte por partículas de forma esférica e sua dimensão fica entre 0,5 μ m e 100 μ m. O carbono apresenta teores que variam de 0,14 a 1,19%.

A geração de cinzas de carvão mineral está aumentando no país, diante desse cenário a sua utilização na área da construção civil está crescendo significativamente. Isso tem colaborado para a diminuição do seu impacto negativo ao meio ambiente (SIQUEIRA, 2011).

2.2 Cinza de carvão mineral

Segundo Fungaro e Silva (2002), as cinzas são constituídas basicamente de sílica, alumina e óxido de ferro com pequenas percentagens de cálcio, magnésio, sulfatos e carbono.

Outros elementos como potássio (K), titânio (Ti) e enxofre (S), alumínio – silicatos, quartzo, sulfetos de ferro, também estão presentes na cinza. A Tabela 2 mostra o resultado de um estudo realizado por Chies *et al.*, (2003), no qual são apresentados os maiores constituintes presentes na cinza pesada e leve. A cinza leve e a cinza pesada (fundo) são resíduos provenientes da combustão e gaseificação do carvão (Weber *et al.*, 2012). As cinzas conforme poderá ser visto na Tabela 2 pode apresentar diferenças de percentuais de resíduos nela presentes. Foram observadas cinzas provenientes de cinco diferentes locais de coleta, Copesul, Tubarão, Charqueadas, Riocell e Candiota.

Tabela 2 - Elementos presentes nas cinzas de fundo e leve (%) (CHIES *et al.*, 2003).

Constituintes Majores	Copesul		Tubarão		Charqueadas		Riocell		Candiota	
	Cinza %		Cinza %		Cinza %		Cinza %		Cinza %	
	Fundo	Leve	Fundo	Leve	Fundo	Leve	Fundo	Leve	Fundo	Leve
SiO_2	64,4	66,4	59,2	56,5	63,3	62,2	62,5	59,4	66,7	65,7
Al_2O_3	22	18,2	24,6	28	24,5	26,2	24,6	27,5	19,2	24,3
Fe_2O_3	7,1	6,5	8,2	6,4	4,5	2,9	3,9	2,1	9	4,6
TiO_2	0,89	0,8	1,2	1,31	0,98	1,1	0,98	1,15	0,72	0,69
CaO	1,7	2,15	1,34	0,92	1,31	1,26	4,7	2,2	0,6	0,37
MgO	0,4	0,88	0,41	0,45	0,4	0,35	0,34	0,43	0,3	0,46
K_2O	1,15	1,41	2,4	2,5	1,6	1,41	1,1	1,1	1,2	1,12
Na_2O	0,14	0,34	0,23	0,23	0,14	0,18	0,14	0,12	0,13	0,1
C	0,33	0,14	2,32	0,21	3,13	1,09	1,47	1,19	0,34	0,05
S	0,12	0,09	0,09	<0,05	0,05	<0,05	0,12	0,09	<0,05	<0,05

No Brasil 1.3% da energia elétrica produzida é originária da queima do carvão mineral sendo que nos estados da região Sul são gerados em torno de 3 milhões de toneladas anuais de cinzas e onde 65 a 85% representam cinzas leves (Carvalho *et al.*, 2010). Os esforços para pesquisas voltadas à utilização de tais materiais em forma de compósitos que venham a ter uma aplicação prática se justificam por tais dados. No Brasil a cinza leve é largamente utilizada na fabricação de cimentos pozolânicos e para pavimentação.

2.2.1 Cinzas e seu mecanismo de formação

Conforme Sabedota *et al.*, (2011), as cinzas são formadas durante a combustão e são constituídas por elementos sólidos inorgânicos. A cinza é formada devido a uma sequência complexa que ocorre na combustão do carvão.

No primeiro estágio de combustão a porção da matéria disseminada na matriz, carvão, não apresenta grandes perdas de massa por vaporização. Todavia, conforme o seu consumo e a conseqüente exposição à tocha, mudanças importantes ocorrem. Quando os voláteis se desprendem e o carbono é consumido pelas elevadas temperaturas em torno de 1300 a 1600 °C ocorre a fusão e a geração de pequenas gotas. Essas podem se aglomerar e formar gotas de maior tamanho. Essas partículas que são formadas são responsáveis pela formação das partículas de cinza que se apresentam em geral de forma esférica (PAPROCKI, *et al.*, 2009). Bertolini, *Apud* Ortiz e Teixeira (2002), explicam que o tipo de material inorgânico e as condições da queima apresentam-se como fatores que alteram a produção de cinzas. Isso ocorre devido à geração de vapores, fumos e partículas maiores com inúmeras composições.

2.2.2 Cinza de Carvão e sua Utilização

A utilização dos resíduos vem sendo amplamente debatido em todo o setor fabril. A indústria da construção civil é o ramo que mais utiliza subprodutos do carvão mineral. Este mineral é usado como aditivo ao concreto para promover melhores propriedades ao mesmo. A cinza volante altera a composição da “pasta” do cimento, influencia na hidratação e também na microestrutura de argamassa. Outras características afetadas quando da adição da cinza volante à “pasta” do cimento é a permeabilidade e a resistência do concreto (SIQUEIRA, 2011).

Quando os resíduos da queima do carvão são utilizados evita-se degradação ambiental e os custos energéticos associados à mineração de matérias primas virgens são diminuídos. Para mensurar tal impacto, Rocha (1999) argumenta que para cada tonelada de cinzas usadas no lugar de cimento Portland cerca de uma tonelada de dióxido de carbono é impedido de entrar na atmosfera terrestre.

Um grande problema associado à geração de cinzas de carvão diz respeito à lixiviação das cinzas. Tal processo gera a possibilidade de contaminação do lençol freático devido a elementos tóxicos que podem estar presentes na cinza (DEBOI, 2007).

2.3 Cinza leve

As cinzas leve ou volantes são resíduos oriundos da precipitação mecânica ou eletroestática dos particulados que saem dos exaustores de estações alimentadas por carvão.

A cinza volante apresenta formato esférico com uma superfície que varia, de uma forma geral, de 250 m²/kg a 550 m²/kg (SIQUEIRA, 2011).

A Figura 2 mostra as partículas, esféricas, de um pó de cinza volante, submetido a um ensaio de microscópio eletrônico de varredura MEV.

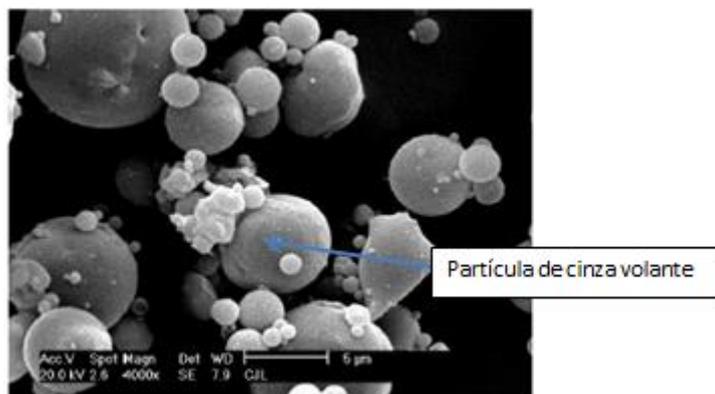


Figura 2 - Visualização das partículas de cinza volante.

Fonte: (BERTOLINI, 2014).

O tamanho da partícula da cinza varia em função do tipo de equipamento utilizado na sua coleta e é dependente da granulometria do carvão. Em geral as cinzas volantes contém partículas com tamanhos inferiores a 15µm (WEBER, 2012).

Segundo a norma americana ASTM C 618 as cinzas volantes apresentam-se de duas maneiras:

- Cinza volante classe C;
- Cinza volante classe F.

A cinza volante classe C, apresenta elevado teor de cálcio, variando de 10 e 30% de CaO , e são obtidas da queima de lignito ou carvão sub-betuminoso e apresentam propriedades pozolânicas e cimentícias. As cinzas volantes da classe F caracterizam-se segundo a norma ASTM C 618 por conter baixo teor de cálcio (menos de 10% de CaO) e são gerados pela queima de antracito ou carvão betuminoso.

Todavia segundo Metha e Monteiro (1994), as cinzas apresentam como principais constituintes, cristais de sílica, alumina Al_2O_3 , óxido de ferro Fe_2O_3 e cal (CaO). Também possuem outros componentes em menores quantidades como MgO , MnO , Na_2O , SO_3 , e partículas de carbono não consumidas durante o processo de queima. A pozolanicidade das cinzas ainda segundo Silva (2011) está intrinsecamente relacionada com o teor de sílica.

A Norma NBR 12653 – 2012 faz uma classificação dos pozolânicos e os classificam de acordo com a quantidade de Al_2O_3 , Fe_2O_3 e SiO_2 presentes no material. Dessa forma

ainda segundo essa norma há também as classificações N e E que são somadas as classes C e F, já descritas. Além dos óxidos o teor de umidade em percentual, a perda ao fogo em percentual e o percentual álcalis disponíveis em Na_2O , fazem parte das propriedades de cada uma dessas classes.

2.4 Materiais cerâmicos

Segundo Inácio (2010) os materiais cerâmicos são normalmente materiais inorgânicos, não-metálicos, dentre os quais consistem de elementos metálicos e não-metálicos. Esse material apresenta ligações iônicas e covalentes. Dentre os elementos cerâmicos os principais tipos são: óxidos, nitretos e carbonetos. Também são associados a esse tipo de materiais os argilo-minerais, os cimentos e os vidros. Os materiais cerâmicos caracterizam-se por ser tipicamente isolantes térmicos e elétricos, mas também apresentam fortes características de resistência à elevadas temperaturas e também a ambientes corrosivos. A argila, o quartzo, a alumina e a sílica, são exemplos aqui citados, como sendo materiais cerâmicos. Outra característica deste material é no que diz respeito à sua dureza. Esses materiais são muito duros e também frágeis. É importante saber que devem ter como principais características, o que segue:

- Resistência a elevadas temperaturas;
- Estabilidade dimensional quando submetidas a bruscas mudanças de temperaturas;
- Resistência à oxidação e redução;
- Estabilidade volumétrica.

Com relação ao ponto de vista químico, os materiais refratários dividem-se em três grupos:

- Refratários Ácidos;
- Refratários Básicos;
- Refratários Neutros (LOSEKANN, 2003).

A Ciência dos Materiais tem buscado o desenvolvimento de materiais alternativos aos tradicionais, um claro exemplo disso são as superligas a base de níquel, que apresentam grandes resistências mecânicas e à oxidação em elevadas temperaturas. Essa superliga, por exemplo, é usada em turbina de aviões. Todavia muitos materiais cerâmicos ainda possuem suas aplicações limitadas devido a sua fragilidade (LOSEKANN, 2003). Tanto nos materiais cerâmicos quanto em outros materiais faz-se necessário estabelecer o propósito do produto, para que as matérias - primas que formarão o compósito sejam eficazes na sua aplicação.

2.4.1 Materiais compósitos

Os materiais compósitos são projetados de modo a conjugar determinadas características a dois ou mais materiais, como plásticos reforçados com fibras de vidro e o cermets alumínio-óxido de alumínio, por exemplo. A matriz de um material compósito pode ser poliméricos, metálico - cerâmico (BONALDI *et al.*, 2012). Muitos materiais compósitos são constituídos por um material de reforço que fornecem características específicas e propriedades desejadas ao material. Os compósitos predominantes são do tipo, naturais, fibrosos (fibras imersa em uma matriz) ou particulados (partículas imersas em uma matriz), (VICELLI, 2006). Há também os compósitos lamelares, escamados e enchidos (CHIAVERINI, 1986).

Segundo Losekann (2003), um compósito é um material multifásico produzido artificialmente. As fases constituintes de um material compósito podem ser quimicamente dissimilares e são separados por uma interface distinta.

2.4.1.1 Cerâmicas de Al_2O_3

A alumina ou óxido de alumínio (Al_2O_3) é o material cerâmico mais estudado. Esse material apresenta propriedades superiores a maioria dos materiais cerâmicos como, elevada dureza e resistência ao desgaste além de boa estabilidade química e térmica. Essas propriedades permitem que a alumina seja utilizada para diversos ramos, tais como, revestimentos de fornos, materiais cirúrgicos e odontológicos, pedras preciosas e aplicações nas áreas espaciais. A alumina α apresenta estrutura cristalina termodinamicamente estável até temperaturas próximas da de fusão. Sua estrutura se apresenta em forma romboédrica e compreende uma rede hexagonal de empacotamento onde os íons Al_3^+ estão ordenados simetricamente em dois terços dos interstícios octaedrais. No entanto a ocorrência de óxidos de alumínio α na natureza é baixa e tal material é obtido artificialmente a partir de hidróxidos de alumínio contido em minérios. A obtenção de óxido de alumínio é feita através de vários processos, sendo o mais comumente utilizado o processo Bayer (INÁCIO, 2010). A Figura 3 apresenta o diagrama de fases da cerâmica $Al_2O_3 - MgO$. A apresentação do diagrama de fases do sistema $Al_2O_3 - MgO$ é de importância pois o óxido de alumínio é um elemento presente na cinza e seu comportamento estequiométrico pode ser entendido pelo diagrama de fases e comparado ao seu comportamento após a sinterização.

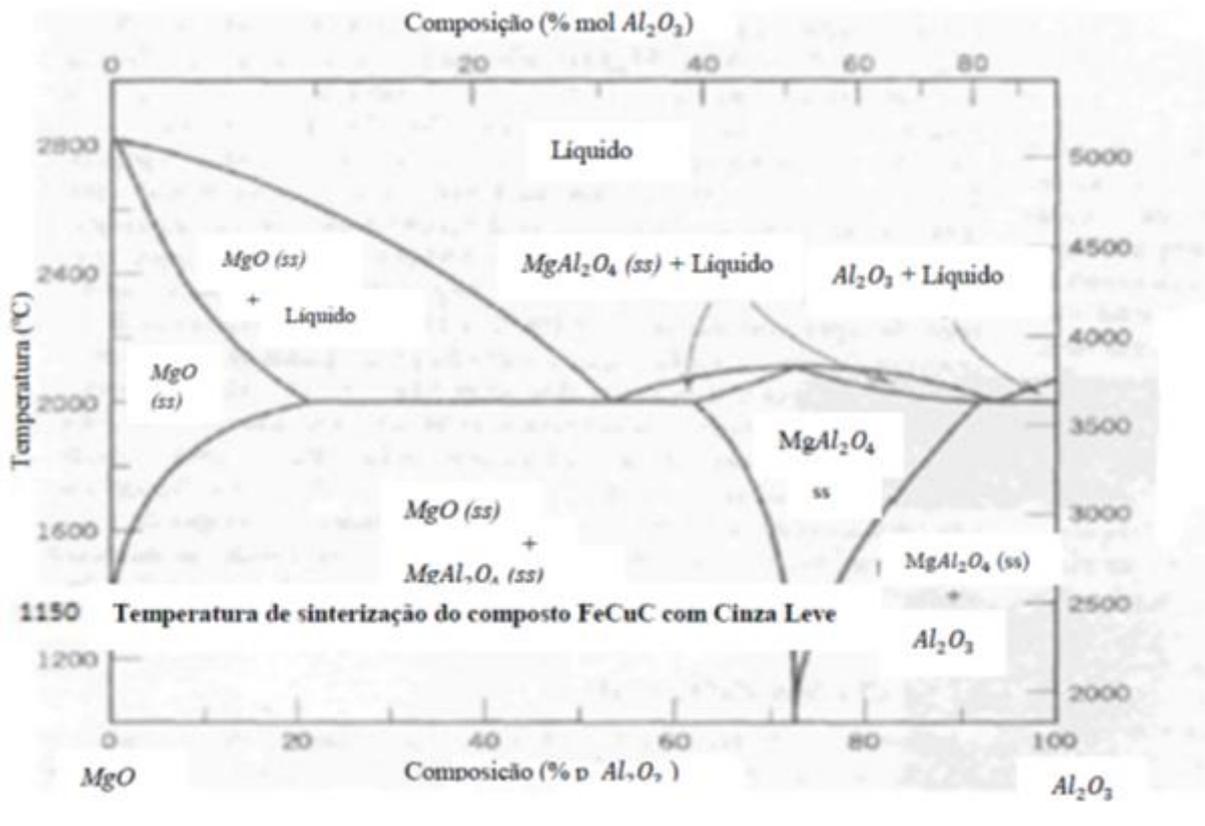


Figura 3 - Diagrama de fases $Al_2O_3 - MgO$

Fonte: (WILLIAM, 1999).

A Figura 3 mostra o diagrama de fases para o sistema óxido de alumínio e óxido de magnésio ($Al_2O_3 - MgO$). Vê-se no diagrama de fases que para a temperatura de sinterização a $1150^{\circ}C$ tanto o óxido de alumínio como o óxido de magnésio permaneceram em seu estado sólido. Contudo os fenômenos de interação molecular proveniente da temperatura de sinterização do metal base (ferro), do composto $FeCuC$, tende a permitir regiões de maior resistência ao desgaste no composto.

2.4.1.2 Dióxido de silício SiO_2

O silício (Si) é um elemento químico semimetálico, tetravalente e de cor cinzenta. Após o oxigênio, o silício é o elemento de maior abundância da crosta terrestre e na natureza é encontrado apenas na forma combinada como dióxido de silício (SiO_2). Esse elemento apresenta densidade aparente em torno de $2,65 \text{ g/cm}^3$. Em combinação com o alumínio forma a argila ($Al_2O_3, 2SiO_2, 2H_2O$). O nome silício é derivado do latim *silicis* que significa coisa muito dura. Para conseguir silício puro é necessário primeiramente transformá-lo em

silicoclorofórmio ($HSiCl_3$) ou silano (SiH_4) insuflados com hidrogênio em elevadas temperaturas. A sílica SiO_2 , ou conhecido como dióxido de silício, é um composto que apresenta uma enorme representatividade em massa da crosta terrestre. Esse composto é largamente utilizado como constituintes em materiais da construção civil. Em seu estado amorfo é utilizado como dessecante e catalizador e quando está em estado vítreo, apresenta utilização na indústria do vidro (OTMER, 1997).

As aplicações do silício são diversas e podem ser utilizadas para a fabricação de componentes elétricos, vasilhas, taças, pratos peças de porcelana e também em células que transforma energia solar em energia elétrica (células fotovoltaicas), (LAWRENCE, 1970).

2.4.1.3 Sistema SiO_2 - Al_2O_3

O sistema SiO_2 - Al_2O_3 é comercialmente muito importante, devido ao fato desses dois materiais constituírem a maioria das cerâmicas refratárias (JUNKES, 2011). Em resíduos como a cinza, são predominantemente os de maior percentagem, como poderão ser vistos nas análises de *Energy Dispersive Spectroscopy*, EDS, apresentados nos resultados nessa dissertação. A Figura 4 mostra o diagrama de fases da sílica - alumina.

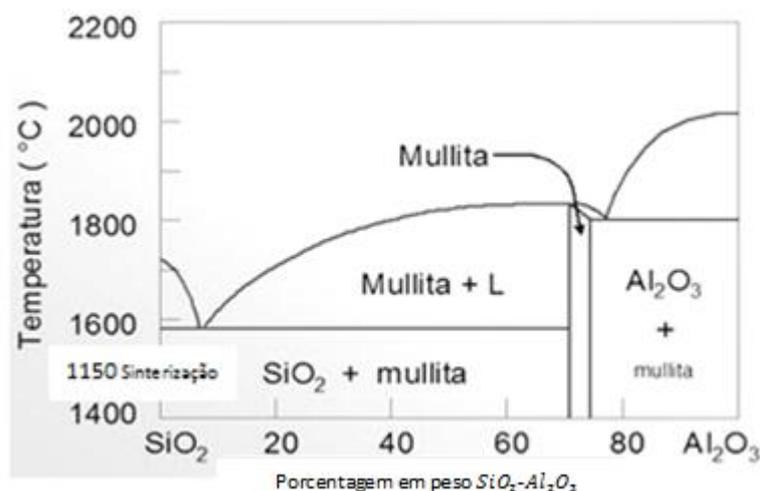


Figura 4 - Diagrama de fases sílica-alumina.

Fonte: (WILLIAM, 1999).

O diagrama de fases apresentado na Figura 4 mostra que em um sistema SiO_2 - Al_2O_3 ocorre uma reação na temperatura entre 1400 e 1600°C gerando a mullita ($3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$) com presença de SiO_2 e a correspondente temperatura de sinterização 1150°C do composto *FeCuC com cinza leve*. À medida que vai ocorrendo o equilíbrio da mistura no sistema,

associado à elevação da temperatura, ocorre a predominância da mulita até que o sistema se desequilibre novamente ocorrendo a presença de Al_2O_3 (JUNKES, 2011).

2.4.2 Silício ligado ao Cobre

Para Losekann (2007) a mistura do cobre com silício, apresenta algumas combinações, dentre elas:

- $Cu > 95\%$; $Si < 5\%$.

- $Cu > 90\%$; $Si < 3\%$.

De uma forma geral esses são os compostos e seus percentuais gerados em uma liga de cobre – silício. Ainda segundo Losekann (2007) esses compostos são maleáveis e dúcteis, todavia essas características são inferiores ao do cobre puro e outras ligas formadas com o cobre. Outra boa característica apresentada pelos compostos ($Cu-Si$) é a sua capacidade de deformação a quente e a frio.

2.4.3 Cermets

O cermets apresenta uma fase cerâmica e uma fase metálica. São compostos por partículas de elevada dureza (cerâmica, que em geral são os carbeto de titânio, carbeto de molibdênio, carbeto de tungstênio), que são ligados a um aglomerante metálico. Esses materiais apresentam valores de resistência ao desgaste, estabilidade química e dureza a quente, em uma faixa intermediária aos do metal duro e das cerâmicas (LOCATELLI, 2009). Ao contrário dos cerâmicos, os materiais cermets, são condutores elétricos, apresentam razoável condutividade térmica são menos frágeis e também menos susceptíveis às trincas térmicas do que as cerâmicas puras (LOSEKANN, 2007).

2.5 Pó de ferro

Segundo David (2005) a utilização de compósitos com pós de ferro é crescente na fabricação de produtos sinterizados e são empregados com composições diferentes e com diversas sequências de processamento. As variadas sequências de processamento e a metodologia de adição de elementos de liga resultam em compressibilidades pontuais diferenciadas e microestruturas distintas.

A fabricação dos pós metálicos podem ser dividido em:

- mecânico (comunicação de metais e moagem de elevada energia);
- químico (redução de um composto em estado sólido e decomposição térmica);
- eletroquímico;
- atomização (gás, água ou centrífuga);
- vaporização.

A redução em estado sólido e atomização são os métodos mais utilizados (DONALDSON *et al.*, 2002).

2.6 Métodos de obtenção das ligas de cobre em pó

O pó de cobre pode ser gerado por diferentes métodos, dentre eles:

- atomização;
- eletrólise;
- hidrometalurgia;
- redução do estado sólido.

A Tabela 3 mostra as propriedades típicas de pós de bronze obtidos pelos processos citados.

Tabela 3 - Propriedades do pó de cobre obtido por diferentes métodos (JOSEPH, 1999).

	Atomização	Eletrólise	Hidro metalurgia	Redução
Cobre %	99 - 99,5	99 - 99,5	99 - 99,5	98 - 99
Perda de massa em água (%)	0,1 - 0,75	0,1 - 0,75	0,1 - 0,75	0,1 - 0,75
Insolubilidade no ácido %	0,5 - 0,1 máx.	0,3 máx.	0,3 máx.	0,3 máx.
Densidade aparente g/cm ³	2 - 4	1,5 - 4	1,5 - 2,5	2 - 4
Escoabilidade s/50g	20 - 35	30 - 40	-	20 - 35
Resistência a verde (Mpa)	17,2	2,8 - 41,3	68,9	17,2

2.6.1 Cobre e elementos de liga

O cobre e suas ligas constituem um grupo de materiais metálicos de diversificadas utilizações (OLIVEIRA, 2005). No processo de sinterização o cobre em estado pulverulento

misturado ou não à outros elementos no mesmo estado, são utilizados para o processamento de produtos porosos, filtros, mancais, anéis de selos mecânicos, equipamentos de fricção elétrica e partes estruturais de equipamentos (SILVEIRA *et al.*, 2009). Elementos de liga adicionados ao cobre favorecem sua resistência mecânica, ductilidade e estabilidade térmica. O cobre em combinação com o grafite na sinterização são largamente utilizados pela indústria eletroeletrônica e são conhecidos como metal-grafite. A Tabela 4 apresenta um sistema de classificação do cobre em função da sua composição.

Tabela 4 - Classificação do cobre e suas ligas (VICELLI, 2006).

Sistema	Subsistema	Metais e Ligas típicas
Cobre	Cobre eletrolítico	C11000
	Cobre desoxidado	C10300
Cobre Ligado	Liga Cu-Cr	C11300, C11400
	Liga Cu-Zr	C15000
Ligas de Cobre Sinterizado	Liga Cu-Zn	CZ 3000-14
	Ligas de Cu-Fe-C	FC 0808, FC 1000
	Ligas de Cu-Ni-Zn	CNZ 1818-17

2.6.2 Aplicações da mistura de Cobre com Cerâmicos

Vieira (2009) estudou a sinterização da cerâmica $KS_{r2}Nb_5O_5$ dopada com CuO . A $KS_{r2}Nb_5O_5$ (chamada de KSN) é livre de chumbo e quando ligado ao CuO , reduz a temperatura de sinterização gerando uma cerâmica densa, com temperatura de sinterização abaixo das citadas em literatura (1300 e 1500°C). Outro importante aspecto do trabalho realizado por Vieira (2009) foi a redução do dano ambiental, provocado pela formulação do composto e dopagem com CuO . Comparativamente ao composto *Fe-Cu-C-Cinza volante*, percebeu-se no estudo de Vieira (2009) um propósito comum central, a busca de novos materiais, com características mecânicas melhoradas. Tamanho, forma e distribuição dos grãos da cerâmica KSN sinterizada e dopada com CuO são apresentados na Figura 5.

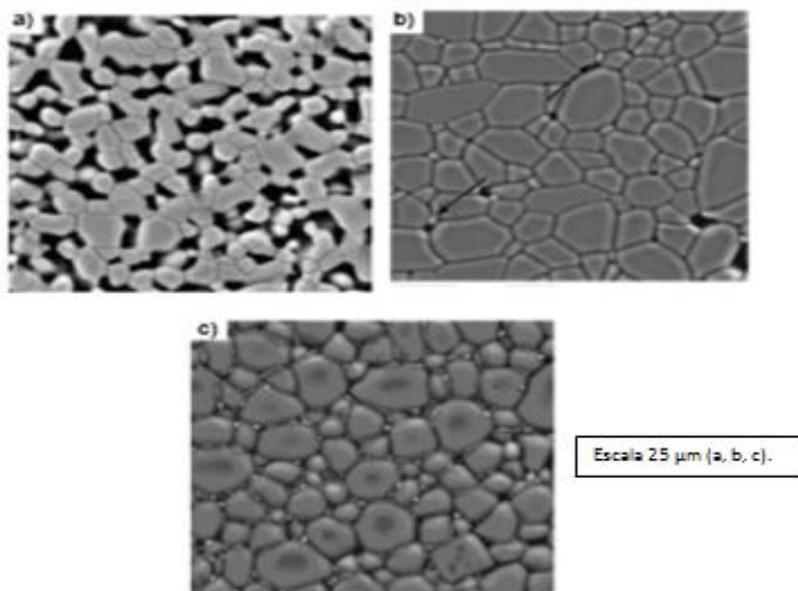


Figura 5 - microscopia eletrônica de varredura (MEV), de um compósito cerâmico *KSN* com adição de *CuO* sinterizados: (a) cerâmica *KSN*; (b) cerâmica *KSN* dopada com 0,5% *CuO* e (c) cerâmica *KSN* dopada com 1,0% *CuO*.

Fonte: (VIEIRA, 2009).

Foram apresentadas diferentes microestruturas geradas pelos elementos sinterizados, onde em (a), existem misturas de grãos grandes e pequenos com poros entre a matriz. Na Figura 5 (b) há formação de grãos maiores e pequenos poros entre a matriz e o grão. Por fim na (c) tal como na Figura 5 (b), os grãos são grandes, porém com mesclas de forma arredondada e irregulares.

2.7 Metalurgia do pó

A metalurgia do pó é um método de fabricação que envolve uma sequência de processos possibilitando à fabricação de inúmeros componentes a partir dos pós-metálicos e não metálicos (CISESKI, 2013). Após a mistura dos elementos que vão gerar um determinado composto e por fim um produto ocorre uma operação chamada de compactação. Essa etapa tem por objetivo comprimir a mistura em prensas apropriadas para esse tipo de processo. As ferramentas projetadas para serem utilizadas na metalurgia do pó conferem a peça uma forma geométrica final.

Em geral o processo se encerra na sinterização, mas eventualmente pode ocorrer um processo posterior de calibragem que tem por objetivo conferir ao produto as características finais de projeto. A aplicabilidade da metalurgia do pó é extensa e variada, atendendo uma

diversidade de setores industriais, em especial o metal-mecânico. Dessa forma, muitas empresas vêm aderindo ao processo da metalurgia do pó por aspectos econômicos e de qualidade, algo que com essa técnica é possível de se conseguir (CHIAVERINI, 1986).

Muito comum também é a obtenção de peças não acabadas com esse método. Ocorre que na metalurgia do pó algumas geometrias não podem ser obtidas de forma definitivas, devendo assim passar por outros métodos produtivos para sua finalização, como a usinagem por exemplo. Dessa forma, por impossibilidade técnica, são utilizados outros métodos como dupla compactação, dupla sinterização e ou infiltração metálica. Existem, todavia, restrições em relação ao método de produção via metalurgia do pó. Um desses relaciona as dimensões de peças que podem ser sinterizadas, como por exemplo, a limitação de prensagem das prensas isso faz com que peças de dimensões muito elevadas não possam ser geradas por esse método (MORO *et al.*, 2007).

Já no campo da economia a metalurgia do pó é um processo que compete com boas vantagens, isso se comparada aos processos metalúrgicos convencionais. É claro, que tais vantagens somente se justificam quando o número do lote a ser produzido for relativamente elevado ou quando as peças fabricadas oferecerem uma geometria complexa e de dimensões não muito elevadas. Contudo não há concorrência quando o processo for para obtenção de metais que apresentam elevado ponto de fusão ou ainda quando forem constituídos por substâncias metálicas com não metálicas. Nesse caso só podem ser obtidos através da metalurgia do pó. A metalurgia do pó divide-se em dois grupos:

- Produtos produzidos tão somente pela metalurgia do pó.
- Produtos que podem ser produzidos tanto pela metalurgia do pó, quanto pelo processo convencional de transformação. Refere-se aos processos convencionais de transformação o forjamento, a conformação, quente e fria, a fundição e a usinagem.

Em relação ao primeiro grupo, os materiais constituintes dessa produção são: materiais cerâmicos; ligas pesadas; metal duro; materiais porosos; escovas coletoras de corrente elétrica; contatos elétricos compostos.

Assim os materiais do segundo grupo são: peças de ferro e aço sinterizado, certos ímãs alnico, peças de metais e ligas não ferrosas (GERMAN, 1984).

Um estudo proposto por Lanna (2004) visava à geração de ferramentas por sinterização através de um compósito cujos elementos são cerâmicos como AlN , Al_2O_3 , CeO_2 e Si_3N_4 para usinagem de ferro fundido cinzento. O nitreto de silício em especial, quando sinterizado, têm oferecido boa densidade e resistência aos materiais gerados. A Tabela 5 mostra a composição do compósito cerâmico sinterizado, proposto por Lanna (2004).

Tabela 5 - Cerâmica sinterizada (LANNA, 2004).

Material	$Si_3 N_4$	$Y_2 O_3$	$Al_2 O_3$	$Ce_2 O_3$	AlN
Quantidade (% em peso)	78,3	3,15	1,00	3,15	14,4

2.7.1 Compactação

O processo de compactação ocorre imediatamente após a mistura dos elementos que vão gerar um produto. As peças compactadas devem representar fielmente o conjunto de ferramentas pelos quais elas são prensadas e devem estar de acordo com as dimensões especificadas no projeto. Outro fator importante é a cavidade, assim conhecido, o orifício onde o pó é armazenado na matriz para ser compactado. Este deve receber a quantidade correta de material em pó para que o produto gerado contenha também uma boa densidade e qualidade a verde, além das geométricas (MORO *et al.*, 2007).

A ação de compactação é feita somente pelo punção superior e inferior. Deve-se também considerar as questões de construção do conjunto ferramental, pois ângulos e folgas costumam ser diferenciados em relação às ferramentas de outros processos de produção. Os pós-metálicos não se comportam como fluido metálico e devido ao atrito das partículas do pó com as paredes das ferramentas, as cavidades devem estar sempre homogeneamente preenchidas (GERMAN, 1984).

2.7.2 Pós metálicos e suas características

A forma e o tamanho das partículas individuais são as características mais importantes dos pós-metálicos. Portanto dominar o método de obtenção bem como sua caracterização é de grande importância, pois isso é transferido no produto final. As partículas dos pós-metálicos podem ser apresentadas como esféricas, aciculares, dendríticas, entre outras geometrias. As partículas aciculares são em geral unidimensionais parecidas com bastões irregulares. As partículas que possuem formato escamoso são consideradas bidimensionais, sendo o comprimento muito mais importante que a espessura. Todavia as esféricas são partículas de ordem tridimensional (CHIAVERINI, 1986).

2.7.3 Método de obtenção dos pós metálicos

Conhecer as técnicas de fabricação dos pós-metálicos é importante para que seja gerado um pó de boa qualidade. Muitos materiais metálicos podem ser fabricados com a tecnologia da metalurgia do pó. O método escolhido para a fabricação de um pó depende das especificações e propriedades do material. Existem vários processos para obtenção de pós metálicos, sendo que sua escolha depende do conjunto de propriedades do material e das características que se quer para o pó em função da aplicação pretendida. Os principais métodos são:

Métodos mecânicos (quebra ou moagem): indicado para materiais frágeis ou fragilizados por algum processo anterior, consiste em fragmentar o material com o auxílio de martelos ou moinhos até um determinado tamanho de partícula. Os moinhos mais comuns são de bolas, vibratórios e de atrito (PAVANATI, 2010). A Figura 6 mostra um moinho de bola utilizado neste método de obtenção de pós.



Figura 6 - Moinho de bola.

Fonte: (Sociedade Brasileira de Metais - SBM, 2012).

Fluxo Frio (*Cold-stream*) aumenta a fragilidade dos metais em temperaturas baixas para sua transformação em pó.

Atomização é também utilizado para obtenção de outros materiais ferrosos ou não ferrosos. O metal fundido é vazado através de um orifício apropriado para essa operação formando um filete líquido que é bombardeado por jatos de ar (processo R-Z / *Roheisen-Zunder*), gás (processo *ASEA-STORA* que utiliza o argônio e o nitrogênio), (processo *CSC/Centrifugal Shot Casting*) ou água. Esses jatos provocam a pulverização do filete e seu imediato resfriamento. O pó que é recolhido é reduzido e peneirado, ficando assim pronto para ser utilizado.

Processo de redução dos compostos de metais com agente redutores gasosos ou sólidos é conhecido como redução química. Representam o grupo de processos mais

significativos para obtenção de pós. Os agentes redutores que são mais largamente utilizados são o carbono e o hidrogênio. A redução com o carbono só é utilizável para elementos metálicos que não formam carbonetos muito estáveis. A redução com carbono é utilizada principalmente para o ferro (MORO *et al.*, 2007).

Ainda segundo Moro *et al.*, (2007), no processo de eletrólise os materiais apresentam elevada pureza, baixa densidade aparente e tem grãos de estrutura nitidamente dendrítica. Após a retirada dos tanques de eletrólise a massa de pó sob a forma de uma lama sofre secagem e sua classificação se dá por peneiramento.

2.7.4 Principais propriedades e parâmetros que caracterizam um pó

Os parâmetros mais importantes e que são utilizados para se determinar as características dos pós são:

- Grau de pureza;
- Forma e dimensão das partículas;
- Distribuição das partículas;
- Superfície específica das partículas;
- Densidade aparente das partículas;
- Microestrutura gerada.

A dureza, densidade aparente, a capacidade de escoamento, fluidez das partículas, a compressibilidade e a capacidade de sinterização, são algumas dessas propriedades obtidas pela metalurgia do pó (NIADA, 2011).

2.7.5 Densidade aparente

Densidade aparente ou massa específica aparente é definida como a massa de uma unidade de volume do pó não compactado. Apresenta-se como uma das propriedades fundamentais dos pós. Diz-se então que a densidade aparente pode ser conhecida através da razão entre a massa do pó solto pelo seu volume. A densidade aparente também é função da geometria das partículas e do grau de porosidade das mesmas (FERREIRA, 2002). Em geral, quanto mais irregular for a partícula dos pós associados com o aumento da rugosidade superficial das mesmas, menor será sua densidade aparente. Há uma diferença entre os tipos de densidade e essas diferenças são classificadas a seguir:

$$\text{Densidade Aparente } (da) = \frac{mps}{vps} \quad \text{Eq (1)}$$

Onde:

$mps = \text{massa do pó solto (g)}$.

$vps = \text{volume do pó solto (cm}^3\text{)}$.

$$\text{Densidade Volumétrica } (dvl) = \frac{mc}{vc} \quad \text{Eq (2)}$$

Onde:

$mc = \text{massa do compactado (g)}$.

$vc = \text{volume do compactado (cm}^3\text{)}$

$$\text{Densidade Verdadeira } (dve) = \frac{mc}{vv} \quad \text{Eq (3)}$$

Onde:

$mc = \text{massa do compactado (g)}$

$vv = \text{volume verdadeiro do compactado (cm}^3\text{)}$, leva em consideração o percentual de cada elemento presente no composto.

Para um melhor entendimento e verificação da densidade verdadeira do metal, fica mais fácil se ela for obtida através da seguinte equação apresentada por Ferreira (2002).

$$\text{Densidade Verdadeira } (dve) = \frac{dvl \times \% \text{ material}}{100} \quad \text{Eq (4)}$$

2.7.6 Processo de Sinterização

A sinterização é um processo subsequente à compactação. Ocorre em um forno de temperaturas elevadas e de atmosfera controlada. A sinterização é geralmente processada em fornos contínuos, caracterizado por três zonas de operação que são o pré-aquecimento, a manutenção da temperatura e o resfriamento (GALIOTTO, 2005).

- Na primeira fase a atmosfera relativa à primeira fase deve ser oxidante, isso promove uma completa remoção do lubrificante presente na mistura;

- Uma atmosfera redutora e não descarbonetante deve ser a composição da segunda fase, tal meio permite uma sinterização correta dos produtos;

- Por fim a terceira fase deve apresentar uma atmosfera não oxidante na zona de resfriamento, não permitindo a oxidação e conferindo uma superfície mais brilhosa ao produto (FERREIRA, 2002).

Há também uma característica intrínseca do processo de sinterização. Segundo Bonaldi (2008), ocorre no processo de sinterização a formação de (“*necks*”), em um primeiro estágio, onde a matéria apresenta-se contínua na interfaces dos grãos, ocorrendo pouca retração. Em um segundo estágio, ocorre um aumento da relação raio do (“*neck*”) com o raio da partícula, revelando duas fases contínuas, fase sólida e vazios, ou poros interligados. Por fim, em um último estágio ocorre o isolamento e arredondamento dos poros, oferecendo uma densificação ao material em torno de 90 a 95% em teoria. A Figura 7 mostra como se processam esses estágios.

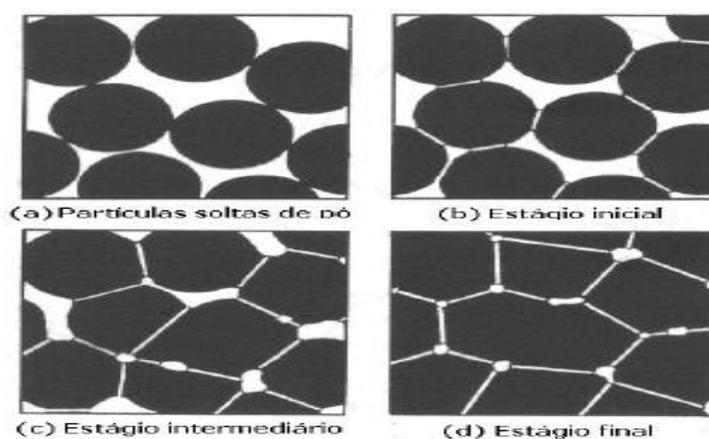


Figura 7 - Etapas da sinterização.

Fonte: (BONALDI, 2008).

2.7.6.1 Capacidade de sinterização

Capacidade de sinterização é a facilidade de aglutinação de duas superfícies de partículas adjacentes, quando aquecidas em estado de sinterização (FERREIRA, 2002). Santos (2009) faz uma relação de densificação entre os pós-dúcteis e mais endurecidos. Para o primeiro caso, a principal etapa da densificação é a compactação. Todavia para os materiais duros (cerâmica, tungstênio, ligas e compósitos particulados) a principal etapa de densificação é a sinterização. A Figura 8 mostra um gráfico de compactação de pós dúcteis e duros e como ambos se comportam.

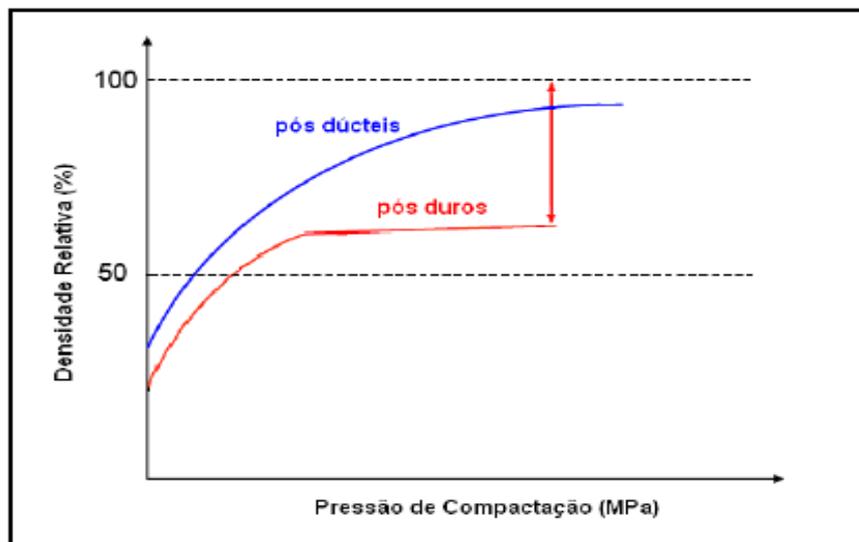


Figura 8 - Comportamento da compressibilidade de pós duros e dúcteis.

Fonte: (SANTOS, 2009).

2.7.7 Vantagem e desvantagem da metalurgia do pó

Com o desenvolvimento da metalurgia do pó nos últimos anos, a fabricação de peças de elevada densidade, pureza química e micro estruturalmente homogêneas realizadas por este processo, vem apresentando custos cada vez menores. Peças cerâmicas e metálicas fabricadas pela metalurgia do pó estão sendo produzidas em larga escala e com qualidades superiores quando comparadas aos demais processos. Como todo processo a metalurgia do pó apresenta algumas vantagens e também desvantagens quando comparado aos processos de fabricação tradicionais como a usinagem e a conformação a frio (LEMOS *et. al.*, 2010). Há também outros processos como o *Rapid Omnidirecional Compaction (ROC)* e a Consolidação por Constrição Radial (*CCR*), este último, é uma técnica de metalurgia do pó que utiliza sistema de prensagem à quente para obtenção de peças próximas da forma final. A *CCR* assim como a metalurgia do pó convencional vem oferecendo custos de fabricação mais acessíveis com peças de muito boa qualidade (ECER, 2004).

2.7.8 Compressibilidade e compactação

Compressibilidade e Compactação são parâmetros que indicam e descrevem o comportamento dos pós-metálicos assim que são compactados. Segundo Castagnet (2008) capacidade de densificação de um pó está relacionada com a compressibilidade. Contudo a compactação define-se como a estabilidade da estrutura do compactado prensado a uma

determinada pressão de trabalho. A Figura 9 mostra o esquema de união das partículas na metalurgia do pó.

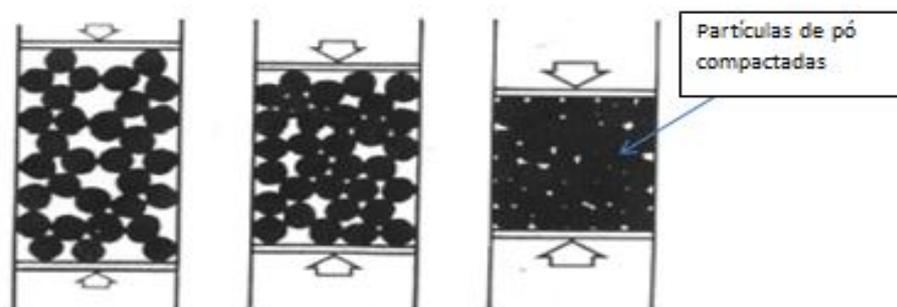


Figura 9 - Representação das partículas de pó após a compactação.

Fonte: (ANTÔNIO, 2011).

2.7.9 Mistura dos pós

Produtos fabricados pelo processo da metalurgia do pó dependem essencialmente da dosagem e da mistura correta dos pós (MARTINS, 2010). Tais produtos advindos dessa tecnologia são em geral constituídos pela mistura dos pós-metálicos ou não metálicos. Há também, segundo Thümmeler, *et al.*, 1993, um acréscimo de aditivo junto à mistura gerada e esses aditivos são os lubrificantes.

Outro fator de grande importância e que está relacionado à mistura dos pós é o tempo total de mistura dos elementos. É importante saber, contudo, que elevados tempos na operação de mistura dos pós, podem vir a provocar endurecimento superficial das partículas metálicas (FERREIRA, 2002). Pode-se também, segundo Cremonezi (2009), estimar a rotação do giro do misturador através de cálculos que envolvem as seguintes variáveis:

N = número de rotações.

32 = constante que se refere à rotação (RPM), ideal para os misturadores de pós na metalurgia do pó.

d = diâmetro do cilindro do misturador em metros.

Assim a equação a ser aplicada para a determinação da velocidade da mistura dos pós segue conforme a equação 5:

$$N = 32/\sqrt{d} \quad \text{Eq (5)}$$

2.7.10 Lubrificantes

O lubrificante sólido tem como função diminuir o atrito entre as partículas e as paredes da matriz e pode ser acrescentados nas ligas com percentuais que variam de 0,5% a 1,5% do peso das partículas (SAVI, 2011). Ainda segundo Savi (2011), sua utilização garante maior vida útil do conjunto de ferramentas. Segundo Klar (1998), a quantidade de lubrificante utilizado influencia de forma direta no escoamento do pó e na resistência do material. Os lubrificantes sólidos mais utilizados neste tipo de processo, independentemente da liga gerada, são o estearato de zinco e o comercialmente conhecido como kenolube (CASTRO, 2011).

2.8 Ensaio metalográfico

O exame metalográfico tem por objetivo analisar o metal sob o ponto de vista de sua estrutura, visando relacionar com ela as propriedades físicas, composição, processo de fabricação e outras propriedades não citadas. Esse ensaio é de grande importância e valia, pois com ele pode-se esclarecer ou prever o comportamento do metal em uma determinada aplicação (HÖGANÄS, 1999).

Com relação à metalurgia do pó, a técnica de análise metalográficas deve levar em consideração a porosidade intrínseca deixada pelo processo. A Figura 10 (a), mostra uma micrografia onde o composto foi obtido pela mistura de $WC-20Ni$ e a Figura 10 (b) mostra a metalografia de uma liga de Bronze $90Cu10Sn$ também sinterizada.

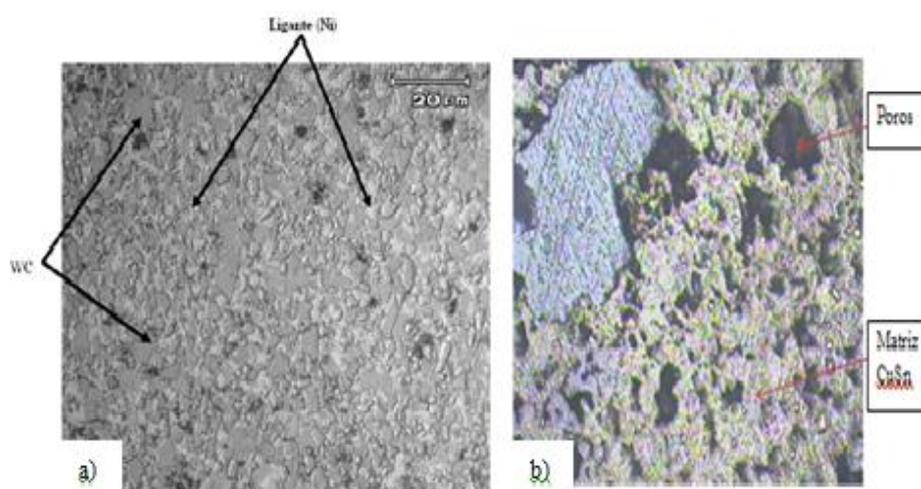


Figura 10 – (a) micrografia de um compósito $WC-20Ni$ sinterizado (100X) e (b) micrografia do sinterizado $90Cu10Sn$. Aumento (400x).

Fonte: (SANTOS e SILVEIRA, 2009).

A Figura 10 apresentada mostrou uma micrografia de dois materiais sinterizados, no qual o objetivo era a observação da matriz e seus constituintes após o processo de sinterização.

De acordo com a NBR 15454 (2007), existem dois métodos de execução desse exame e eles são:

- Exame macrográfico e micrográfico

Os exames macrográficos, fornecem dados gerais do material, tais como homogeneidade, natureza e quantidade de determinadas impurezas e o modo de processamento do material. Todavia os exames micrográficos, permitem a observação da granulação do material, a natureza, a quantidade, distribuição e forma dos muitos elementos presentes no material.

2.9 Ensaio de dureza

Primeiramente, define-se dureza como sendo uma propriedade mecânica relacionada à resistência apresentada por um material quando submetido a uma determinada carga. Quanto ao ensaio de dureza existem dois tipos, os ensaios estáticos e os dinâmicos. Os ensaios de dureza estáticos consistem na obtenção de uma impressão na superfície da peça, que pode ser sinterizada, usinada, forjada e que é provocada devido a uma pressão de uma ponta de penetração. Assim, a medida de dureza é dada em função das características da impressão e da carga aplicada (PADILHA, 1997). A Tabela 6 mostra segundo a NBR NM 187-1, valores recomendados para aplicação da verificação da dureza Brinell.

Tabela 6 - Recomendação de parâmetros para verificação da dureza Brinell em sinterizados, (FILHO, 2009).

Designação	Descrição
	Penetrador = Esfera de aço diâmetro 2,5 mm
HB 2,5/15,625/30	Carga = 15,625 kgf
	Tempo = 30 s
	Penetrador = Esfera de aço diâmetro 2,5 mm
HB 2,5/31,25/30	Carga = 31,25 kgf
	Tempo = 30 s
	Penetrador = Esfera de aço diâmetro 2,5 mm
HB 2,5/62,5/30	Carga = 62,50 kgf
	Tempo = 30 s
	Penetrador = Esfera de aço diâmetro 2,5 mm
HB 2,5/187,5/30	Carga = 187,5 kgf
	Tempo = 30 s

Para produtos sinterizados, faz-se necessário conhecer a norma NBR NM 187-1 para a realização de ensaios em sinterizados.

2.9.1 Dureza aparente

Conceitua-se a dureza obtida em materiais sinterizados como sendo a “dureza aparente”, que é a dureza da partícula do material. Logo, os ensaios de dureza para qualquer tipo de composto sinterizado deve ser realizado com o conhecimento da norma NBR NM 187-1. Durante o ensaio de dureza aparente, a ponta de prova é submetida a uma força que promove a deformação da superfície do material, isso se dá pelo fato do material ser composto de regiões sólidas e porosas. A presença dos poros faz com que haja valores muito diferentes entre mínimo e máximo de dureza. Para Chiaverini (1992) o método Rockwell na escala B com esfera de 1,58 mm (1/16”) de diâmetro pode se utilizado para determinar a dureza de tais materiais, assim também pelo método Vickers. Os principais tipos de ensaio de dureza estático são:

- Ensaio de Dureza Brinell;
- Ensaio de Dureza Rockwel;
- Ensaio de Dureza e microdureza Vickers e Knoop.

Um importante esclarecimento a ser feito diz respeito ao fato de que medidas de dureza em sinterizados não são comparáveis com resultados tradicionalmente obtidos na determinação de dureza de materiais não porosos (CHIAVERINI, 1992).

2.9.2 Ensaio de microdureza Vickers para sinterizados

Este método consiste na verificação da resistência oferecida ao material à penetração de uma pirâmide de diamante de base quadrada e ângulo ente faces de 136°. O valor de dureza Vickers é obtido pelo quociente da carga aplicada (F) pela área de impressão (A) que fica no corpo ensaiado. Dessa forma para a obtenção do valor da dureza Vickers (ABNT, 2008), basta utilizar a equação 6 apresentada.

$$HV = F / A \quad \text{Eq (6)}$$

Onde:

HV = Dureza Vickers

F = Força (N)

A = Área de impressão do identador (mm²)

Devido ao fato dos corpos sinterizados serem compostos de regiões sólidas e poros, os valores da macrodureza, determinados pelos métodos convencionais Brinell, Rockwell ou Vickers são geralmente menores do que aqueles dos materiais totalmente sólidos, com a mesma composição e condição metalúrgica. Deve-se considerar então que o penetrador encontrará uma resistência muito menor no sinterizado. A presença aleatória dos poros faz com que a diferença entre os valores mínimo e máximo da dureza seja muito maior do que aqueles obtidos no material inteiramente sólido. A macrodureza obtida é conhecida como macro dureza aparente e fornece valores médios de todas as fases presentes no local da indentação (MUTERLLE, 2006).

Os valores de dureza aparente obtidos não devem estar e nem serem associados à resistência à tração ou à resistência ao desgaste.

É comum fazer conclusões erradas e ou precipitadas, dado à presença da porosidade. Todavia, o fato de a dureza aparente apresentar-se como abaixo do esperado não pode ser determinante para o julgo ruim das propriedades funcionais do material sinterizado. Ainda segundo Muterlle (2006), os valores de dureza aparente de sinterizados não devem ser convertidos de uma escala para outra.

A verdadeira dureza da estrutura do sinterizado, dureza da fase metálica presente, é comparável com a dureza do metal fundido de mesma composição e condição metalúrgica. Conforme recomendações normativas, a dureza isoladamente não deve ser motivo de aprovação, rejeição ou impedimento de lotes de peças sinterizadas. Assim sendo, o valor de dureza considerado para os produtos sinterizados é regida pela ISO 6507.

2.10 Ensaio de desgaste

Quando um material é submetido a trabalho mecânico e em especial de contato com outros de maior resistência mecânica, ele é propenso a sofrer desgaste que pode ou não prover falhas de ordens funcionais ou estruturais. Para tanto, os ensaios de desgaste vêm para prever possíveis falhas ou desgaste que um determinado material tende a sofrer quando submetido a seu propósito. Há diversos métodos que predizem com relativa precisão o desgaste futuro de um componente frente a sua aplicação (CANGUDO, 2009). Ainda segundo Cangudo (2009), a tribologia abrange os conhecimentos da física, da química, da mecânica e da ciência dos materiais para explicar e prever o comportamento de sistemas físicos que são aplicados em sistemas mecânicos.

2.10.1 Princípios básicos da tribologia

Um dos principais motivos para o estudo da tribologia é o desgaste. Há, quatro modos de ensaio de desgaste conhecidos são: Adesivo, Abrasivo, Fadiga e Corrosivo.

O desgaste adesivo ocorre quando a ligação adesiva entre as superfícies é suficientemente forte para resistir ao deslizamento. No desgaste abrasivo ocorre remoção de material da superfície. O desgaste por fadiga especifica os limites de tensão e de tempo de uso de um produto, peça ou elemento de máquina. Finalmente, o desgaste corrosivo ocorre em meios corrosivos, líquidos ou gasosos. A Figura 11 mostra um breve resumo dos mecanismos que fazem parte dos diversos tipos de desgastes (WILLIANS, 1999).

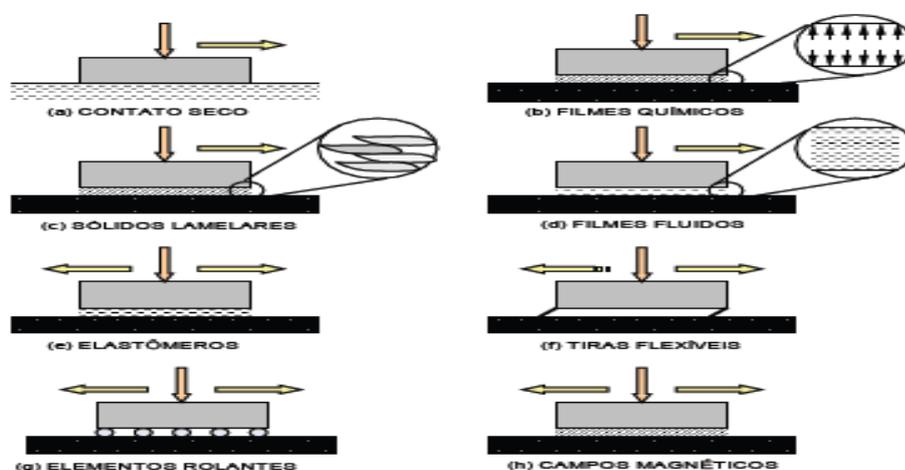


Figura 11 - Diagrama dos processos de desgaste em função do elemento interfacial e do tipo de movimento das interfaces.

Fonte: (ENCITA, 2007).

O ensaio abrasivo representado no esquema da Figura 11 apresenta-se de grande importância para a mensuração do comportamento de componentes que são submetidos a contato seco (a) e filmes fluidos (SILVA, 2009). Tais citações reforça a importância do uso desta ferramenta na análise de selos mecânicos.

2.10.2 O tribômetro

O tribômetro é um equipamento para medição de propriedades de atrito e desgaste. A caracterização tribológica, segundo a ASTM G99-95 envolve conhecimentos sobre as reais condições de uso do material bem como os estudos sobre o coeficiente de atrito, taxa de desgaste e durabilidade do filme (ZUM-GAHR, 1987 *apud* SUSKI, 2004).

2.10.3 Perfilometria

A perfilometria consiste na técnica de análise dos perfis (normalmente riscos de indentadores de ensaios de desgaste) e suas irregularidades (HOLMBERG *et al.*, 2000). O nanoindentador pode ser utilizado para a obtenção de perfil transversal gerado pela trilha de desgaste do teste de movimento recíproco de tribologia. A ponta *Berkovich*¹ que percorre a amostra pode ser utilizada de duas maneiras diferentes:

1. A face da ponta *Berkovich* percorre a amostra;
2. O vértice é que percorre a amostra (UNDA, 2013)

2.11 Microscopia eletrônica de varredura

Microscópio Eletrônico de Varredura, mais conhecido como MEV, é um instrumento versátil e muito utilizado para a análise microestrutural de materiais sólidos. Apesar de apresentar certa complexidade com relação aos seus mecanismos para a obtenção da imagem, o resultado é uma imagem de muito fácil interpretação.

O aumento máximo que se pode obter pelo MEV fica entre o microscópio ótico (MO) e o Microscópio Eletrônico de Transmissão (MET). A grande vantagem do MEV em relação ao microscópio ótico é sua alta resolução, na ordem de 2 a 5 nm ($20 - 50 \text{ \AA}$). Nos dias contemporâneos, existem instrumentos com até 1 nm (10 \AA), enquanto que no ótico é de 0,5 μm . Comparado com o microscópio eletrônico de transmissão a grande vantagem do MEV está na facilidade de preparação das amostras (MALISCA, 2004).

Ainda segundo Malisca (2004), não são apenas as características anteriormente citadas que fazem do MEV uma ferramenta tão importante e tão usada na análise dos materiais. O fato de propiciar também elevada profundidade de foco (imagem com aspecto tridimensional) e a possibilidade de combinar a análise microestrutural com a microanálise química fazem desta técnica uma das mais utilizadas.

A profundidade máxima de detecção, no entanto, depende da energia com que estas partículas ou raios atingem o detector, ou são capturadas pelo mesmo (DEDAVID *et al.*, 2007). Buscando entender a formação micro granular de um compósito a base de Fe, Cu, Cr,

¹ *Berkovich é um tipo de indentador com pontas piramidais utilizado em ensaios para analisar as propriedades mecânicas de diversos materiais.*

sinterizado a 900 °C (FRUTUOSO, 2010), realizou em seus estudos uma análise via MEV, de tal estrutura, vista na Figura 12.

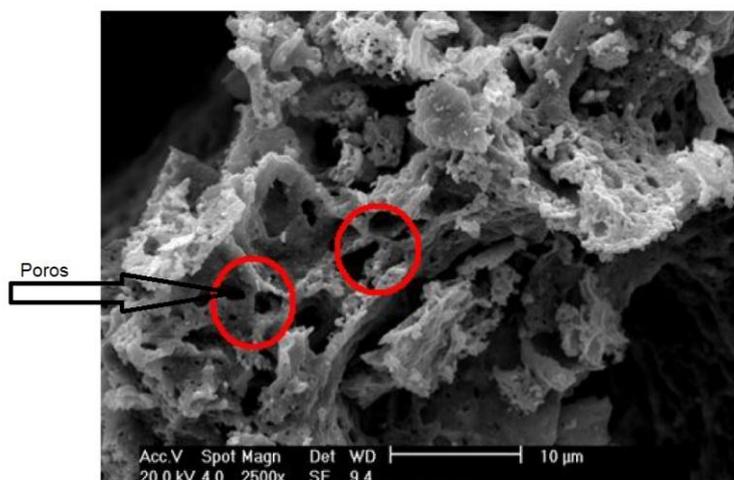


Figura 12 - Imagem MEV de um espinélio de $CuFeCrO_4$ a 900°C com ampliação de 2500X.
Fonte: (FRUTUOSO, 2010).

O metal duro é um dos compósitos mais processados e estudados pela metalurgia do pó.

2.12 Selo mecânico

Os selos mecânicos são peças de forma cilíndrica que tem como propósito eliminar e ou prevenir vazamentos de fluidos, impedindo sua passagem ao longo da interface de duas superfícies anelares radiais. Os materiais que são utilizados na fabricação de selos mecânicos são bem variados. São utilizados em equipamentos rotativos como em bombas centrífugas e outros equipamentos dos mais diferentes ramos industriais como a têxtil, alimentar, de papel e celulose, petrolífera e automobilística (PEDROSO, 2008). A Figura 13 mostra o posicionamento de um selo mecânico em uma bomba centrífuga.

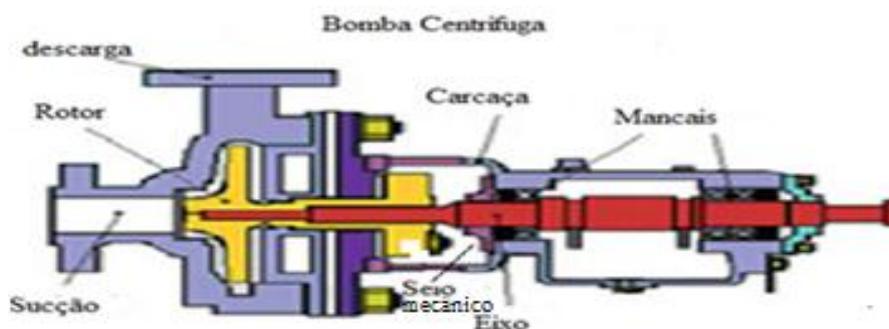


Figura 13 - Posicionamento de um selo mecânico em bombas centrífugas.
Fonte: (CIMM, 2013).

Os selos mecânicos ainda segundo Pedroso (2008), são elementos de apresentam elevado controle dimensional e precisam de uma fabricação em condições de extremo controle de fabricação, com instrumentos que garantam suas rigorosas especificações. A norma *API 682* especifica exigências e dá recomendações sobre sistemas de selagem em bombas centrífugas e rotativas. Apresenta também procedimentos para a seleção do selo, de acordo com sua aplicação, materiais fabricados, arranjo, categorias, entre outras características. Os selos mecânicos podem ser divididos em dois grupos que são:

- selo simples (selo com um único conjunto de sedes);
- selo duplo (podem ser opostos, em série ou frontais).

A Figura 14 apresenta de forma ilustrativa as partes de um selo mecânico não “acartuchado”.



Figura 14 - Ilustração das partes construtivas de um selo mecânico “não cartuchado”.

Fonte: (NEI *et al.*, 2007).

O selo mecânico não se apresenta como uma peça de projeto complicado. Ele consiste basicamente de um conjunto rotativo, solidário ao movimento do eixo do equipamento e um conjunto estacionário. Os selos mecânicos têm o objetivo prático de vedar, sem provocar aquecimento excessivo nem causar desgaste prematuro no eixo ou na luva. Deve, nestes, haver respectivamente as faces rotativa e estacionária juntamente com suas respectivas vedações secundárias. Outras peças do conjunto variam de acordo com a concepção do projeto do selo mecânico (BATISTA, 2011).

2.13 Condutibilidade elétrica dos materiais compostos

A manifestação da eletricidade ligada à matéria condiz com sua propriedade de conduzir corrente elétrica e este fenômeno é intrínseco de cada material. A condutividade elétrica que por sua vez, difere de uma corrente elétrica pode ser entendida como o movimento ordenado de partículas eletricamente carregadas que circulam por um condutor, quando entre as extremidades desse condutor há uma diferença de potencial, ou seja, tensão.

De forma análoga, a tensão elétrica pode ser entendida como uma "força" que têm como responsabilidade a movimentação de elétrons de um material para outro. Alguns materiais são bons condutores elétricos, outros, nem tanto (VITORINO *et al.*, 2012).

2.13.1 Resistividade elétrica dos materiais compostos

A resistividade elétrica é uma grandeza que está associada a um impedimento imposto aos portadores de carga e é uma propriedade intrínseca da matéria (GIROTTI, 2002). A resistividade elétrica, ainda segundo Girotto (2002) independe do corpo estudado. A mensuração da resistividade elétrica pode ser feita por excitação de campo magnético ou elétrico, onde para o caso de correntes alternadas *ac* usa-se a excitação provida de um campo magnético e para correntes contínuas *dc* o campo elétrico.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Visão geral dos procedimentos utilizados

O estudo em questão utilizou espécimes obtidos pelo processo da metalurgia do pó. No decorrer dos processos, aos quais as peças foram expostas, dados foram coletados e as informações de tais dados repassados e apresentados neste trabalho.

O diagrama de blocos da Figura 15 mostra resumidamente a sequência do fluxo das atividades que foi adotada para o desenvolvimento deste trabalho.

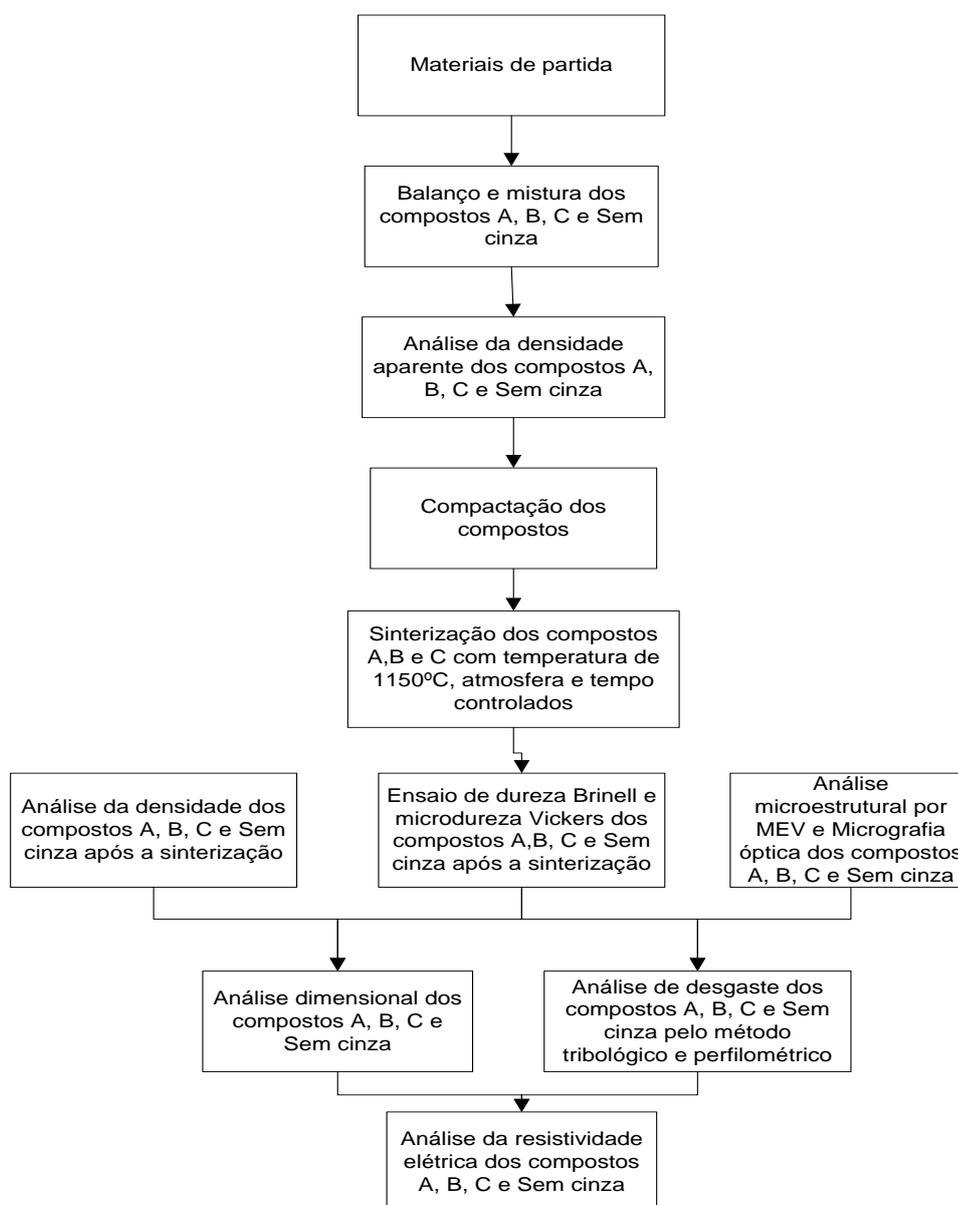


Figura 15 - Fluxograma de desenvolvimento do trabalho.

3.2 Materiais

Os materiais que foram utilizados para a fabricação das amostras sinterizadas foram o pó de cobre eletrolítico, o pó de ferro atomizado, o grafite e também o estearato de zinco como lubrificante. A caracterização do pó de ferro atomizado e do pó de cobre eletrolítico são apresentados nos anexos I e II, já a caracterização da cinza é apresentado no anexo III dessa dissertação. Para os demais elementos incluindo não foi anexado fichas de especificações técnicas devido ao não fornecimento do documento pelos fornecedores.

Contudo, para o ensaio dos estudos foram mantidos todos os elementos presentes no composto padrão e acrescido a cinza leve.

3.3 Conjunto de ferramentas para compactação dos compostos A,B,C e Sem cinza (SC)

Para a fabricação dos corpos de prova dos compostos A,B, C e Sem cinza, foi utilizado um conjunto de ferramentas padrão, que apresenta cavidade cilíndrica e dois punções para compactação dos compostos ensaiados. A Figura 16 (a,b,c) mostra o conjunto utilizado para a fabricação das amostras, o punção superior, o inferior e a matriz de compactação em formato 2D e 3D.

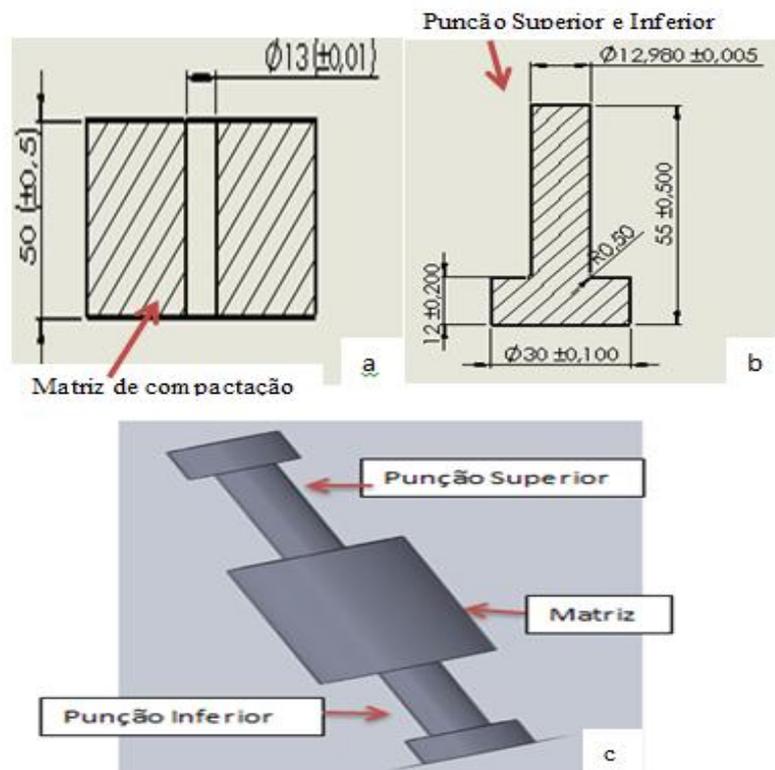


Figura 16 - Conjunto de ferramentas para geração dos compostos A,B,C com cinza e Sem cinza.

3.4 Análises realizadas no processo

Para a análise do estudo proposto nesta dissertação foi realizado o balanceamento e mistura dos compostos com cinza volante e sem cinza volante. Avaliou-se a densidade aparente (massa específica aparente) dos compostos gerados e comparou-se com o composto sem cinza. Realizou-se a compactação das amostras geradas dos três diferentes compostos com cinza em balanço e também das amostras sem cinza. Realizou-se a sinterização das amostras em atmosfera rica de argônio, não foi utilizado outra atmosfera sinterizante como de nitrogênio, por exemplo.. Também foi verificada a microestrutura das amostras desenvolvidas com cinza e da amostra de composição SC, após a sua sinterização, por meio de ensaio metalográfico segundo NBR – 15454, 2007. Avaliou-se as propriedades mecânicas dos corpos de prova à base de cinza leve, através do ensaio de dureza *Brinell*, segundo a NBR NM187-1, 1999. Essa técnica foi utilizada para fins de comparação dos resultados de dureza entre os corpos de prova gerados com diferentes percentuais de cinza e os sem cinza. Os espécimes também foram submetidos ao ensaio de microdureza *Vickers*, seguindo a ISO 6507, norma esta específica para verificação em sinterizados.

Para verificação do comportamento das peças durante a compactação, foi mensurada a densidade do sinterizado de todos os compostos gerados nesse trabalho. Tais dados serviram para analisar e comparar as densidades dos compostos com e sem cinza leve. Realizou-se um ensaio de desgaste nos compostos segundo método tribológico, seguindo princípios da ASTM G99-95. Para auxílio dos dados obtidos, as peças foram submetidas à análise de perfilometria, microscopia eletrônica de varredura e também submetida à verificação química, por EDS. Por fim, observaram-se as variações dimensionais das amostras quando submetidas ao processo de compactação e as variações após o processo de sinterização. Procurou - se verificar as propriedades elétricas dos novos compostos, com cinza, e compará-los ao sem cinza.

3.5 Cinza leve como reforço em anéis de selo mecânico

O anel do selo mecânico fabricado por metalurgia do pó e já comercialmente utilizado apresenta em sua composição ($65Fe-34,80Cu-0,2C$). Será, então, gerado um composto (A) onde serão mantidos todos os elementos da liga padrão e acrescido o percentual de 4,8% da cinza leve, em balanço com o ferro e demais elementos constituintes do composto. Após será acrescido 9,8% de cinza leve, composto (B), e correção do valor de ferro como balanço, por fim para encerramento dos experimentos será acrescentado o valor de 14,8% da cinza leve,

composto (C) e corrigido o teor de ferro como balanço. Todos os demais elementos presentes na liga original permanecerão inalterados. Os percentuais de cinza adicionados às ligas propostas levou em consideração uma faixa de 0 a 15% de cinza em massa. Procurou-se manter o mais próximo possível os percentuais de elementos existentes no composto padrão e evitar o trabalho com muitas variáveis. É importante descrever nesse item que para a adição do percentual da cinza em cada composto gerado, será retirado o mesmo percentual de ferro.

3.6 Número de amostras

Para a realização dos estudos propostos foram fabricados oito amostras de cada um dos composto A (4,8% cinza), B (9,8% cinza), C (14,8% cinza). Para o composto sem cinza (SC) foi gerado oito amostras para realização de ensaios aos quais os compostos com cinza também viriam a ser submetidos.

3.6.1 Composição dos compostos gerados A, B e C

A elaboração das peças do composto A, foi gerado com uma composição química de percentual, $60,2Fe - 34,8Cu - 4,8Cinza - 0,2C - 0,5Esterato\ de\ zinco$. O estearato de zinco será o lubrificante utilizado nas amostras desse estudo. A elaboração das peças do composto B, foi gerado com uma composição química de percentual, $55,2Fe - 34,8Cu - 9,8Cinza - 0,2C - 0,5Esterato\ de\ zinco$. Já a elaboração das peças do composto C foi gerado com uma composição química de percentual, $50,2Fe - 34,8Cu - 14,8Cinza - 0,2C - 0,5Esterato\ de\ zinco$.

3.7 Quantidade de material

A quantidade total de material que foi utilizada para a fabricação dos três compostos fabricados A, B e C foi de 300 gramas em massa. A quantidade de material (300 gramas) foi suficiente para gerar oito amostras de cada composto com cinza volante balanceada. Foi respeitado rigorosamente o percentual de cada elemento presente na formação dos compostos A, B e C, já apresentados no item 3.6.1., para manter a condição proposta no item 3.5.

3.7.1 Composição quantitativa dos elementos do composto A

A formulação do composto A, foi realizada seguindo o percentual estipulado para cada elemento químico, apresentado na Tabela 7. Dessa forma quantificou-se em massa a presença de cada elemento presente nos corpos de prova gerados.

Tabela 7 - Representação em massa dos elementos presentes no composto A.

Elementos Químicos	Quantidade de material em massa (g)	Percentual (%)
Cobre	34,8	34,8
Cinza leve	4,8	4,8
Grafita	0,2	0,2
Estearato de Zinco	0,5	0,5
Ferro	60,2	60,2
Total	100,5	100,5

*O percentual excedente no total, diz respeito ao percentual de lubrificante adicionado no composto. Para fins de balanço não se considera tal lubrificante no composto.

3.7.2 Composição quantitativa dos elementos do composto B

Tal como a formulação do composto A, o composto B, seguiu o percentual estipulado para cada elemento químico, apresentado na Tabela 8. Dessa forma quantificou-se em massa a presença de cada elemento nas amostras geradas.

Tabela 8 - Representação em massa dos elementos presentes no composto B.

Elementos Químicos	Quantidade de material em massa (g)	Percentual (%)
Cobre	34,8	34,8
Cinza leve	9,8	9,8
Grafita	0,2	0,2
Estearato de Zinco	0,5	0,5
Ferro	55,2	55,2
Total	100,5	100,5

*O percentual excedente no total, diz respeito ao percentual de lubrificante adicionado no composto. Para fins de balanço não se considera tal lubrificante na liga.

3.7.3 Composição quantitativa dos elementos do composto C

Por fim a formulação do composto C, seguiu a mesma sistemática realizada para geração dos compostos A e B. O resultado em massa dos elementos presentes na liga C foi apresentado na Tabela 9.

Tabela 9 - Representação em massa dos elementos presentes no composto C.

Elementos Químicos	Quantidade de material em massa (g)	Percentual (%)
Cobre	34,8	34,8
Cinza leve	14,8	14,8
Grafita	0,2	0,2
Estearato de Zinco	0,5	0,5
Ferro	50,2	50,2
Total	100,5	100,5

*O percentual excedente no total, diz respeito ao percentual de lubrificante adicionado no composto. Para fins de balanço não se considera tal lubrificante na liga.

3.8 Densidade aparente das misturas

Uma importante característica do material é a sua massa específica aparente ou densidade aparente. Segundo o laudo de qualidade da empresa Brasec, Anexo II, fornecedora do pó de Cobre, a massa específica aparente do material fornecido para compactação e sinterização das peças foi de 1,42 a 1,55 g/cm³. Da mesma forma ocorre com o pó de ferro, esse, no entanto, com apresentação de laudo fornecido pela empresa *Höganäs*, Anexo I. As Tabelas 10, 11, 12 e 13 mostram as propriedades físicas, químicas e granulométrica, contidas no certificado de qualidade fornecido pelas empresas *Höganäs* e *BRASEC SINTER*.

Tabela 10 - Certificado das propriedades químicas presentes no pó de Ferro,(*HÖGANÄS*, 2013).

Propriedades Químicas			
	Resultado dos Testes (%)	Especificação Mínimo %	Especificação Máximo %
<i>Oxigênio Total</i>	0,17	-	0,17
<i>C</i>	0,0050	-	0,0240
<i>S</i>	0,012	-	0,03

Já com relação às propriedades físicas contidas no pó de ferro utilizado nos compostos gerados, a Tabela 11, apresenta, segundo o laudo da *Höganäs* (ANEXO I), os seguintes resultados.

Tabela 11 - Propriedades físicas do pó de Ferro, (HÖGANAS, 2013).

Propriedades Físicas			
	Resultado dos Testes laboratoriais	Especificação Mínimo	Especificação Máximo
Massa específica aparente	2,91 g/cm ³	2,90 g/cm ³	3,05 g/cm ³
Escoamento	25,6 sec/50g	-	28,0 sec/50g
Compressibilidade (600Mpa)	7,15 g/cm ³	7,09 g/cm ³	-

Da mesma forma que as Tabelas 10 e 11, os dados referentes à granulometria do pó utilizado para geração do composto proposto e apresentado na Tabela 12, foram retirados e fornecidos pelo Anexo I.

Tabela 12 - Tabela das granulometrias do pó de Ferro, (HÖGANAS, 2013).

Propriedades Químicas			
Escala Tyler	Resultado dos Testes laboratoriais (% Unitário)	Especificação Mínimo %	Especificação Máximo %
- 45Mesh	22,2	10	30,0
+ 45 Mesh	37,6	-	
+ 75 Mesh	21,9	-	
+ 106 Mesh	15,8	-	
150-212 Mesh	2,5	-	12,0
+150 Mesh	2,4	-	
+180 Mesh	0,1	-	2,0
+212 Mesh	0	-	

A Tabela 13 mostra as especificações do pó de cobre fornecido pela empresa *BRASEC SINTER*. Foi utilizado pela empresa a classificação da granulometria do pó pelo método da escala de Tyler².

Tabela 13 - Especificações técnicas do pó de cobre eletrolítico, (BRASEC SINTER, 2012).

Escala Tyler	+100	-100 +200	-200	Densidade Aparente (g/cm ³)	Perda ao H ₂ (%)	Escoamento sec/50g
Valores obtidos (%)	1,19	82,09	16,60	1,42 a 1,55	Max. 0,2	75 sec/50g
Análise química onde Cu (%) ≥ 99,9%	Classe AG 01					

² A escala de Tyler é um método de peneiramento que relaciona o número de malhas (mesh) com o diâmetro das partículas que por ela passa. A escala Tyler é utilizada no peneiramento de partículas de 6,680mm até 0,038mm.

Os dados fornecidos e apresentados na Tabela 13 foram retirados do laudo de qualidade da empresa *Brasec Sinter* e está disposto no Anexo II desta dissertação.

3.9 Mistura e homogeneização dos compostos A,B,C e Sem Cinza

Para a geração de um composto uniformemente distribuído, quanto à distribuição em tamanho das partículas do pó, o processo de mistura precisou ser bem controlado. Assim foi utilizada uma balança semi-analítica com capacidade de 500 g, da empresa Bell Brasil com resolução de um milésimo de grama para aferição do peso em massa conforme percentual de cada elemento da liga que a compõe.

Após, os materiais foram levados para o misturador de duplo cone disponível no laboratório da metalurgia do pó da UFRGS, conforme ilustra a Figura 17.

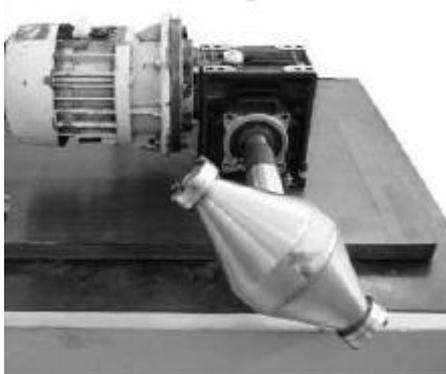


Figura 17 - Misturador duplo cone.
Fonte: (BARBOZA, 2009).

Misturador duplo cone de aço inox utilizado para mistura dos compostos A, B, C e SC.

3.9.1 Densidade aparente dos Compostos A,B,C e Sem Cinza

Primeiramente foi ensaiada a massa específica aparente de cada pó em separado e em seguida a massa aparente de cada um dos quatro compostos gerados neste trabalho para comparação entre si. Ambos os ensaios utilizaram-se de uma balança de marca, modelo e capacidade que será destacado no item 3.9.1.1. Já para a realização e análise da densidade aparente foram utilizados dois diferentes dispositivos. O primeiro que é apresentado na Figura 18 tem uma cavidade com 2,01cm² de área e 3,01 cm³ de volume, foi utilizado para análise dos constituintes químicos do composto (*C, Fe, Cu e Cinza leve*). Para os compostos A, B, C e SC, foi utilizado à própria ferramenta de compactação das amostras e que foi visto na Figura

16. A equação utilizada para realização dos cálculos das densidades aparentes dos constituintes químicos e dos compostos gerados são apresentadas no capítulo 4 no item 4.1.



Figura 18 - Área de depósito do pó solto.

Os pós são colocados na região de preenchimento do pó solto até preencher totalmente a cavidade indicada pela seta vermelha em destaque. O volume dessa região, que pode ser calculada pelos valores de área e altura, fornecidos no item 3.9.1, fornece a densidade aparente dos constituintes químicos presentes nos compostos.

3.9.1.1 Densidade a verde dos compostos A, B, C e Sem Cinza

Para verificação da densidade a verde ou massa específica dos compostos fabricados foi utilizado uma balança de precisão da empresa Urano modelo 1000/0,1L com capacidade de pesagem de 1004,5 g com divisão de 0,1 g, conforme ilustra a Figura 19.



Figura 19 - Balança de precisão e recipiente com água.

A Figura 19 ilustra a balança de precisão e o recipiente utilizado para a realização das densidades a verde dos compostos gerados. Os resultados são apresentados no eixo das

ordenadas da Figura 32, onde também são apresentadas as curvas de compressibilidade no eixo das abcissas.

3.10 Compactação

A compactação das peças foi realizada em uma prensa hidráulica manual de modelo P30 ST com curso hidráulico de 130 mm com ajuste fino do fuso de 80 mm, com força máxima de prensagem de 294 kN. Cada ciclo de trabalho da prensa fabricou uma única peça por vez. A retirada da peça da região de compactação foi feita manualmente com o punção extrator e apoiada em um dispositivo de isopor forrado com algodão para amortecimento da queda. A Figura 20 ilustra a prensa de compactação que foi utilizado para prensagem dos corpos de prova.



Figura 20 - Prensa de compactação.

3.11 Sinterização

Para o processo de sinterização, utilizou-se um forno tipo poço, modelo SANCHIS com capacidade de sinterização de 1500°C máximo, 11 kW de potência e tensão de 220 volts. Para o processo proposto foi utilizado as seguintes condições de sinterização apresentada:

Composto A - temperatura de sinterização 1150 °C com variação de 10 °C para mais ou para menos, atmosfera 100% argônio e taxa de resfriamento 10 °C por minuto.

Composto B – mesma condição do composto A.

Composto C – mesma condição do composto A e B.

Composto SC – Mesma condição dos compostos A,B e C

A Figura 21 mostra o forno de sinterização que foi usado para sinterizar às amostras fabricadas.



Figura 21 - Forno poço SANCHIS.

3.11.1 Densidade após processo de sinterização

Após o processo de sinterização as peças geradas pelos compostos A,B,C e SC foram submetidas à verificação da densidade pós-sinterizado. Para a realização desse ensaio, utilizou-se o método de Arquimedes.

3.12 Ensaio metalográfico

As peças passaram por ensaio metalográfico segundo rege a norma ABNT NBR – 15454 (2007).

3.13 Microscopia Eletrônica de Varredura

Os corpos de prova dos compostos A, B, C e SC foram submetidos ao ensaio de MEV e análise de EDS. O equipamento utilizado foi um microscópio eletrônico de varredura da marca Carl Zeiss AG - EVO® 40 Series, apresentado na Figura 22.



Figura 22 - Equipamento para análise de MEV e EDS.

Fonte: Instituto Tecnológico em Ensaios e Segurança Funcional (ITT FUSE).

Microscópio eletrônico de varredura utilizado para verificação da microestrutura dos compostos gerados.

3.14 Ensaio de dureza

O método que foi empregado para realização desse ensaio para o trabalho em questão foi o Brinell (HB), devidamente normatizado para sinterizados, segundo norma ABNT NBR 187-1.

No entanto, outro método utilizado para verificação da dureza do material foi o método de microdureza vickers devidamente apropriado para sinterizados, segundo norma ISO 6507 e seu procedimento regido pela norma ISO 4498. Esse método permitiu o uso de um equipamento *Hardness Tester* ISH-IDV 1000 com ciclo automático de cinco segundos de aplicação e manutenção de carga sobre a superfície da peça. A escala utilizada foi HV 5, com penetrador de diamante forma piramidal de 136° pré-carga utilizada foi de 5 *kgf* ou 49,03 N e uma carga final para o ensaio de 50 *kgf* ou 490,33 N para cada superfície ensaiada. As Figuras 23 e 24 mostram os equipamentos que foram utilizados para realização dos ensaios de dureza.

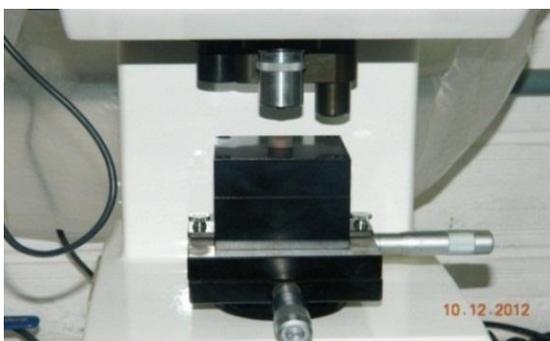


Figura 23 - Ensaio de microdureza Vickers para sinterizados.

O equipamento da Figura 23 proporciona a realização do ensaio de microdureza.



Figura 24 - Equipamento de ensaio de dureza Brinell.

3.15 Ensaio de desgaste

As amostras foram submetidas a ensaio tribológico de desgaste por deslizamento segundo rege a norma ASTM G99-95, utilizando um tribômetro CETR, controlado computacionalmente, empregando o método do tipo *ball on plate* (bola na placa). O desgaste foi realizado com movimento linear recíproco por uma esfera de alumina com diâmetro de 7,75 mm, utilizando como parâmetro 5N de carga, durante 15 minutos com uma frequência de 1Hz. A Figura 25 ilustra o equipamento que realiza os ensaios de desgaste.



Figura 25 - Equipamento de desgaste por tribologia.

Ao término do ensaio de desgaste, foi realizado a análises de perfilometria de contato utilizando um perfilômetro CETR PRO500 3D para verificar a profundidade e largura das trilhas. Para isso, foram feitas três análises perfilométricas para cada trilha desgastada, conforme mostra a Figura 26.



Figura 26 - Equipamento de perfilometria.

3.16 Análise dimensional da espessura do material

As amostras coletadas foram verificadas com instrumentos de medição e esses foram o paquímetro analógico e micrômetro de verificação de diâmetro externo com resolução centesimal. As cotas avaliadas para o trabalho proposto foram tão somente a espessura da peça e o seu diâmetro externo, tanto na compactação como para pós-sinterização. Dessa forma, pôde-se analisar se houve ou não variação dimensional de uma etapa do processo para outra. Para Cremonezi (2009), após o processo de sinterização o material pode vir a sofrer expansão devido à presença de ferro, ou retração em função da presença do cobre ao término da sinterização. Não foram explorados na análise dimensional desse trabalho, os conceitos de probabilidade e estatística. A Figura 27, mostra em projeção a peça e as cotas de controle.



Figura 27 – Dimensional de referência para as amostras A,B,C e SC.

3.17 Ensaio de condutividade elétrica

Para realização do ensaio de condutividade elétrica, que segundo Jesus (2000) é fundamental para obtenção das informações de carácter microestrutural e elétrico do composto, foi escolhido o método dos quatro pontos ou dois terminais. Tal método foi escolhido para evitar a influência da resistência de contato que promove diferença nos resultados quando realizado pelo método dos dois pontos. A espessura do fio que foi soldado nas amostras para verificação das correntes foi de 0,1mm. Para fixação, isto é, soldagem do

fio na peça, foi utilizado um voltímetro de 0 à 150 Volts com auxílio de um microscópio óptico de 2,5 vezes modelo PZ0 marca WARSZAWA. A corrente induzida na amostra para verificação da resistência elétrica de cada compósito foi de $5\mu\text{A}$ e o tempo de exposição a essa corrente foi de 120 segundos. A Figura 28 mostra o voltímetro que foram utilizadas para verificação da tensão que fixou os fios nas amostras.



Figura 28- Voltímetro.

Já para análise da condutividade elétrica foi utilizado um gerador de sinais, detector assíncrono, controlador de temperatura, multímetro e fonte de corrente. A Figura 29 mostra o equipamento utilizado na verificação da condutividade das amostras fabricadas pelos três compostos com cinza leve e o composto sem cinza SC.



Figura 29 - Equipamento de medida da condução elétrica dos compósitos.

Equipamentos utilizados para o ensaio de condutividade elétrica das amostras dos compostos A, B, C e SC. Este equipamento está disponível no laboratório de ensaios físicos da UFRGS.

4 RESULTADOS E ANÁLISE EXPERIMENTAL

Como já referido, o objetivo deste trabalho foi realizar um estudo sobre a sinterização da cinza leve balanceada em três diferentes percentuais com ferro, cobre e grafite. O comportamento desses compostos foi verificado através da análise de sua densidade aparente, densidade a verde, curva de compressibilidade, densidade após a sinterização, microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura, análise química, verificação de dureza pelo método Brinell e microdureza Vickers. Também foi analisado o comportamento dimensional e de desgaste dos espécimes gerados, e também o seu comportamento resistivo. As informações observadas nos ensaios realizados serviram para avaliar o uso da cinza para reforço mecânico em um composto Ferro-Cobre-Grafite, na fabricação de anéis de selo mecânico.

4.1 Massa específica aparente

A massa específica aparente foi verificada com o emprego da equação 7, Ferreira (2002), onde foram encontrados os resultados de densidade aparente para os pós de cobre, ferro, grafita e cinza leve. Os dois primeiros elementos tiveram seus resultados comparados com as tabelas de análise de qualidade apresentados nos anexos deste trabalho.

$$(da = mps/vps) \quad \text{Eq (7)}$$

Onde:

da = densidade aparente (g/cm^3);

mps = massa do pó solto (g);

vps = volume do pó solto (cm^3).

Tal como os elementos químicos, os compostos com cinza também foram submetidos à comparação de sua massa específica aparente, todavia para eles, a base de comparação foi à massa específica aparente do composto sem cinza. A Figura 30 mostra o gráfico gerado pelos cálculos de massa específica aparente para os elementos químicos e a Figura 31 mostra o gráfico gerado pelos cálculos da massa específica aparente dos compostos A, B, C e SC.

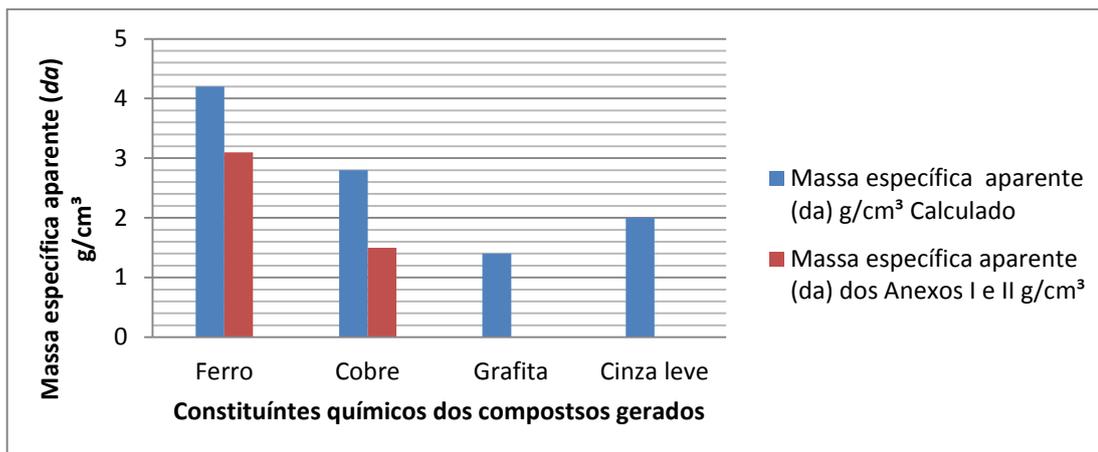


Figura 30 – Massa específica aparente dos constituintes químicos utilizados na formulação dos compostos.

A Figura 30 mostra que houve uma diferença entre as massas específicas aparentes fornecidas pelos laudos das empresas fornecedoras de pó de ferro e também de cobre, quando comparadas com os dados obtidos por cálculos. Convém saber que os resultados obtidos por cálculos podem sofrer alguma variação oriunda do meio (captura dos pós ou a balança). Já para o grafite e a cinza leve, nada pôde se conclusivo visto, pois, tanto o grafite quanto a cinza leve não vieram acompanhadas de documento que atestasse as qualidades sobre suas propriedades químicas e físicas. Essas informações foram solicitadas aos fornecedores e não atendidas.

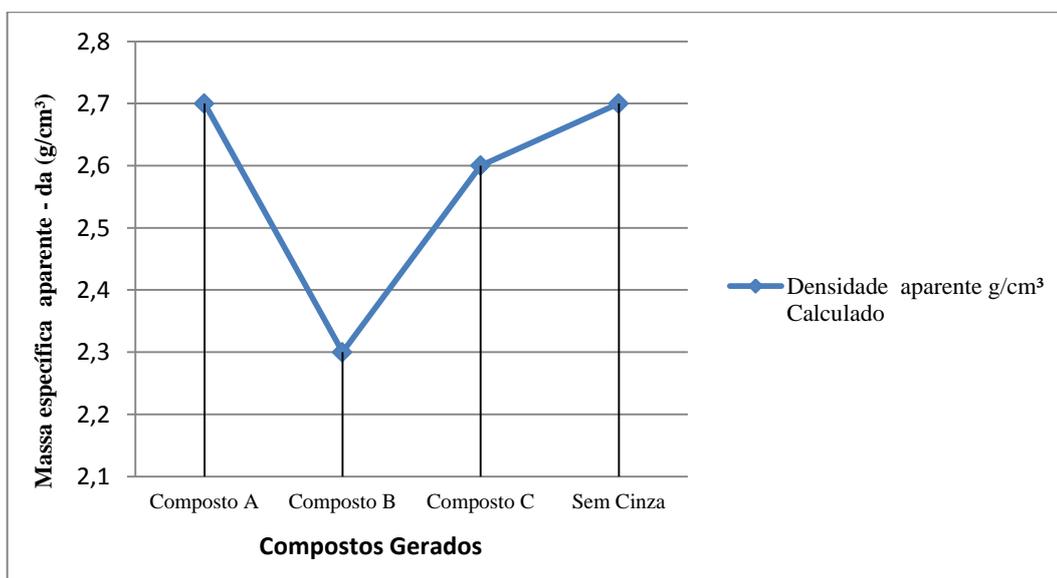


Figura 31 – Massa específica aparente dos compostos gerados.

A Figura 31 mostrou que os compostos A e SC possuem a mesma massa específica aparente. Já o composto C apresentou uma densidade também próxima ao do A e SC. Por outro lado o composto B apresentou densidade aparente inferior aos demais ensaiados neste

trabalho. O percentual de cinza poderia ser uma tendência de diminuição da densidade aparente tanto quanto fora sua adição. Todavia tal tendência se desfaz à medida que o composto C que se aproximou em comparação das densidades do A e SC, contém em sua composição 14,8% de cinza em massa. Supõe-se então que as densidades podem estar correlacionadas para o caso em questão com a mistura dos pós na geração dos compostos.

4.1.1 Ensaio de compressibilidade

Foram compactadas oito amostras de cada um dos compostos gerados para este trabalho. As amostras partiram de um volume inicial correspondente a área e altura de preenchimento da cavidade da matriz utilizada para realização de tal ensaio. A Figura 32 mostra a tendência da densidade à verde em função da pressão aplicada nos compostos com cinza leve e identificados como A, B, C e também o composto sem cinza (SC).

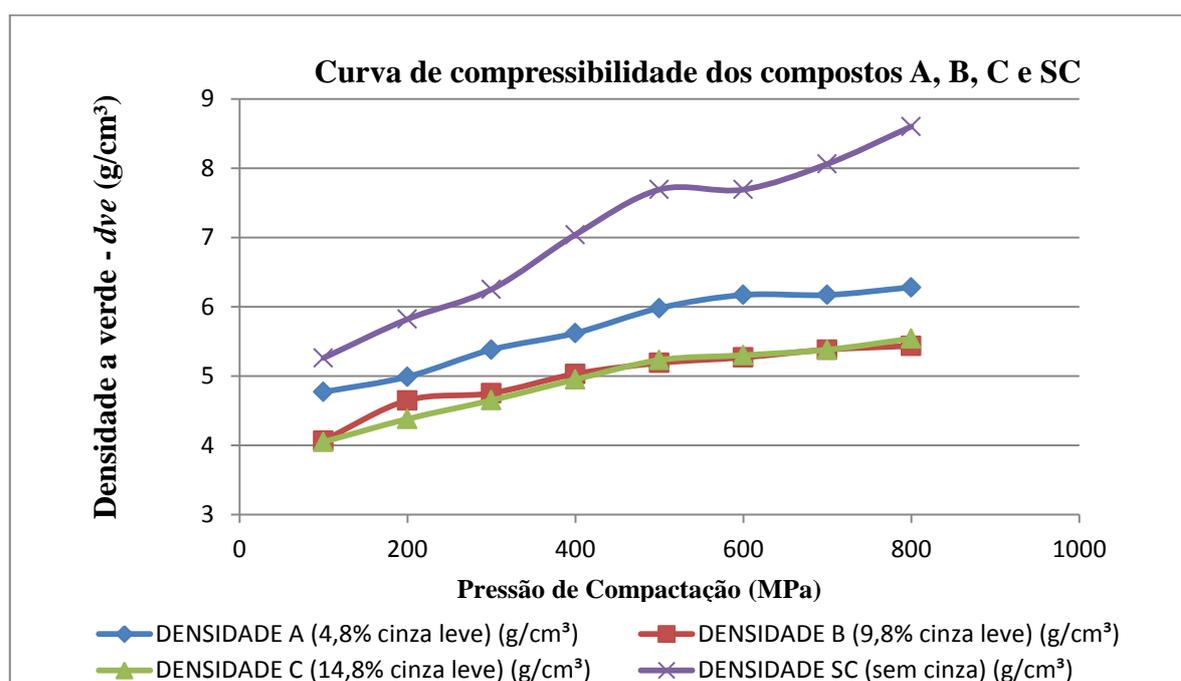


Figura 32 - Compressibilidade dos compostos A, B, C e SC.

A Figura 32 mostra que a compressibilidade dos compostos A, B, C e SC foi em comparação entre si, bastante variada. Quando a análise do comportamento compressivo foi feita comparando os compostos com cinza com o sem cinza, notou-se uma grande diferença de valores para a mesma pressão aplicada. Todavia todos os compostos com cinza em sua formulação mantiveram uma tendência de crescimento da densidade com a elevação da pressão, seguido de uma estabilização. Também foi observado uma estabilização, para os três

compostos com cinza, entre as pressões 400 MPa a 500 MPa. O comportamento de estabilização da densidade em corpos de prova produzidos por metalurgia do pó e que continham cinza em sua formulação também foi observada por Martins *et al.*, (2012).

Percebeu-se na curva de compressibilidade do composto sem cinza, apresentado na Figura 32, uma importante característica: as densidades a verde em função da pressão são elevadas desde as pressões mais baixas até as mais altas, se comparado às outras.

4.2 Sinterização dos compostos A (4,8% cinza) B (9,8% cinza) C (14,8% cinza) e Sem Cinza (SC)

A sinterização dos compostos A, B, C e SC, ocorreram conforme proposto no plano de trabalho, já exposto e apresentado nesta dissertação. A sinterização dos compostos ocorreu simultaneamente em um forno de sinterização tipo poço. O tempo de sinterização foi de 45 minutos (exposição na zona de sinterização) e seu resfriamento se deu a uma taxa de 10 °C/min. Foram sinterizadas oito amostras de cada composto nas condições já descritas e que podem ser vistas nas Figuras 33 e 34.



Figura 33 - Ilustração dos compostos A, B e C após a sinterização.

A Figura 33 mostra as peças dos compostos A com 4,8% de cinza, B com 9,8% de cinza e C com 14,8% de cinza após sofrerem sinterização em atmosfera controlada de argônio. Não se percebeu deformações aparentes em nenhuma das amostras dos lotes fabricados e que apresentam cinza em sua formulação.

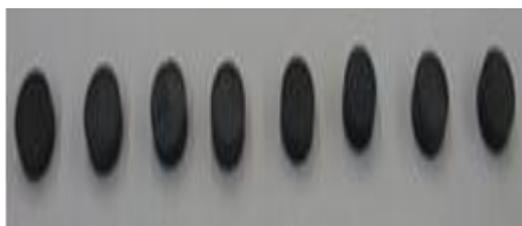


Figura 34 - Peças do composto SC sinterizado.

Por fim, a Figura 34, mostra as peças do composto sem cinza após sofrerem sinterização em atmosfera controlada de argônio. Tal como as demais já apresentadas na Figura 34 não foram percebidos deformações aparentes em nenhuma das amostras do lote SC.

4.3 Densidade dos compostos A, B, C e SC posterior a sinterização

O resultado das densidades obtidas após a sinterização é apresentado na Figura 35. O processo de verificação da densidade pós sinterização deu-se pelo princípio de Arquimedes³.

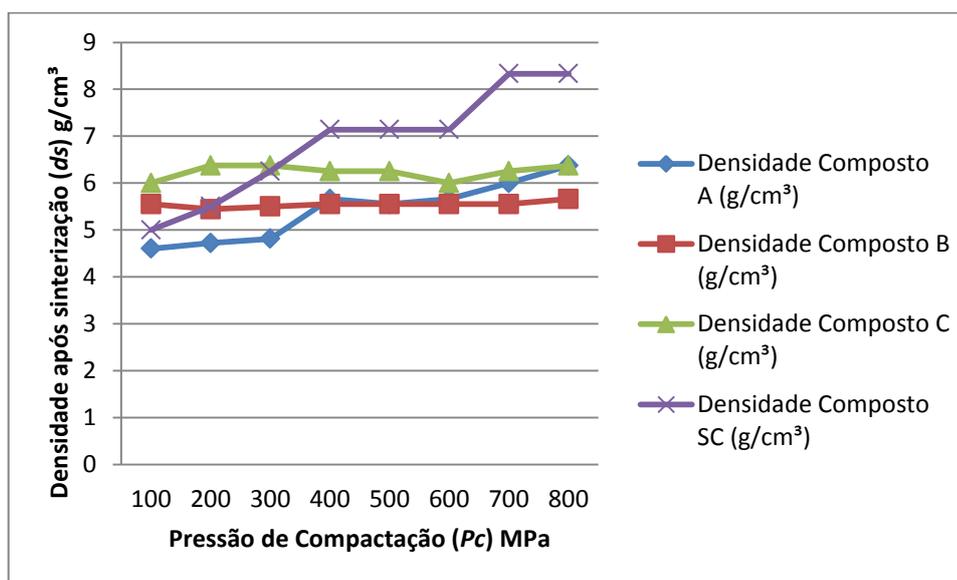


Figura 35 - Densidade dos compostos (ligas) A, B, C e SC após a sinterização

Pôde-se observar na Figura 35, que praticamente não ocorreu variação de densidade desde a primeira peça com aplicação de menor pressão até a oitava peça, onde a pressão aplicada foi de 800 MPa para o caso do composto B, com 9,8% de cinza.

Já o comportamento da densidade do composto A, com 4,8% de cinza, após o processo de sinterização, foi diferente do composto B. Da primeira amostra, onde a pressão atuante foi de 100 MPa para a oitava amostra (pressão atuante de 800 MPa), notou-se uma significativa mudança de densidade pós sinterizado, tendendo ao crescimento.

O composto C, com 14,8% de cinza apresentou uma elevada densidade inicial. Tal manteve-se elevada até a última pressão aplicada 800 Mpa.

Por fim o composto sem cinza, SC, apresentou elevado crescimento de densidade. Esse comportamento foi verificado da primeira pressão aplicada 100 MPa até a pressão de

³ Quando imerso num fluido um corpo sofre, devido ao princípio de Pascal, pressões diferenciadas sobre a sua superfície, que são maiores na sua parte inferior do que na superior. Esse fenômeno resulta em uma força resultante vertical para cima e é regido pelo chamado princípio de Arquimedes.

400 MPa. Após houve uma estabilização da densidade nas pressões de 500 e 600 MPa, retomando um forte crescimento quando nela fora aplicada a pressão de 700 MPa.

4.4 Microscopia eletrônica de varredura das partículas dos pós

O tamanho das partículas dos elementos constituintes dos compostos com cinza e sem cinza foi verificado com o ensaio de *MEV*. Essa análise adveio da necessidade de se verificar o tamanho das partículas de cobre, ferro e cinza leve e também seus formatos. Para isso aplicou-se o *MEV* nos compostos A e sem cinza em estado pulverulento e obteve-se a imagem apresentada na Figura 36 (a) e (b).

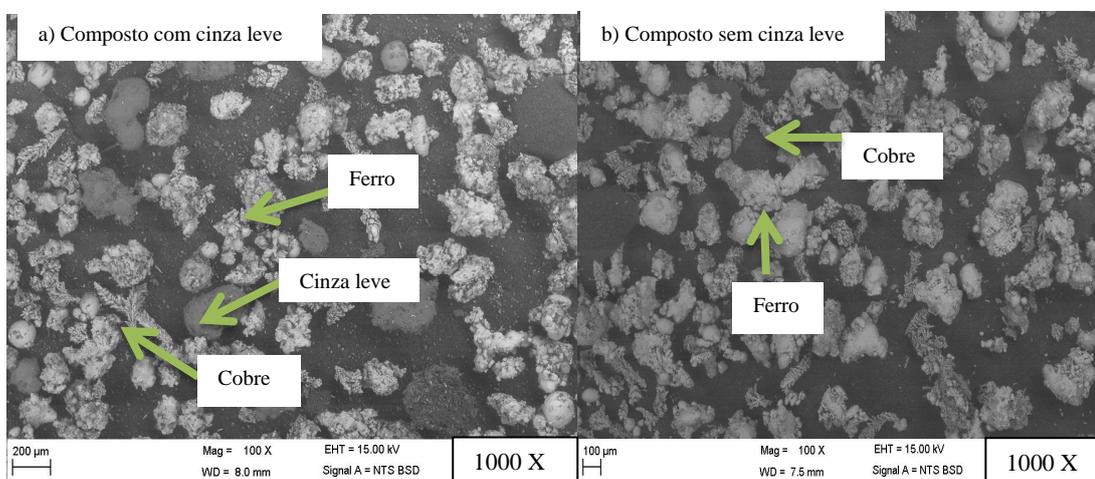


Figura 36 - Microscopia dos compósitos com cinza leve (a) e sem cinza leve (b).

A análise apresentada na Figura 36 mostrou o formato das partículas de ferro, cobre e cinza leve. Notou-se que mesmo utilizando um pó de ferro atomizado, as partículas de ferro não são predominantemente esféricas e sim granulares, típicas de ferro γ (solução sólida de carbono com o ferro na região austenita). Contudo as partículas de cinza se apresentam de forma esférica e destacam-se pela sua coloração mais escura. Por fim as partículas de cobre mostraram-se de forma dendríticas, típicas de processo eletrolítico, que de fato foi o processo pelo qual foram adquiridas. Já com relação aos seus tamanhos verificou-se por meio de cálculos uma média dos tamanhos das partículas de ferro, cobre e cinza leve e tais são apresentados na Tabela 14.

Tabela 14 - Tamanho médio das partículas dos pós.

Elemento	Tamanho Médio das partículas (μm)
Pó de Ferro	348
Pó de Cobre	541
Cinza Leve de pó	610

Associa-se considerando os resultados apresentados na Tabela 14, que o crescente número de poros observados nos compostos com cinza advém do tamanho da cinza. Outra característica observada, e que também pode estar associada ao tamanho das partículas, é a baixa densificação de partida dos compostos com cinza e a baixa densidade ao término da sinterização, quando comparada ao sem cinza.

4.4.1 Microscopia óptica das amostras sinterizadas

A microscopia óptica foi realizada seguindo os padrões exigidos, conforme norma regida pelo padrão de preparação de amostras (NBR – 15454, 2007). Dessa forma, foram preparados quatro amostras a serem analisadas e elas se referem aos compostos A (4,8% cinza), B (9,8% cinza), C (14,8% cinza) e o composto SC. Na figura 37 é apresentado a micrografia dos compostos A,B,C e SC compactadas a 700 MPa, com ataque Nital 2% e ampliação de 50 vezes. A diferença de coloração e nitidez foi proveniente do equipamento utilizado e isso pode ser visto na imagem da micrografia do composto B.



Figura 37 - Micrografia das amostras dos compostos A, B, C e SC, (50x), atacado com Nital 2%.

A Figura 37 mostra que o carbono e o ferro após a sinterização tiveram uma boa ligação entre eles, típico de sinterizado com fase líquida. Para as amostras B e C, verificou-se a presença de poros com tamanhos superiores aos observados nos demais compostos. O cobre se difundiu bem em todos os compostos e pôde também ser observado uma região pequena, de coloração cinza com tom mais escuro, que pode estar associado a resíduos da cinza

dissolvida nas amostras A, B e C, classificada como óxidos. Em comparação ao resultado alcançado e vistos na Figura 37, a Figura 38 mostra como reforço dos resultados, que o cobre quando em balanço com o ferro e sinterizado a temperatura da matriz ferrosa, apresenta boa solubilidade e poucos poros. Isto se dá pela sinterização do cobre em fase líquida (PACHECO *et al.*, 2007).

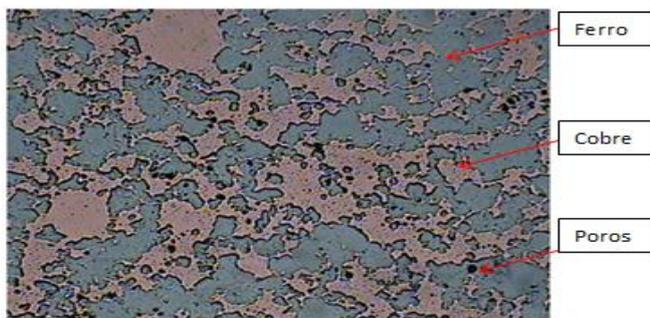


Figura 38 - Composto sinterizado $75Fe25Cu$.
Fonte: (PACHECO *et al.*, 2007).

4.5 Microscopia eletrônica de varredura das amostras sinterizadas

A imagem obtida por MEV, mostrada na Figura 39, teve como objetivo avaliar de maneira mais consistente a matriz gerada pelo composto A sinterizado e a distribuição química dos elementos após o processo de sinterização. A Figura 40 apresenta o *MEV* da amostra do composto sem cinza, onde tal como o *MEV* realizado no composto A, gerou uma análise química da estrutura sinterizada.

A micrografia da Figura 39 mostra claramente três fases distintas, uma fase de cor cinza escuro que está sinalizado com o número um (1) da análise qualitativa do *EDS*; uma fase de cor cinza claro que está identificado com o número dois (2) e uma fase de cor preta identificada com o número três (3). A Figura 43 exhibe o resultado da análise de *EDS* do ponto um (1).

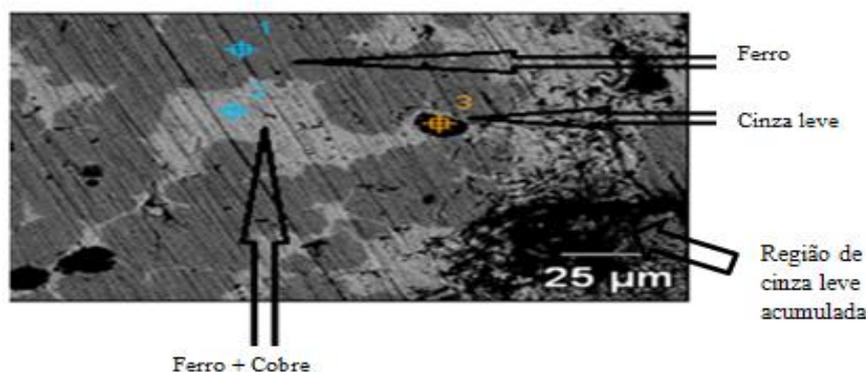


Figura 39 - Microscopia eletrônica de varredura da peça sinterizada, referente ao composto A (4,8% cinza leve).

A Figura 39 representa o resultado do *MEV* realizado no composto A. Esse ensaio foi realizado para uma melhor análise do comportamento microestrutural do produto sinterizado e compará-lo ao composto sem cinza em sua formulação. A Figura 40 mostra o *MEV* do composto SC em duas tomadas (a) e (b), onde na figura do quadro 41 (a) é destacado a região ferrosa pelo *spectrum*². A Figura 40 (b) destaca o *spectrum*¹ onde o cobre apresenta-se como elemento predominante no composto. Também são destacados, todavia sem a seleção do *spectrum*, os poros existentes na matriz do composto sinterizado. É de importância esclarecer que tanto a matriz apresentada na figura do quadro (a), como a do (b) são as mesmas.

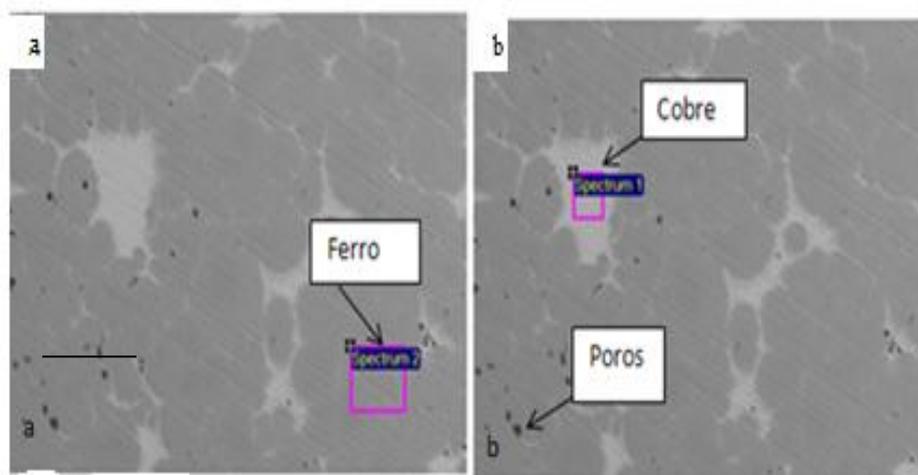


Figura 40 - Microscopia eletrônica de varredura da amostra sinterizada SC.

A Figura 40 quadro (a) e (b) representa o resultado do *MEV* realizado no composto sem cinza. Comparando-se a microestrutura desse material com o material do composto com 4,8% de cinza verifica-se que os poros existentes no composto sem cinza são menores. Tal análise pôde ser verificada mesmo sendo os ensaios realizados com diferentes aumentos de lente. Já a região ferrosa, *spectrum*² apresenta-se mais homogênea que o composto com 4,8% de cinza. Em sua dissertação de mestrado Binder (2009), analisou a microestrutura de um material sinterizado com base ferro e carbonetos de silício (*SiC*), com teores de *silica* variando de 2 a 5%, mais 0,8% de carbono em alguns casos. Nessa análise verificou-se tal como nesse trabalho que os carbonetos e os elementos cerâmicos se ligam melhor a matriz ferrosa à medida que seu percentual torna-se menor em balanço. A Figura 41 mostra esse fenômeno, também percebido na Figura 39.

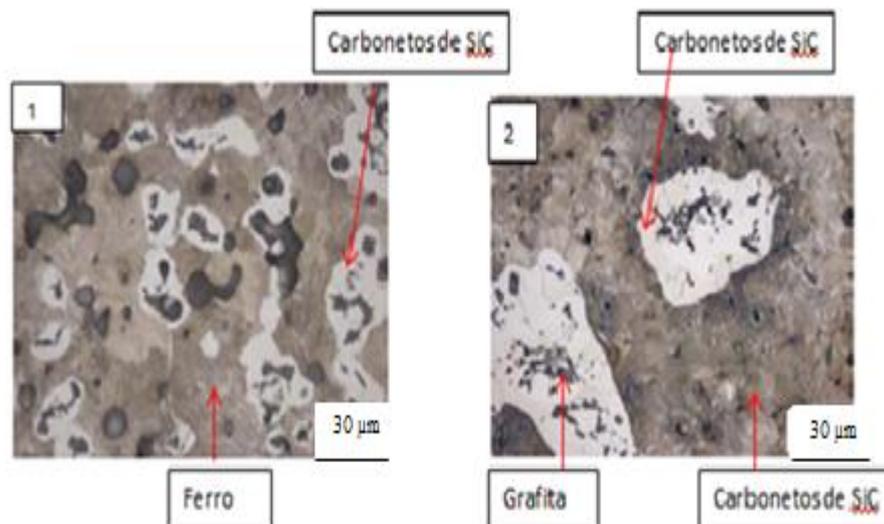


Figura 41 - Micrografia de compósito sinterizado (1) $FeSiC$, (2) $FeSiC$ e $0,8C$.
Fonte: (BINDER, 2009).

Na Figura 41 observa-se o comportamento de materiais cerâmicos quando balanceados com matriz a base ferro (1) e ferro com grafita (2). O comportamento da microestrutura dos compostos sinterizados (1) $FeSiC$, (2) $FeSiC$ e $0,8C$ é similar aos apresentados nesta dissertação. Para entendimento da distribuição dos elementos que compunham o composto A com 4,8% de cinza leve, a Figura 42 mostra qualitativamente a fase cinza escuro, identificado como *spectrum*¹(ferrosa).

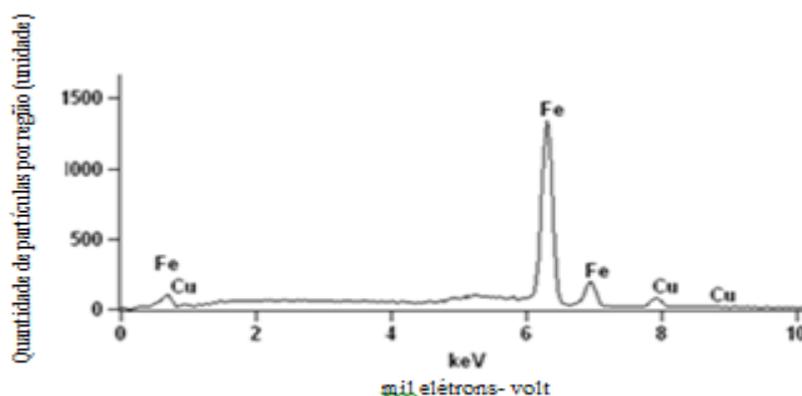


Figura 42 - Amostra sinterizada referente ao composto A com análise do EDS (*spectrum*¹).

A Figura 42 mostra a análise qualitativa da composição química da fase cinza escuro identificada pelo *spectrum*¹ que indica a maior quantidade de ferro no composto A.

A Figura 43 apresenta a análise quantitativa da composição química da fase cinza clara no composto A, identificada pelo *spectrum*² (ferro+cobre), que indica a maior quantidade de cobre difundida no ferro e cobre metálico puro.

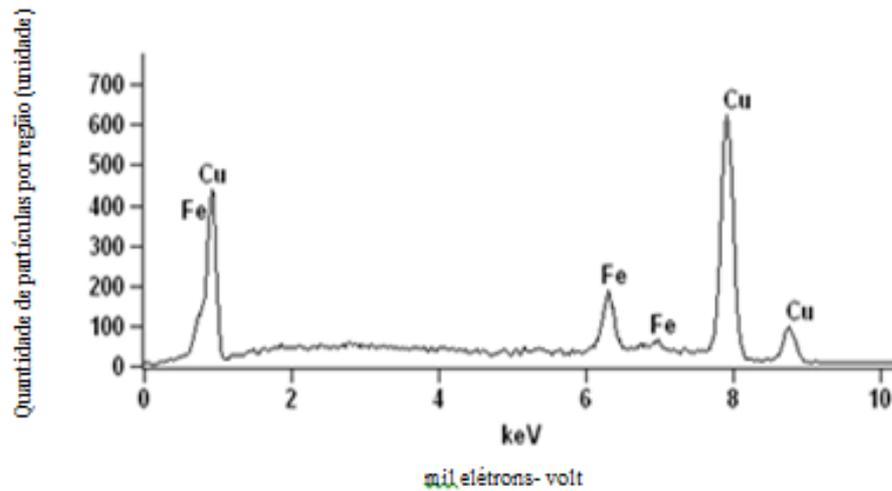


Figura 43 - Amostra sinterizada referente ao composto A com análise do EDS (*spectrum*²).

A Figura 44 exibe nos gráficos (a) e (b) a análise qualitativa da composição química da fase preta do composto A identificada pelo *spectrum*³ (cinza volante) que indica a maior quantidade de alumínio e silício juntamente com outros elementos em menores valores indicando ser a cinza adicionada no composto.

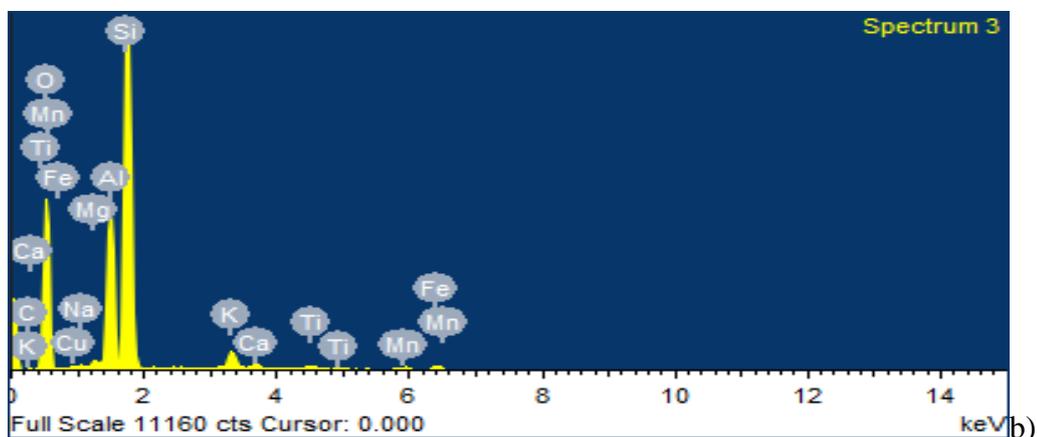
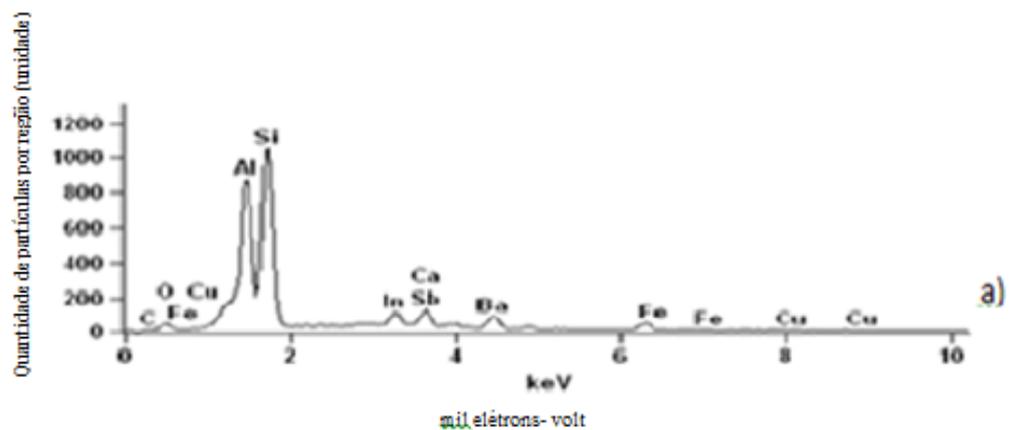


Figura 44 - Amostra sinterizada referente ao composto A com análise do EDS (*spectrum*³).

É muito importante destacar que em outros trabalhos voltados ao estudo da sinterização de cinza leve com matriz ferro, o *EDS* também revelou os mesmos elementos residuais encontrados nos compostos gerados (MARTINS *et al.*, 2012).

Nos *EDS* realizados notou-se na Figura 44, que para o primeiro gráfico da figura houve a presença de diversos elementos que compõe a cinza leve. Todavia na contra prova realizada e apresentada no gráfico de fundo azul, o *MEV* revelou a presença de outros elementos residuais da cinza que não foram identificados pelo primeiro ensaio realizado. O *EDS* da figura 45 mostra o *spectrum*¹ da amostra sinterizada sem cinza

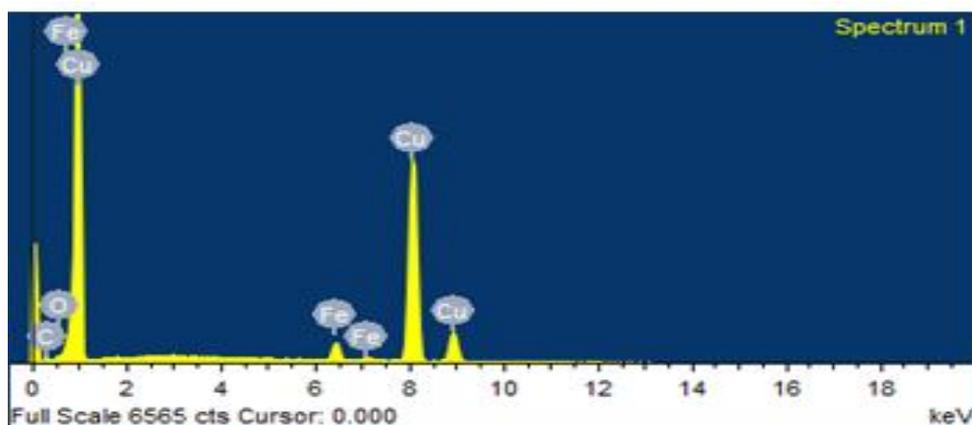


Figura 45 - Análise de *EDS* amostra sinterizada do composto sem cinza, *spectrum*¹.

O *EDS* revelou que a região analisada pelo *spectrum*¹ da amostra sinterizada sem cinza, contém a presença de elementos residuais *K* 21,33%, *K* 3,12%, *Fe* 3,13%, *Cu* 72,41%. Já a Figura 46, mostra a região 2 da amostra sem cinza.

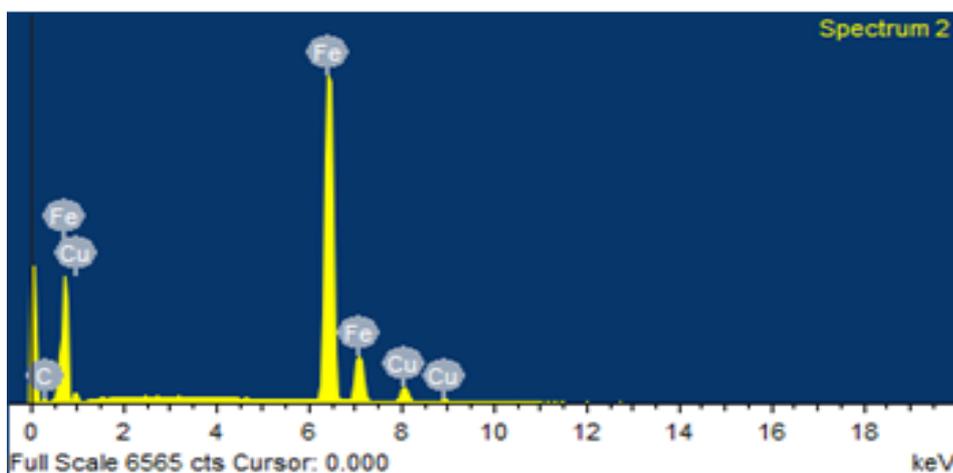


Figura 46 - Análise de *EDS* amostra sinterizada do composto sem cinza, *spectrum*².

O *EDS*, visto na figura 46, revelou que a região analisada pelo *spectrum*² da amostra sinterizada sem cinza, contém a presença de elementos residuais, *K* 15,43%, *Fe* 78,33%, *CuK* 6,25%, como diferença da região do *spectrum*¹, nota-se a ausência de *O*. Tanto no *MEV* como

na micrografia não se considerou na discussão dos resultados o fator de empacotamento⁴ para nenhuma das misturas geradas.

4.6 Verificação da dureza Brinell

Para o ensaio de dureza *Brinell* foi utilizado uma carga de 625 N com uma esfera de 2,5 mm de diâmetro. O resultado em *Brinell* apresentado na Tabela 15 foi realizado nas amostras que sofreram a maior pressão de compactação de cada composto.

Tabela 15 - Verificação da dureza *Brinell* das amostras dos compósitos A, B e C e SC.

Composto	Pressão aplicada (MPa)	Resultado da análise em (HB) médio
A	800	70 +- 2
B	800	64 +- 2
C	800	64 +- 2
SC	800	80 +- 2

Para melhor compreensão da tendência do comportamento das propriedades mecânicas dos materiais sinterizados foi apresentado na Tabela 15 os valores de dureza *Brinell* para os três compostos fabricados e comparados com o SC. As amostras que foram submetidas ao ensaio de verificação da dureza *Brinell*, foram aquelas aos quais a pressão de compactação alcançou 800 MPa. Percebeu-se pelos valores apresentados na tabela 15, que a dureza foi mais elevada para o sinterizado sem cinza e aquele com baixo valor de cinza, isto é, o composto A. Todavia para os compostos B e C, os valores foram menores quando comparados aos demais já citados. Essa tendência pode estar relacionada ao fato da cinza adicionada em balanço promover maiores regiões porosas à medida que aumenta seu percentual adicionado. Pacheco *et al.*, (2007), também mostraram em seu trabalho o resultado de dureza *Brinell* de um compósito *Cu-Fe* sinterizado com variados percentuais de cobre, a Figura 47 mostra o resultados obtidos nesse resultado.

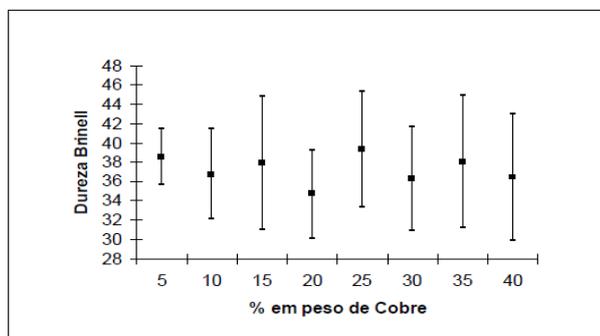


Figura 47 - Valores de dureza Brinell para ligas Fe-Cu em diferentes balanços.
Fonte: (PACHECO *et al.*, 2007).

⁴ Fator de empacotamento é o nível de ocupação por átomos de uma estrutura cristalina.

Observou-se nos resultados obtidos por Pacheco *et al.*, (2007), uma grande diferença de dureza *Brinell* quando comparados aos resultados apresentados neste trabalho. Para os compostos sem cinza, tais discrepâncias podem estar associadas às pressões de compactação envolvidas nos ensaios. Outras variáveis como velocidades e variações de temperaturas de sinterização aplicadas nos ensaios, também podem ser associados a essas diferenças.

4.6.1 Verificação da microdureza Vickers

A fim de se obter mais de uma informação no âmbito das propriedades mecânicas obtidas no material, foi realizado o ensaio de microdureza *Vickers* nas peças sinterizadas conforme mostrado na Tabela 16. Dessa maneira, e por se tratar de um material que apresenta porosidade, uma verificação mais confiável da dureza se fez necessário para avaliação das microrregiões.

Tabela 16 - Resultado da microdureza *Vickers* das amostras dos compostos A, B, C e sem cinza.

Composto	Pressão aplicada na compactação das amostras (MPa)	Carga aplicada no ensaio de microdureza <i>Vickers</i> (g)	Resultado da análise em (HV) médio
A	800	50	105 +- 2
B	800	50	129 +- 2
C	800	50	130 +- 2
SC	800	50	102 +- 2

Pelos resultados médios obtidos nos ensaios de análise de microdureza *Vickers*, verificou-se que houve uma tendência de crescimento da dureza à medida que o teor de cinza dos compostos fora sendo elevado. Tavares *et al.*, (2012), realizou um estudo com a sinterização de um composto com 90% em massa de cinza volante e 10% em massa de alumínio. Nele, ficou evidenciado que o valor da dureza de um sinterizado com cinza quando analisado pela microdureza *Vickers* é bastante elevada, todavia o material torna-se frágil. Por se tratarem de materiais sinterizados, teve-se o cuidado de se considerar as porosidades existentes, realizando assim o ensaio nas regiões claras ou de coloração cinza observadas.

4.7 Ensaio de desgaste

As amostras de maior densificação foram submetidas ao ensaio tribológico de desgaste. O comportamento da resistência ao desgaste de cada um dos compostos gerados são apresentados nas Figuras 48, 49 e 50.

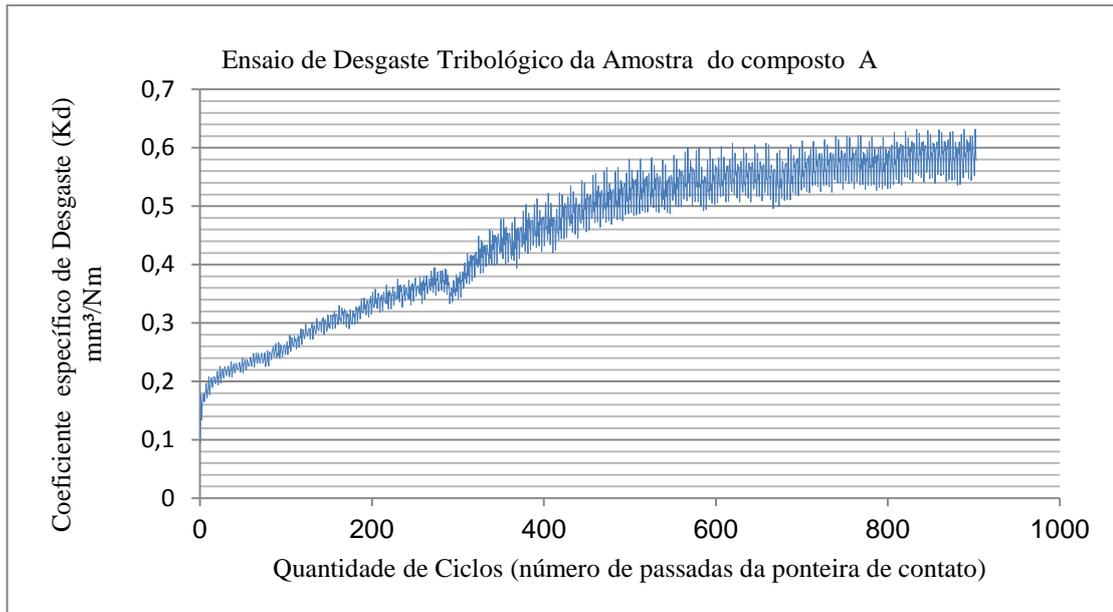


Figura 48 - Ensaio de desgaste tribológico amostra do composto A.

A figura 48 representa os resultados da realização do ensaio de desgaste na amostra de maior densificação do composto A, nota-se a tendência de crescimento do coeficiente de desgaste a medida que aumenta-se a quantidade de ciclos.

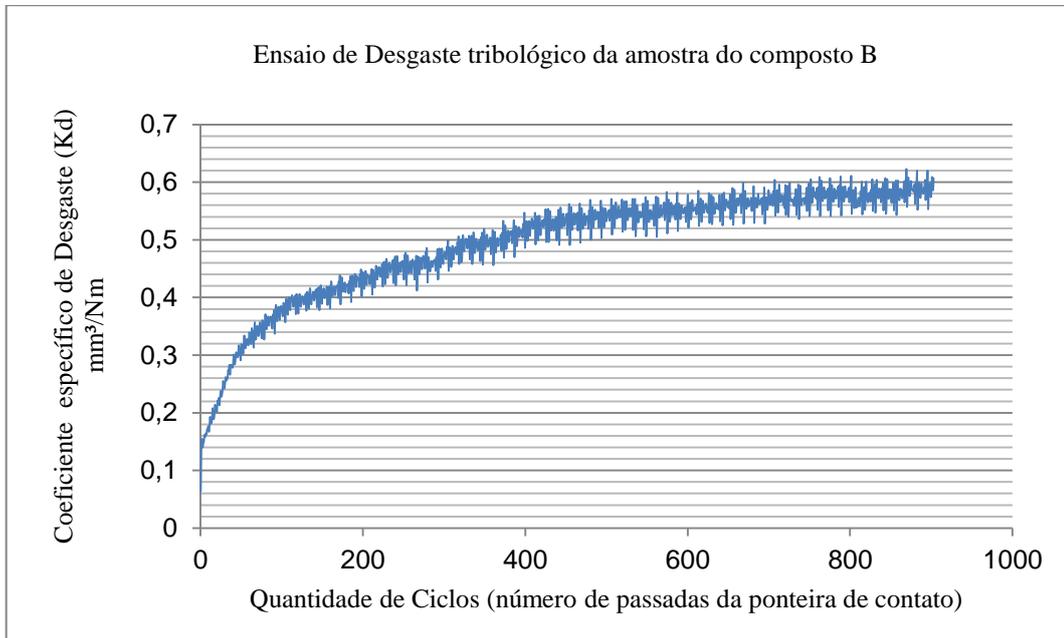


Figura 49 - Ensaio de desgaste tribológico amostra do composto B.

A figura 49 representa os resultados da realização do ensaio de desgaste na amostra de maior densificação do composto B, nota-se a tendência de crescimento do coeficiente de desgaste à medida que aumenta-se a quantidade de ciclos.

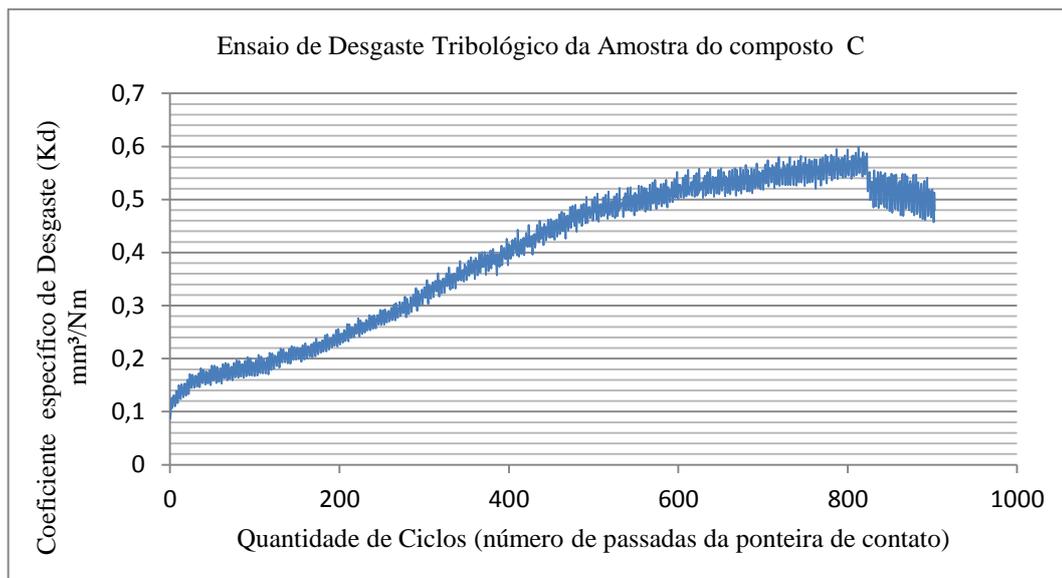


Figura 50 - Ensaio de desgaste tribológico amostra do composto C.

A Figura 50 representa os resultados da realização do ensaio de desgaste na amostra de maior densificação do composto C, nota- tendência de crescimento do coeficiente de desgaste à medida que se aumenta a quantidade de ciclos. Nota-se pelos gráficos obtidos através do ensaio tribológico que o coeficiente de desgaste para as três amostras dos diferentes compostos gerados, se equivaleram. Dessa forma, entende-se que o percentual de cinza não alterou o comportamento do coeficiente de desgaste. Pois tanto para o composto A, que apresenta o menor percentual de cinzas, quanto para o C, de maior percentual da mesma, apresentaram aproximadamente o mesmo valor de coeficiente de desgaste.

Imediatamente após os resultados do ensaio de desgaste, realizou-se o ensaio de perfilometria. Esse teve como objetivo avaliar a profundidade do canal deixado na superfície de cada amostra que sofreu o ensaio de desgaste. O canal é representado por uma calota⁵ que movimenta-se linearmente a partir do ponto zero (O) em sentido oscilatório de 300 a -300 μm no eixo das abcissas, para gerar o perfil de desgaste na superfície das amostras. O ensaio de perfilometria do composto A é mostrado na Figura 51.

⁵ Calota é a porção de uma superfície esférica deixada pelo identador e cortada por um plano.

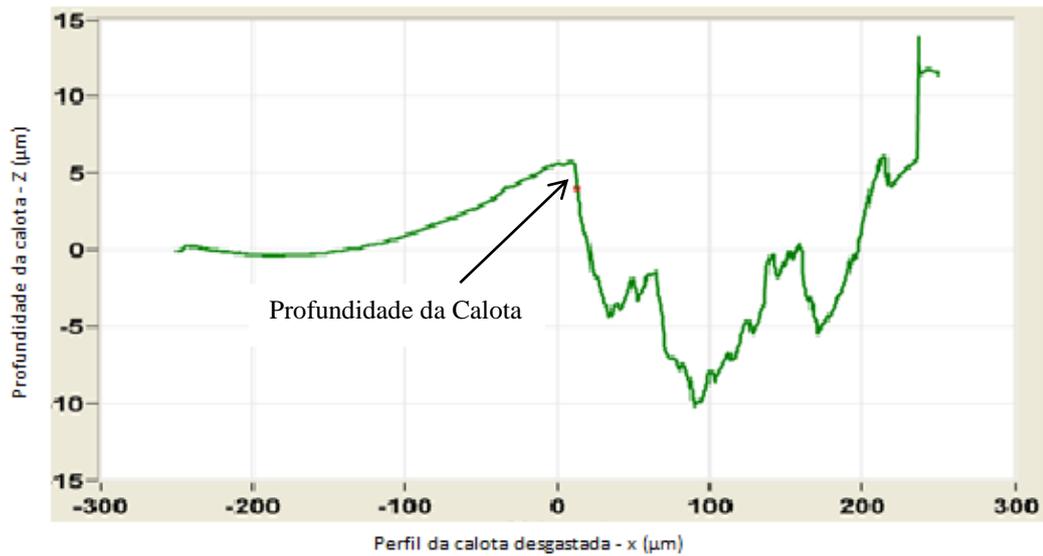


Figura 51 - Ensaio de Perfilometria da amostra do composto A

A Figura 51 apresentou em formato 2D o perfil da região desgastada (x) da calota em (μm) e a profundidade (Z) da calota em (μm) gerados na região afetada pelo ensaio de desgaste no composto A. O ensaio de perfilometria do composto B é mostrado na Figura 52.



Figura 52 - Ensaio de Perfilometria da amostra do composto B.

A Figura 52, apresentou em formato 2D o perfil da região desgastada (x) da calota em (μm) e a profundidade (Z) da calota em (μm) gerados na região afetada pelo ensaio de desgaste no composto B. O ensaio de perfilometria do composto C é mostrado na Figura 53.

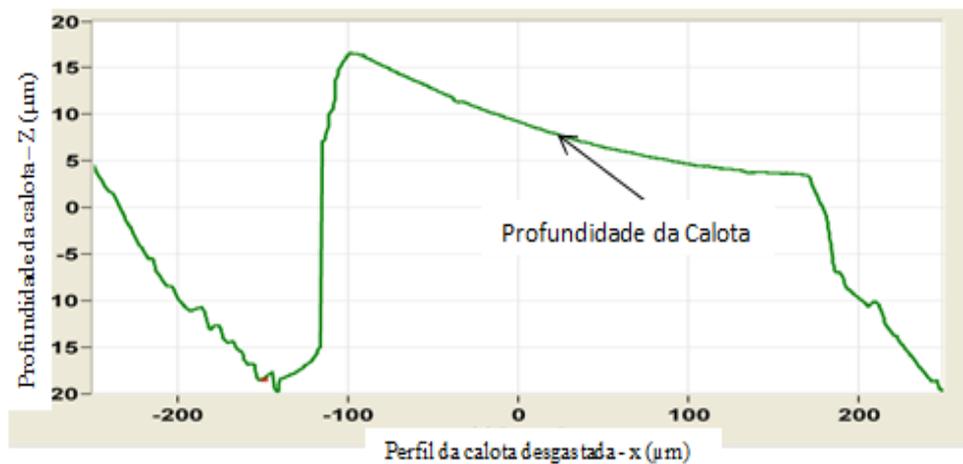


Figura 53 - Ensaio de Perfilometria da amostra do composto C.

A Figura 53, apresentou em formato 2D o perfil da região desgastada (x) da calota em (μm) e a profundidade (Z) da calota em (μm) da região afetada pelo ensaio de desgaste no composto C.

Pôde ser percebido, através dos gráficos de perfilometria, que a profundidade da calota deixada pela esfera provedora do desgaste no ensaio tribológico, apresentou uma variação. No entanto a variação foi muito pequena quando comparados entre si os ensaios das amostras dos compostos A e B. Contudo, a variação de profundidade apresentou uma grande diferença de resultado quando os ensaios dos compostos A e B são comparados com a amostra do C. Vê-se que a diferença se deu na ordem de $9\mu\text{m}$ aproximadamente. Já as amostras de A e B mostraram uma diferença que ficou em torno de $1\mu\text{m}$. As Figuras 54 e 55 mostram os resultados dos ensaios de desgaste e perfilometria, realizados na amostra do composto sem cinza. O perfil em 3D da região ensaiada da amostra sem cinza SC é apresentado na Figura 56.

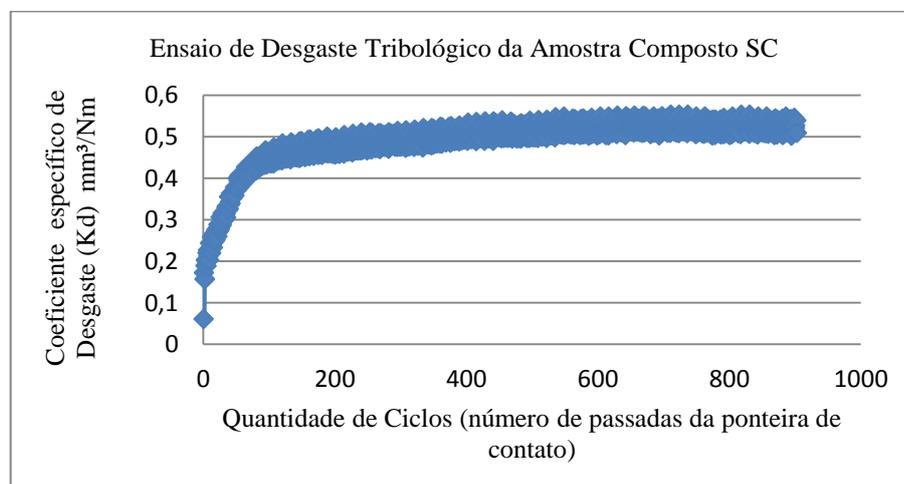


Figura 54 - Ensaio de desgaste tribológico amostra do compósito sem cinza.

Analisando a Figura 54 percebeu-se que o coeficiente de desgaste do composto SC comportou-se de maneira igual ao dos A, B e C. É importante lembrar que os parâmetros de todos os ensaios de desgaste realizados para os quatro diferentes compostos gerados foram idênticos. A Figura 55, apresenta em formato 2D o perfil da região desgastada (x) da calota em (μm) e a profundidade (Z) da calota em (μm) gerados na região afetada pelo ensaio de desgaste no composto SC

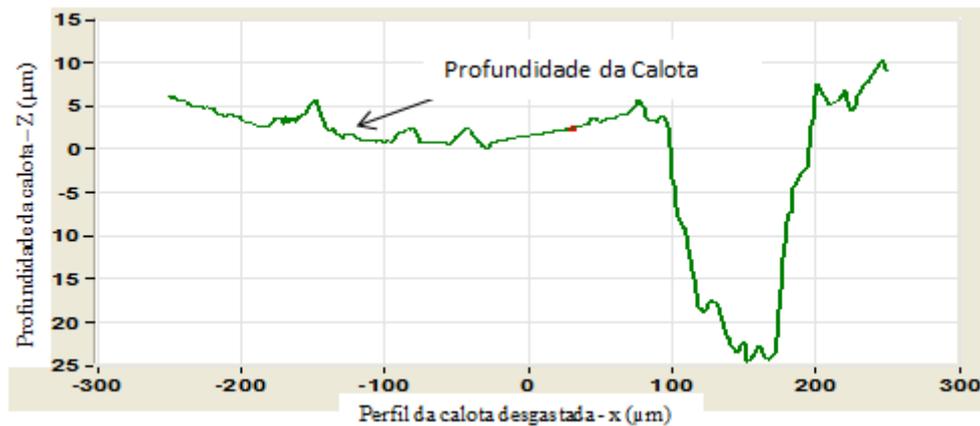


Figura 55 - Ensaio de perfilometria formato 2D do composto SC.

Analisando a Figura 55, pôde-se verificar que o composto sem cinza apresentou um perfil de desgaste (x) da calota em (μm) muito parecido com os observados nos compostos A e B. A variação de profundidade do perfil da calota deixado pelo identador foi de $2\mu\text{m}$, quando comparado com as amostras desses compostos. Já quando a variação da profundidade do perfil é feita entre o composto sem cinza e o composto C, verificou-se uma diferença de $10\mu\text{m}$. O resultado da perfilometria do composto SC em formato 3D é verificado na imagem da Figura 56.

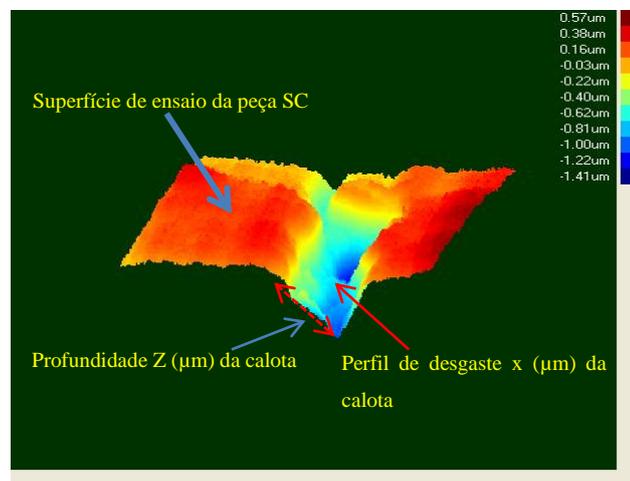


Figura 56 - Ensaio de perfilometria formato 3D do composto SC.

A região em vermelho que se destaca na figura apresentada, é a face da peça. Já a região em azul escuro é a região mais profunda (vale), gerado pela esfera promovedora do desgaste. Dessa forma, a perfilometria verifica de uma forma mais evidente, o perfil deixado nas peças e a profundidade máxima da região desgastada. Vê-se ainda, na mesma figura, que o resultado da profundidade analisada pelo gráfico 2D ilustra em valores os mesmos valores reproduzidos na imagem em 3D.

Outra forma é a mensuração do desgaste por métodos matemáticos, mas este não foi aplicado nesse trabalho.

Analisando os ensaios de desgaste feitos nessa dissertação, com outros trabalhos já realizados com compostos de parecidas composições, Binder (2009), viu que os carbonos aglomerados em pequenas regiões podem ser os causadores da estabilidade. Os elementos residuais existentes na cinza também são promovedores de desgaste. A durabilidade de alguns componentes quando submetidos a este tipo de ensaio, também pode ser explicada por este fenômeno percebido.

4.8 Comportamento da altura das peças em função da pressão de compactação aplicada nos compostos A, B, C e SC

A Figura 57 mostra como foi o comportamento da variação das alturas das amostras dos compostos A, B, C e SC, quando nelas foram aplicadas as pressões de compactação. A espessura das amostras tem como valor referência a medida de 6,00 mm +- 1,0 mm, conforme já apresentado no item 3.16. Não foram considerados nessa análise os conceitos de probabilidade e estatística.

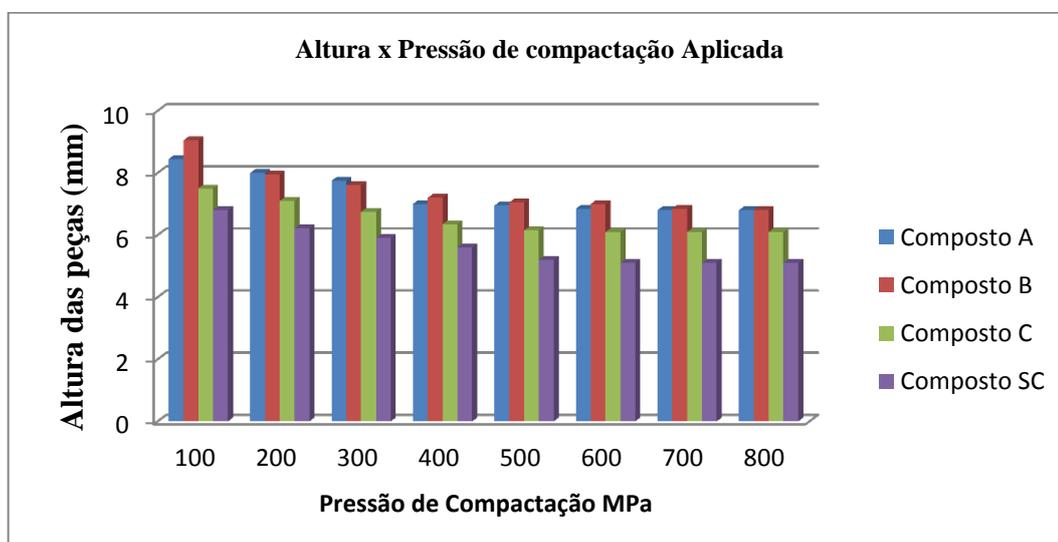


Figura 57 - Variação da altura das peças em função da pressão aplicada.

A Figura 57 mostra como foi o comportamento das alturas para as amostras dos 03 diferentes compostos gerados e também do sem cinza. Nota-se que tanto a amostra do composto A como o do B, partiram praticamente da mesma altura quando nelas foram aplicadas pressões na ordem de 100 MPa. O mesmo não pode ser dito para as amostras do composto C, tão pouco do SC, que já em pressão de 100 MPa apresentaram uma menor resistência quando compactadas. Da mesma forma que a primeira pressão aplicada, quando as amostras do A e B apresentaram uma maior resistência à compactação, viu-se que tal comportamento se manteve de igual forma até a última e maior pressão aplicada na compactação. O composto C foi aquele que apresentou uma maior tendência de redução de altura tanto quanto foram elevadas as pressões, tendendo a estabilização nas três últimas pressões aplicadas. Já para o composto SC, percebeu-se que na pressão de 100 MPa já é suficiente para reduzir bastante sua altura, quando comparada com os demais. A estabilização deste composto se inicia praticamente quando a pressão aplicada gira em torno de 500 MPa. Para um composto a base de cobre, ferro, alumínio, níquel e manganês, Silveira (2009), apresentou como resultados a estabilidade das alturas dos espécimes por ele gerados. A citação se faz necessária, pois a formulação dos compostos apresentados neste trabalho apresenta, conforme visto nos MEV, ferro, cobre, grafita e alguns elementos residuais provenientes da cinza como *Al*, *Mn* e *K*, elementos também presentes na dissertação citada.

No entanto, não se observaram reduções da altura das amostras dos compostos A, B, C e SC após a sinterização.

4.8.1 Comportamento do diâmetro dos compostos A, B, C e SC após a sinterização

Após a sinterização analisou-se o diâmetro externo das amostras geradas pelos compostos A, B, C e SC. A Figura 58 ilustra os picos máximos e mínimos registrados e verificados na análise realizada.

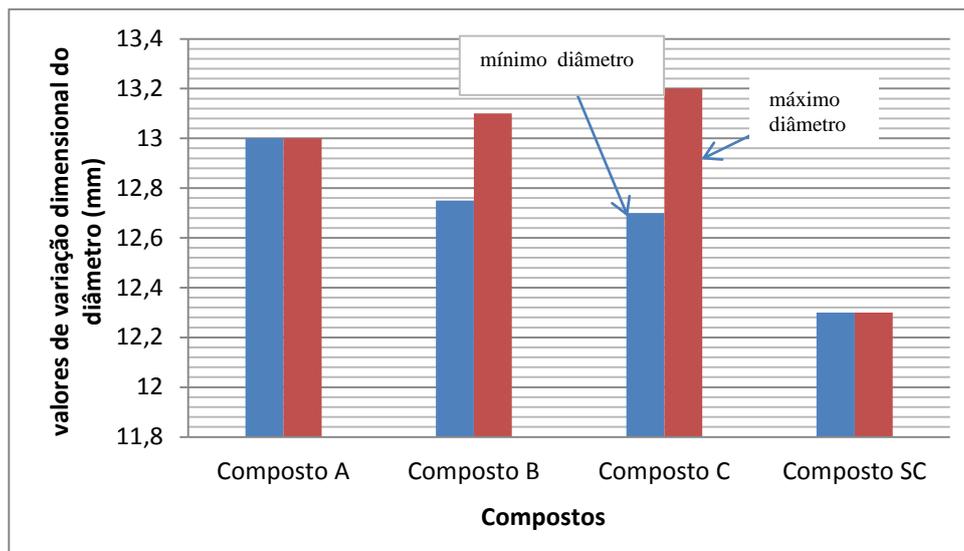


Figura 58 – Análise dos diâmetros das amostras após a sinterização.

Lembrando que segundo a proposta dimensional já apresentado no item 3.16 os diâmetros das peças geradas deveriam ficar dentro de uma cota estipulada. A variação observada está relacionada à quantidade de cinzas que continham em cada composto. O composto A foi o mais estável dentre aqueles que compunham cinza leve. Da mesma forma, o SC se comportou muito estável, porém com os valores de diâmetro muito retraído após as sinterizações. A grande retração notada no diâmetro das peças do composto sem cinza após a sinterização pode estar relacionado à fase líquida do cobre sem a presença de elementos cerâmicos. Analisando resultados de outras dissertações que exploraram a sinterização de compostos que compunham ferro, cobre e demais elementos como alumínio, níquel e manganês, Silveira (2009), apresentou o comportamento dimensional após a sinterização, desses elementos quando em balanço. Os resultados mostraram uma tendência de estabilização dimensional quando adicionados teores maiores de *Al* e *Cu*. Todavia, deve-se manter segundo seu trabalho, o ferro em teores estáveis nas ligas.

4.9 Análise da resistividade elétrica dos compostos A, B,C e SC

Os compostos após serem ensaiados para verificação de sua condutividade elétrica apresentaram valores de resistência elétrica em função do tempo e da corrente neles aplicadas. Tais valores são apresentados nas Figuras 59 a 62. Após a análise da tendência do comportamento condutivo de cada composto, foi calculado o valor médio das resistências ôhmicas através dos dados obtidos nos ensaios. Com os resultados dos cálculos de resistência

média ôhmica dos compostos (R_m) foi calculada a resistividade do material de cada composto. A verificação dessas grandezas se fez necessário para analisar o comportamento da condutividade elétrica dos compostos devido à presença de elementos cerâmicos na cinza. Esse conhecimento é de grande valia, pois segundo Girotto (2002) tal propriedade é intrínseca dos materiais. Assim sendo, conhecer essa grandeza é importante na análise de manutenções preditivas e preventivas, por exemplo, em anéis de selos mecânicos.

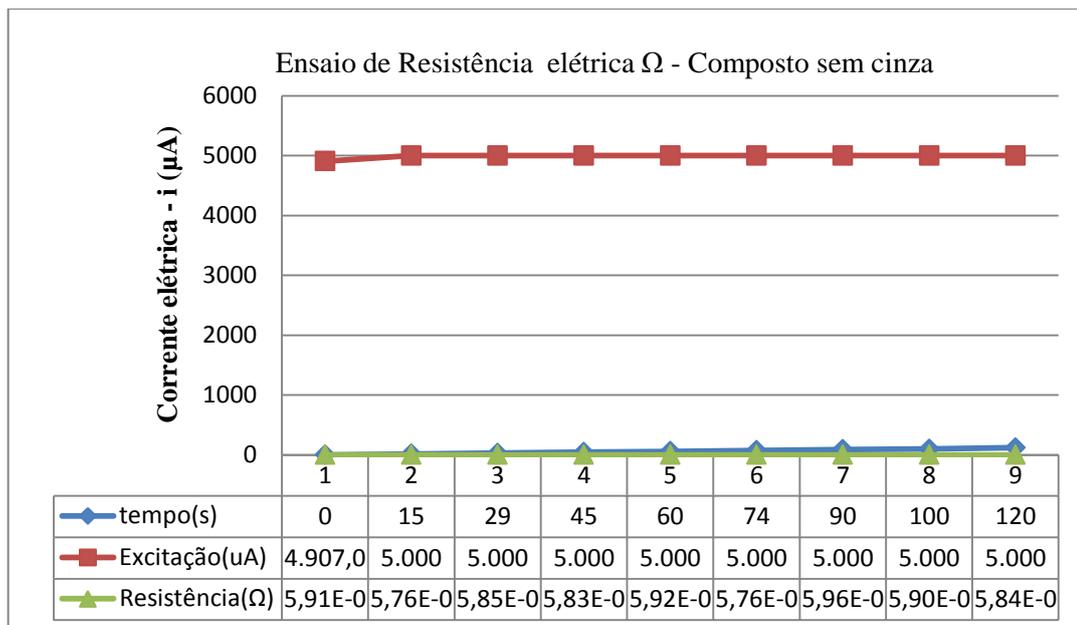


Figura 59 - Gráfico da condutividade elétrica do composto SC.

O gráfico apresentado na Figura 59 mostra a relação da corrente elétrica aplicada no composto SC em função do tempo. Os valores apresentados nesse gráfico servirão como referencial comparativo aos demais ensaios da condutibilidade elétrica realizados nos compostos com cinza volante. A Figura 60 apresenta o gráfico de condutividade elétrica do composto A.

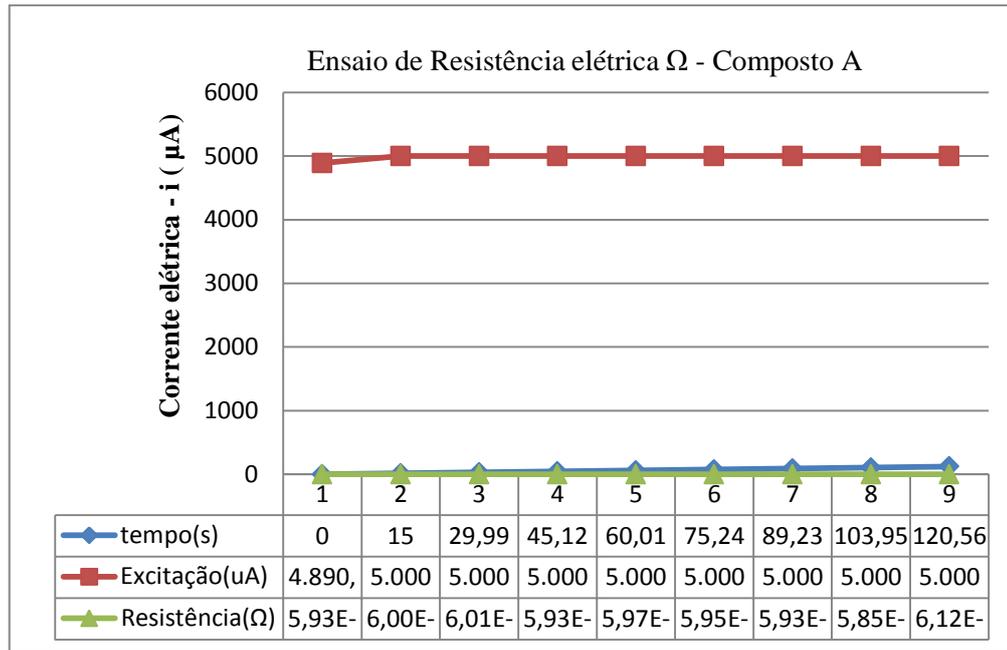


Figura 60 - Gráfico da condutividade elétrica do composto A.

A relação apresentada na Figura 60 permite entender como se comporta o composto A com relação a sua condutividade, tais também serão replicados para os demais compostos com cinza e apresentados nas Figuras 61 e 62. A Figura 61 apresenta o gráfico de condutividade elétrica do composto B.

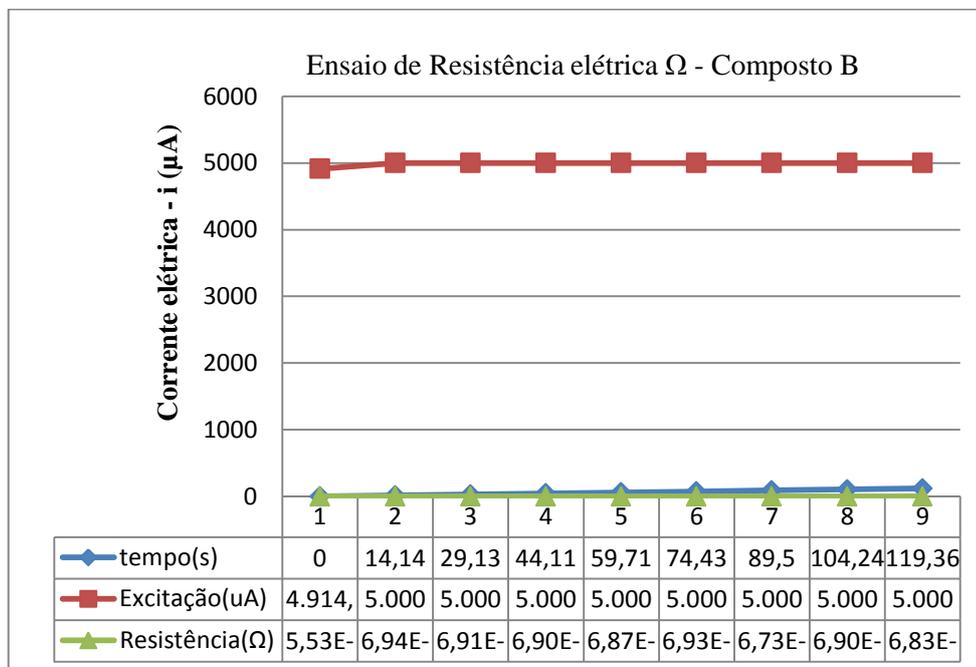


Figura 61 - Gráfico da condutividade elétrica do composto B.

A Figura 62, que será apresentada a seguir, mostra o gráfico de condutividade elétrica do composto C.

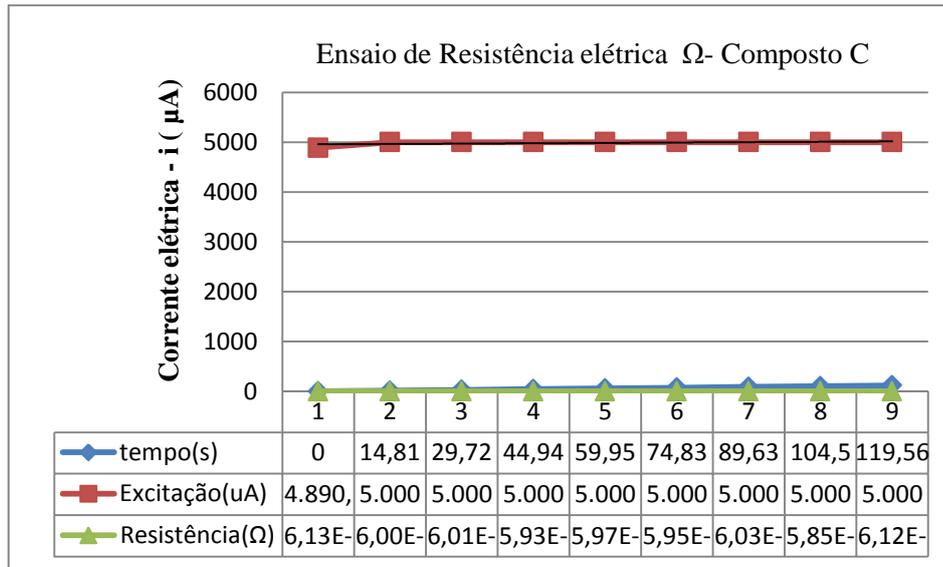


Figura 62 - Gráfico da condutividade elétrica do composto C.

Nas figuras dos ensaios de condutividade elétrica, viu-se que os valores para os quatro compostos gerados nesse trabalho comportaram-se de maneira semelhante. Assim sendo, não é prudente afirmar por este ensaio que a cinza presente em A, B e C, tenha promovido alguma alteração de condução elétrica, quando em comparação ao composto SC.

A equação 8 apresentada por Vitorino *et al.*, (2012), foi utilizada para os cálculos da resistividade dos quatro compósitos. Lembra-se, contudo, que o valor da resistência média (R_m) para cada composto, foi obtido através de uma média aritmética dos valores ôhmicos plotados nas curvas de resistência elétrica apresentado anteriormente.

$$\rho = e \cdot R_m / l \quad \text{Eq (8)}$$

Onde:

ρ = resistividade elétrica do material ($\Omega \cdot m$)

e = área da seção ensaiada (m^2)

R_m = resistência elétrica média do composto (Ω)

l = espaçamento entre os fios (m)

Com a utilização da equação 8 obteve-se o seguinte gráfico de resistividade que é apresentado na Figura 63.

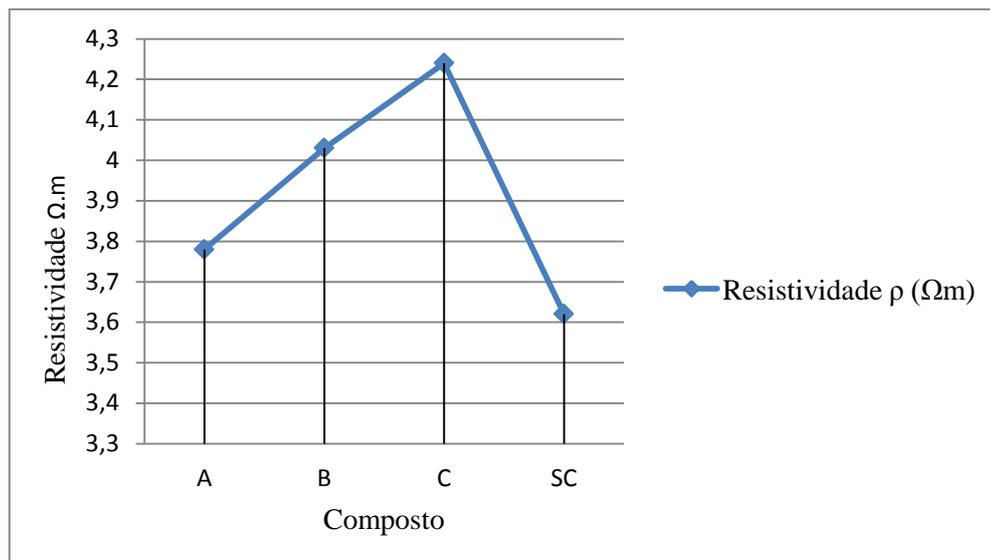


Figura 63 - Comportamento da resistividade elétrica dos compostos SC, A, B e C.

Após a análise da resistência (condutibilidade) dos compostos A, B, C e SC, as amostras foram submetidas para verificação da resistividade elétrica. A resistividade elétrica foi obtida com a utilização da equação 8 que leva em consideração a área da seção da amostra ensaiada e a distância entre os contatos que promovem o fluxo de corrente na amostra. Analisando a Figura 63, gerada após os cálculos de resistividade, notou-se que houve uma tendência ao aumento da resistividade, conforme se eleva o teor de cinza leve nos compostos. Esse fenômeno é explicado pela literatura, pois ainda segundo Cremonezi (2009), os materiais cerâmicos comportam-se como inibidores da condutibilidade. Para embasar as discussões e os resultados sobre a resistividade Kittel (1978), postula que a resistividade elétrica é definida como sendo o inverso da condutividade. Ainda a respeito do fenômeno da elevação da resistividade, Ferreira (2011), também observou que os materiais cerâmicos quando adicionados como ligantes em compósitos à base de ferro e sinterizados, tendem a aumentar a resistividade dos materiais. Todos os resultados observados nos demais trabalhos citados nesse capítulo e também nas referências convergem para os mesmos obtidos nessa dissertação. A presença de cinza e ou seus elementos cerâmicos balanceados com cobre e demais elementos condutivos, tendem a prover aumento da resistividade dos mesmos. Também a presença de ferro promove tal fenômeno.

5 CONCLUSÕES

Nos resultados obtidos e discutidos neste trabalho, foi verificado que a possibilidade de adição da cinza leve em balanço com uma liga que contenha Ferro, Cobre e Grafita, é possível.

A condição para que o composto com cinza venha a apresentar propriedades similares ao composto sem cinza foi verificado na condição onde a cinza volante foi balanceada com 4,8% em massa com ferro 60,2%, cobre 34,8% e grafite 0,2%. Essa liga ternária se mostrou, quando analisado as propriedades de resistência e contração dimensional, mais próxima da liga sem cinza. Os ensaios de desgaste não demonstraram diferenças significativas entre as quatro ligas geradas. Tal observação supõe que a cinza adicionada, nos percentuais deste trabalho, não modifica a propriedade de resistência ao desgaste.

Com relação ao fator resistividade, notou-se que quanto maior a quantidade de cinza adicionado no composto para balanço, maior será sua resistividade. Pois neste trabalho tanto o composto A como o SC, apresentaram valores de resistividade muito similares, reforçando o fato do composto A apresentar-se como possível substituto do composto SC.

Por fim, os resultados micrográficos evidenciaram que houve uma boa sinterização do cobre com o ferro. A cinza, conforme fora vista no *EDS*, apresentou boa quantidade de ferro nela difusa, porém com muito pouco cobre em tal situação. Os compostos com maiores percentuais de cinza permitiram o aparecimento de regiões com maior quantidade de inclusões. Por se tratar de um material com grande quantidade de impurezas como a presença de SiO_2 e Al_2O_3 , a cinza em grande quantidade propicia o aparecimento de regiões porosas. A variação de diâmetro dos elementos da liga, como a cinza, influenciam na sinterização e as propriedades de um material.

Em virtude dos resultados obtidos, remete-se a condição de que o composto ternário com 4,8% de cinza com ferro a 60,2%,cobre 34,8% e grafite 0,2% é a melhor condição para balanço no composto *FeCuC* para a fabricação de anéis de selos mecânicos. Isso se dá pelo fato dele apresentar comportamento similar ao composto sem cinza. Sendo assim, seria possível a sua utilização em campo, porém, sua confirmação depende de um estudo de aplicações com o produto em campo.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Poderão ser abordados, como sugestão de pesquisa para futuros trabalho, estudos voltados à análise de propriedades mecânicas do cermets *Fe-Cu-C-Cinza leve*, em percentuais intermediários aos estudados.

Outro estudo proposto é a análise do comportamento do composto *Fe-Cu-C-Cinza leve* como selo mecânico em campo.

Uma terceira proposta de pesquisa com o mesmo composto seria a sua elaboração por metalurgia do pó não convencional e comparar com o composto gerado pelo processo convencional da metalurgia do pó.

Para finalizar as sugestões de pesquisa para futuros trabalhos, propõe-se a análise de ciclo de vida do composto com a ferramenta de *Design For Environment*.

REFERÊNCIAS

ALVES, F. J. **Materiais de construção mecânica II - Cap. 5. Pulverometalurgia.** Universidade do Porto, Departamento de Mecânica e Gestão Industrial, 2005.

ANTÔNIO, C.F. **Desenvolvimento de núcleos para transformadores monofásicos de baixa potência pela metalurgia do pó.** Dissertação de Mestrado – UFRGS, 2011.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS **NBR 12653:2012.** Materiais Pozolânicos. Rio de Janeiro, 2012.

_____. **NBR 13284:** Preparação de corpos de prova para análise metalográfica. Rio de Janeiro, 1995.

_____. **NBR ISO 14001.** Sistema de gestão ambiental. Rio de Janeiro, 2004.

_____. **NBR 15454:** Metalografia das ligas de ferro - carbono. Rio de Janeiro, 2007.

_____. **NBR NM 187-1.** Materiais metálicos - Dureza Brinell - Parte 1. Medição da Dureza Brinell, Rio de Janeiro, 1999.

_____. **NBR NM ISO 6507-1.** Materiais metálicos - Ensaio de dureza Vickers Parte 1: Método de ensaio. Rio de Janeiro, 2008.

ASTM BOOK OF STANDARDS. **ASTM G99-95A:** Standard test method for wear testing with a pin-in-disk. Apparatus, 1995.

BARBOZA, J.S. **CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS MAGNÉTICOS MACIOS DESENVOLVIDOS ATRAVÉS DA METALURGIA DO PÓ APLICADOS A NÚCLEOS DE MÁQUINAS ELÉTRICAS.** Dissertação de Mestrado – UFRGS, 2009.

BATISTA, J. P. **Selos mecânicos e suas aplicações em bombeamento de fluidos industriais.** Artigo científico submetido ao Curso Superior de Tecnologia Mecânica da Universidade Federal do Espírito Santo - UFES, 2011.

BINDER, C. **Desenvolvimento de Novos Tipos de Aços Sinterizados Autolubrificantes a Seco com Elevada Resistência Mecânica aliada a Baixo Coeficiente de Atrito Via Moldagem de Pós Injeção.** Tese de Doutorado - UFSC, 2009.

BERTOLINI, T.C. **ESTUDO COMPARATIVO SOBRE A ADSORÇÃO DE DIFERENTES CLASSES DE CORANTES EM ZEOLITAS DE CINZAS DE CARVÃO: MODELAGEM CINÉTICA DE EQUILÍBRIO.** Dissertação de Mestrado – IPEN, 2014.

BONALDI, P. O. **Estudo Fabricação e Caracterização de pinças de biópsia para endoscopia flexível através do processo de moldagem de pós metálicos por injeção.** Dissertação de Mestrado - UFRGS, 2008.

BRASEC SINTER. Ficha de especificações técnicas. 2012.

BROGNI, A., SCHILLING, V.V., MARTINS, V., SCHAEFFER, L. **Efeito da temperatura de sinterização do Cermet composto por cinza e 20% de ferro.** 32º SENAFOR, 3ª Conferência Internacional de Metalurgia do Pó - Brasil/RS - 3rd International Powder, 2012.

BURGOS, D. M., ÂNGULO, D. E., GUTIÉRREZ, R. M. **Durabilidad de Morteros Adicionados con cenizas volantes de alto contenido de carbon** - Revista Latino Americana de Metalurgia e Materiais. 2012; 32 (1): 61-70.

CALLISTER, W. D. **Materials Science and Engineering: an introduction** . 7th ed. New York: John Wiley e Sons, Inc 2007.

CANGUNDO, E. M. **Avaliação experimental da condição tribológica no processo de corte por arranque de apara.** Originalmente apresentada como dissertação de mestrado. Lisboa, Portugal: Universidade de Lisboa, 2009.

CARRISCO, R.C., CORREIRA, J.C. **Classificação e Peneiramento.** Centro Tecnológico Mineral - CETEM, Ministério da Ciência e Tecnologia - MCTI. Rio de Janeiro, 197-238, 2004.

CARVALHO, T. E. M., FUNGARO, D. A., IZIDORO, J. C. **Adsorção do corante reativo laranja 16 de soluções aquosas por Zeólitas sintética.** Química Nova, São Paulo, v. 33, n. 2, p. 358-363, 2010.

CASTAGNET, M. **Avaliação da compressibilidade de misturas de pós de Nióbio e Alumínio ativadas mecanicamente.** Dissertação de Mestrado - IPEN, 2008.

CASTRO, V. D. **Troca de processo produtivo da trava da chave catraca: análise do processo de microfusão para metalurgia do pó.** Dissertação de Mestrado - ULBRA, 2011.

CHIAVERINI, V. **Estrutura e propriedade das ligas metálicas.** São Paulo: McGraw-Hill, 1986.

CHIAVERINI, V. **Metalurgia do pó.** 3. ed. São Paulo: Editora ABM, 1992.

CHIES, F., SILVA, N. I., ZWONOK, O. **Desenvolvimento de blocos e tijolos a partir de cinzas de fundo de carvão** - CIPECAL. Coletânea Habitare - Utilização de resíduos na construção habitacional. v. 4, p. 219-239, 2003.

CISESKI, T. M. **Influência da Moagem de Alta Energia da Cinza Pesada Obtida da Queima em termoelétrica no Compósito Cinza-20Fe.** 4ª Conferência Internacional da Metalurgia do Pó e 10º Encontro da Metalurgia do Pó – Brasil/RS, 2013.

CENTRO DE INFORMAÇÃO METAL MECÂNICA. **Bomba centrífuga.** Disponível em: <<http://www.cimm.com.br>>. Acesso em: 2013.

COLPAERT, H. **Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns.** São Paulo: Edgard Blücher LTDA, 1974.

CORRÊA, E. S., SOARES, P. S. M. **Modelagem geoquímica de coberturas secas para mitigação de drenagem ácida.** II Jornada de capacitação interna - Centro de Tecnologia

Mineral, 2012. Disponível em: < <http://mineralis.cetem.gov.br/handle/cetem/362>> Acesso em [2013?]

CREMONEZI, A. **A Metalurgia do pó: alternativa econômica com menor impacto ambiental**. 1 ed. São Paulo: Metallum Eventus Técnicos, 2009.

DAVID, M.M. **Sinterização de Misturas de pós de ligas de ferro para aplicações automotivas**. Tese de Doutorado - IPEN, 2005.

DAVIS, G. B., RITCHIE, A.I. M. **A model of oxidation in pyritic mine wastes**. Part 3. Import of particle size distribution, Appl. Math. Modell. 11 (1987) 417-422. Disponível em: < <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0307904X87901661>>. Acesso em: 04 abril, 2013.

DEBOI, F. S. **Desenvolvimento de métodos analíticos para a caracterização dos carvões brasileiro e suas cinzas**. Dissertação de Mestrado - UFRGS, 2007.

DEDAVID, B. A., MACHADO, G. G., CARMEM.I. **Microscopia eletrônica de varredura: aplicações e preparação de amostras**. Porto Alegre: Edipucrs, 2007.

ECER, G. M. **Radially constricted consolidation**: advanced materials and processes. v.162, n.11, p.62, nov. 2004.

E-FÍSICA. **Entendendo o princípio de Arquimedes**. Disponível em: <<http://efisica.if.usp.br/mecanica/basico/pressao/arquimedes>>. Acesso em: 28 mar. 2013.

FAGURY, N. E., KIMINAMI.R. H. G. A. **Avaliação da resistência ao desgaste de aluminas nanométricas produzidas a partir da decomposição térmica de acetato de alumínio liofilizado**. Cerâmica [online]. 2007, vol.53, n.328, p. 411-416. ISSN 0366-6913. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1590/S0366-69132007000400012>> Acesso em: [2013?]

FAN, C.H.; CHEN, Z. H.; HE, W.Q.; CHEN, J.B. **Effects of the casting temperature on microstructure and mechanical properties of the squeeze cast Al-Zn-Mg-Cu alloy**. Journal of Alloys and Compounds, China, n. 504, p.L42-L45, 01 jun. 2010.

FEREIRA, C.A. **Desenvolvimento de Núcleos para Transformadores monofásicos de baixa potência pela metalurgia do pó**. Dissertação de Mestrado - UFRGS,2011.

FERREIRA, J.M.C. **Tecnologia da pulverometalurgia**. Lisboa: Fundação Calouste Gulbenkian, 2002.

FRUTUOSO, A. C. **Síntese e caracterização de espinélios a base de Cu, Fe e Cr para pigmentos cerâmicos**. Dissertação de Mestrado - UFRGN, 2010.

FULGÊNIO, J.P. **Materiais cerâmicos e refratários**. Belo Horizonte: Universidade de Minas Gerais,1966.

FUNGARO, D. A., SILVA, M. G. **Utilização de zeólita preparada a partir de cinza residuária de carvão como adsorvedor de metais em água**. Química Nova [online]. 2002,

vol.25, n.6b, p. 1081-1085. ISSN 0100-4042. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1590/S0100-40422002000700007>> Acesso em: 31outubro, 2012.

GALIOTTO, A. Estudo da sinterabilidade de materiais ferrosos contendo elevados teores de sulfetos como aditivos. Dissertação de Mestrado - UFSC, 2005.

GIROTTTO, E.M., SANTOS, I.A. Medidas de resistividade elétrica *dc* em sólidos: Como efetuá-las corretamente. Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo. Quim. Nova, Vol. 25, N° 4, 639-647, 2002.

GERMAN, R. M. Powder Metallurgy Science. New Jersey: Princeton, 1984.

GRASSINOX. Misturador duplo cone. Disponível em: <<http://www.grassinnox.com.br>>. Acesso em: 2013.

HÖGANAS. Handbook for sintered components metallography. 1999.

HÖGANAS. Certificado de qualidade. 2010.

HOLMBERG, K., HONKAINEN, H., MATTHEWS, A. Tribology of thin coatings. Ceramic International, v.6, n. 1, 2000.

HUPPMANN, W. J., DALAL, K. Metallographic Atlas of Powder Metallurgy. Freiburg, 1996.

INÁCIO, M. A. Desenvolvimento de compósitos cerâmicos de Al₂O₃ e ZrO₂. Dissertação de Mestrado - UFRGS, 2010.

INSTITUTO Tecnológico em Ensaio e Segurança Funcional, ITT FUSE, Universidade do Vale do Rio dos Sinos – UNISINOS, São Leopoldo, 2012.

JABLONSKI, A. Eficiência da cinza de carvão mineral resultante da dessulfuração na correção da acidez do solo. Revista Brasileira de Agrociência, v.6 n. 3, p. 248-250. set.-dez. 2000.

JESUS, S.L. Desenvolvimento e caracterização da liga Cu-Ni-Be para fins eletroeletrônicos. Dissertação de Mestrado - IPEN, 2000.

JOSEPH, G. Cooper: Its Trade, Manufacture, Use and Environmental Status, ASM, New York, 1999.

JOSÉ, D.S. ESTUDO DE LIBERAÇÃO DO CARVÃO DE CANDIOTA-RS, VISANDO SEU BENEFICIAMENTO. Dissertação de Mestrado – UFRGS, 2011.

JUNIOR, J. T. Superfícies enriquecidas por carbonetos de tungstênio depositados a plasma por arco transferido. Dissertação de Mestrado - UFPB, 2005.

JÚNIOR, L. E.V. Compósito de matriz metálica reforçados pela dispersão de partículas cerâmicas produzidas por mecanossíntese: uma revisão. Revista Latino Americana de Estudos Regionales, Chile, v. 7, n. 2, p. 195-204, 2009.

JUNKES, J.A. **Formulação de productos cerâmicos a partir de residuos minerais usando o diagrama de fases do sistema $SiO_2-Al_2O_3-K_2O$** . Tese de Doutorado - UFSC, 2011.

KALPAKJAN, S. **Manufactura, ingeniería y tecnologia**. 4. ed. México: Pearson Educación, 2002.

KERSTNER, K.E., MARIOT, P., MARTINS, V., ANDO, Jr. O., BROGNI, A., e SCHAEFFER, L., *Estudo da utilização de cinzas da combustão de carvão no processo de fabricação de componentes por metalurgia do pó convencional*, 66 Congresso Internacional da ABM. p. 2989 – 2999, 2011.

KITELL, C. **Introdução à Física do Estado Sólido**. 5. ed. Guanabara Dois S.A. Rio de Janeiro - 1978.

KLAR, E. **Powder metallurgy stainless steels: processing, microstructures, and properties**. In: **ASM Handbook**, 2007.

KNIES, C. SEGADÃES, A., RIELLA, H. HOTZA., D. ACCHAR, W. **Influência da Adição de Cinzas Pesadas de Carvão Mineral nas Propriedades Mecânicas e Físicas de Materiais Cerâmicos**. Anais do 47º Congresso Brasileiro de Cerâmica, 15-18/junho/2003 - João Pessoa - PB - Brasil, 2003.

KOPEZINSKI, I. **Mineração x Meio Ambiente: considerações legais, principais impactos ambientais e seus processos modificadores**. Porto Alegre: editora da Universidade, UFRGS, 2000. 103 p.

LAIL, C., NEUPAVER, A. J. **Powder manufacturing and industry trends**. v. 1. New Jersey: APMI International, 1994.

LAWLEY, A. **Rapidly Solidified powder process atomization - models and mechanisms**. In: **Processing of structural metal by rapid solidification**. ASM International, 1987.

LAWRENCE, V. V. H. **Princípio de ciências dos materiais**. São Paulo: Edgard Blücher LTDA, 1970.

LEMOS, S. **Aplicação do processo de consolidação de pós metálicos por construção radial (CCR) para a produção de pré-formas de ferro**. REM: REVISTA ESCOLA DE MINAS, Ouro Preto, v.63, n. 3, set. 2010. Disponível em: <http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S037044672010000300013&lng=en&nrm=iso>. Acesso em: 01 nov. 2012.

LOSEKANN, C. R. **Materiais de Construção Mecânica II**. UFSM - 2007.

LOSEKANN, C. R. **Materiais não ferrosos: tecnologia dos materiais**. Santa Catarina, SC: CEFET, 2003.

MALISCA, A. M. **Microscopia eletrônica de varredura e microanálise**. Santa Catarina, Universidade Federal de Santa Catarina; EMC; Laboratório de Materiais; Laboratório de Caracterização Microestrutural e Análise de Imagens, 2004. Disponível em: <http://www.materiais.ufsc.br/lcm/web-MEV/MEV_Apostila.pdf>. Acesso em: 31 mar. 2013.

MALLMANN, E., ZWONOK, O. **Panorama dos resíduos da combustão de carvão mineral e características químicas e físicas das cinzas de fundo das usinas do Rio Grande do Sul.** In: CONGRESSO DE CARVÃO MINERAL, 3., 2011, Gramado, 2011.

MARTA, L. P., **Criatividade e Inovação na Atuação Profissional**, Revista CRB-8 Digital, São Paulo, v. 1, n. 1, p. 3-9, jul. 2008.

MARTINS, V. **Estudo das propriedades mecânicas dos compósitos WC-6Co, WC-10Co, WC-20Co, WC-6Co-6Ni, WC-6Co-12Ni obtidos por metalurgia do pó convencional para aplicação em anéis de selos mecânicos.** Dissertação de mestrado - UFRGS, 2010.

MARTINS, V. SCHILLING, V.V.B., BROGNI, A., SCHAEFFER, L. **Efeito da Temperatura de Sinterização do Cermet Composto com Cinza e 20% de Ferro.** 9º Encontro da Metalurgia do Pó, 3ª Conferência Internacional de Metalurgia do Pó. SENAFOR - Brasil/RS, 2012.

METHA, K., MONTEIRO, P. J. **Concreto: estrutura, propriedades e materiais.** PINI - São Paulo, 1994.

MONTOGNERY, D. C. **Estatística aplicada e probabilidade para engenheiros.** Rio de Janeiro: LTC, 2003.

MORO, N., AURAS, A. P. **Metalurgia do pó e o futuro da indústria: processos de fabricação.** Florianópolis: CEFET-SC, 2007.

MOTTA, C. A.O. **Substituição de processo de usinagem por metalurgia do pó.** Trabalho de conclusão de curso em Engenharia Mecânica. ULBRA, 2010.

MUTERLLE, P. V. **Caracterização tribológica de ligas sinterizadas a base de Ferro e Cobre.** Dissertação de Mestrado - UFSC, 2006.

NEI, J. B., SILVA, A. L. N., CORRÊA, V. R. **Selos Mecânicos.** UFSJ, 2007.

NEVES, G. S. **Efeito da substituição do molibdênio pelo nióbio e nióbio-boro em aços Hadfield no desempenho ao desgaste abrasivo.** Dissertação de mestrado - UFOP; CETEC; UEMG, 2004.

NIADA, R. F. **CARACTERIZAÇÃO DE LIGAS COMPÓSITOS MAGNÉTICAS A PARTIR DA METALURGIA DO PÓ PARA APLICAÇÃO EM NÚCLEOS DE MÁQUINAS ROTATIVAS.** Dissertação de Mestrado - Universidade Feevale, 2011.

OLIVEIRA, L. A., CAMPOS, T.C. **Condutividade elétrica de alguns materiais: um experimento.** Programa Institucional de Bolsa de Iniciação à Docência. UNICAMP, [20--?]

OSÓRIO, E., VILELA, A.C., SAMPAIO, C. H **Utilização do carvão na siderurgia.** Estudo de Caso. Cadernos de planejamento e gestão ambiental, 2 ed. Fundação estadual de proteção ambiental, FEPAM. N°2, p.149_ 157.

OSÓRIO, E., VILELA, A.C., SAMPAIO, C. H. **Estudo Prospectivo do Setor Siderúrgico:** 2008. Brasília: Centro de Gestão e Estudos Estratégicos, ABM, 2008.

- OTMER, K. **Encyclopedia of Chemical Technology. Sílica**. Volume 21: p 977-1005 Fourth Edition. A Willy Interscience Publication. John Wiley&Sons. Inc. 1997.
- PACHECO, P.D., OLIVEIRA, L.J., QUINTANILHA, R., GUIMARÃES, R.S., FILGUEIRA, M. **Obtenção de Ligas Fe-Cu via Metalurgia do Pó: Microestrutura, Dureza e Limite de Escoamento**. Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo, v.26, n.3,121-125,2007, Setembro, 2007.
- PADILHA, A.F. **Materiais de engenharia microestrutura e propriedades**. Editora Hemus, São Paulo, 1997, 349p.
- PANZERA, T. H. **Desenvolvimento de um material compósito cerâmico para aplicação em mancais porosos**. Tese de Doutorado em Engenharia Mecânica - UFMG, 2007.
- PAPROCKI, A., OLIVEIRA, E.L., AZEVEDO, C.M., PIRES, M. **Utilização de Zeolitas Sinterizadas a partir de Cinzas de Carvão no Tratamento de Efluentes de Mineração e Avaliação do Reuso da Água**. X salão de Iniciação Científica – PUCRS, 2009.
- PAVANATI, H.C. **Processos de fabricação Metalurgia do Pó**. Instituto Federal de Santa Catarina - Departamento Acadêmico de Metal Mecânica - IFSC, 2010.
- PEDROSO, S. R. J. **Curso de selos mecânicos para operadores**. Petrobras Abastecimentos, 2008.
- PRÄSS, A. R. **Princípio de Arquimedes, empuxo**. Disponível em: <http://www.fis.ufba.br/dfg/fies2/Principio_Arquimedes.pdf>. Acesso em: 21 dez. 2012.
- RADI, P.A., SANTOS, V.L., BONETTI, L.F., AIROLDI, J.V. **Tribologia, Conceitos e Aplicações**. Encontro de Iniciação Científica e Pós-Graduação do ITA, 13, 2007, São José dos Campos. **Anais...** São Paulo: Instituto Tecnológico da Aeronáutica, 2007.
- RAUTER, R. O. Livros técnicos e científicos. Rio de Janeiro: Editora S.A, 1974.
- ROBIN, A., ROSA, J. L., SILVA, M.B. **Obtenção e caracterização de eletrorevestimentos compósitos Cobre - Nióbio**. Encontro e Exposição Brasileira de tratamento de superfície III Interfish Latino Americano.UEP, Guaratingueta, SP, 2012.
- ROCHA, J. C., CHERIAF, M., POZZOBON, C., MAIA, M. S., MAGRIL, L., XAVIER, S. M. **Reaproveitamento das cinzas pesadas do complexo termelétrico Jorge Lacerda na elaboração de materiais de construção: Aspectos técnicos e ambientais**. Décimo Quinto Seminário Nacional de Produção e Transmissão de Energia Elétrica, Foz do Iguaçu, Paraná, p. 1-5, 1999.
- SANTOS, C. T. **Estudo da moagem de alta energia e sinterização de metal duro WC-NI**. Dissertação de Mestrado - UFRGS, 2009.
- SANTOS, Ricardo Luiz Cardoso dos. **Deposição por plasma de arco transferido com corrente contínua pulsada**. Paraná: PG-MEC, 2003. Dissertação de Mestrado - UFPA, 2003.

SAVI, J.R. **Efeito da adição de Nb, Mo, Cr e Ti na microestrutura do metal duro WC - 6CO**. Dissertação de Mestrado - UFRGS, 2011.

SBM BRITADORES. **Moinho de bola**. Disponível em: <http://pt.sbmchina.com/product/products_crushing.php?gclid=COPxocXgmLYFQoFnQodeFUA2Q>. Acesso em 2012.

SILÍCIO. In Infopédia [Em linha]. Porto: Porto Editora, 2003-2013. [Consult. 2013-05-20]. Disponível na www: <URL: [http://www.infopedia.pt/\\$silicio](http://www.infopedia.pt/$silicio)>.

SILVA, C. A. **Análise de propriedades mecânicas, tribológicas e metalográficas de material submetido ao processo de erosão: corrosão com sulfetação**. Dissertação de Mestrado - UFP, 2009.

SILVA, M. B. **Geoquímica dos sedimentos associados aos minérios de ferro da região leste-sudeste do quadrilátero ferrífero, MG e seu potencial para adsorção e dessorção de metais traço**. Tese de Doutorado em Ciências Naturais - UFOP, 2005.

SILVEIRA, C. R., MONTEIRO, W.A. **Desenvolvimento e caracterização de ligas ternárias de Cobre - Níquel – Alumínio, obtidas por metalurgia do pó visando alto desempenho mecânico e elétrico**. 63ª Reunião Anual da SBPC, 2009.

SILVEIRA, F.D. **Sinterização de Bronze ao Alumínio seguido de envelhecimento artificial**. Dissertação de Mestrado - UFRGS, 2009.

SINFERBASE. **Estimativa de produção de minério de ferro no Brasil**. Disponível em: <<http://www.sinferbase.com.br>>. Acesso em: 31 ago. 2012.

SIQUEIRA, J. S. **Reciclagem de resíduo a partir de cinzas de carvão mineral: Produção de argamassas**. Dissertação de Mestrado - UFP, 2011.

SOARES, E.R. **Cinza e carbonato de cálcio na mitigação de drenagem ácida em estéril de mineração de carvão**. Revista Brasileira de Ciência do Solo, v. 30, n. 1, p.171-181, fev. 2006.

SOUZA, A.R. B. **Desenvolvimento de uma prótese para substituição de disco da coluna vertebral lombossacra através da metalurgia do pó**. Tese Doutorado em engenharia - UFRGS, 2009.

TÄFENER, U., CARLE, V., SCHÄFER, U., HOFFMANN, M. J. **Preparation and microstructural analysis of high- performance ceramics**. In: **ASM Handbook** v. 9: metallography and microstructures of ceramics, composite-metal forms, and specialpurpose alloys. USA: ASM International, 2004.

TAVARES, A. C., MARTINS, V., AGUSTINI, R., MARIOT, P., SCHAEFFER, L. **Obtenção de Cermets por Metalurgia do Pó Convencional a partir da Utilização das Cinzas da Queima de Carvão Mineral**. 9º Encontro da Metalurgia do Pó, 3ª Conferência Internacional de Metalurgia do Pó. SENAFOR - Brasil/RS, 2012.

THÜMMLER, F., OBERACKER, R. *Introduction to Powder Metallurgy*, The Institute of Materials, London, 1993.

TURATTI, A. M. **Sinterização de Carbetos de Boro com alta resistência ao desgaste**. Dissertação de Mestrado - UFRGS, 2009.

UNDA, A. G.R., VANESSA F.C., & De GODOY., GERALDA,C.D. (2007). **Metodologia para a aplicação da análise topográfica ao estudo de processos de superfície**. *Matéria* (Rio de Janeiro), 12(4), 589-596. Retrieved August 22, 2013, from http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S151770762007000400007&lng=en&tlng=pt. 10.1590/S1517-70762007000400007.

VERRAN, G. O. **Estudo da obtenção de compósitos com matriz metálica com método da dispersão de partículas cerâmicas em metal líquido: Caso particular Alumínio – Cinza de carvão**. Tese de Doutorado - UFRGS, 1994.

VICELLI, A. **Ciência dos materiais**. In: Apostila Técnica, UCS, 2006.

VIEIRA, D. C., CARDOSO, C. X., DURAN, R. M. **Análises térmicas e processo de sinterização da cerâmica $\text{KSr}_2\text{Nb}_5\text{O}_{15}$ dopada com CuO** . *Quím. Nova* [online]. 2009, vol.32, n.7, pp. 1704-1709. ISSN 0100-4042.

VITORINO, A. R., ZANCHETA, M. P. **Condutividade elétrica de alguns materiais**. PIBID, UNICAMP, 2012.

WESCHE, K. **Fly Ash in Concret: Properties and performance**. Institut für Bouforschung. University for Technology Aachemm, 1999.

WILLIAM, D. C. J. **Ciência e Engenharia dos Materiais Uma Introdução**. LTC 5ª ed. Salt Lake City. Itcih, Janeiro, 1999.

WILLIAMS, J. A. **Engineering tribology**. Oxford Scince Publications, 1999.

ZUM-GAHR, K- H. Microstructure and wear of materials. Tribology Series, 10, Elsevier, p. 1-6, 1987. In: SUSKI, C. A. **Estudo do efeito de tratamentos e revestimentos superficiais na vida de ferramentas de conformação mecânica à frio**. Dissertação de Mestrado. UFSC - 2004.

ANEXO I – Certificado de análise

Höganäs

CERTIFICADO DE ANALISE

 Pág:
1(1)

 Nr lote
1593497

 Dt Impressão
2013-03-15

 Nr pedido
0010163267

 Entrega
1421774

 Expedição
3153649

 Nome do Item
PO DE FERRO AHC 100.29

 Cliente
ARON METAL LTDA
R.A
PQ.AGRO INDL IGARA

21191

 Código Produto
080073
PO DE FERRO AHC 100.29
PO DE FERRO AHC 100.29

CANOAS

 Quantidade
1000,00 Kg

Nossa Referência

 Data produção
2013-03-15

 Qtd produzida
16000 Kg

 Dt expiração
2013-09-11

 Resultados dos Testes
Unid

 Especificação
MIN MAX

ISSUE ISSUE: 1

PROPRIEDADES QUÍMICAS

C	0.0050 %	0.0240 %
S	0.012 %	0.030 %
Oxigênio Total	0.17 %	0.17 %

PROPRIEDADES FÍSICAS

Densidade Aparente	2.91 g/cm3	2.90	3.05 g/cm3
Escoamento	25.6 sec/50g		28.0 sec/50g
Compressibilidade (600MPa)	7.15 g/cm3	7.09	

GRANULOMETRIA

(Microns)			
+212	0.0 %		
+180	0.1 %		2.0 %
+150	2.4 %		
150-212	2.5 %		12.0 %
+106	15.8 %		
+75	21.9 %		
+45	37.6 %		
-45	22.2 %	10.0	30.0 %

Aprovado por



18-29x07

2013-03-15

ANEXO II – Ficha de Especificações Técnicas



FICHA DE ESPECIFICAÇÕES TÉCNICAS

FECu-00008_LSG
Aron

Cliente: LSG ARON METAL

N° Lote: 193/240912	NF: 000.000.322	Pedido: de 17/10/2012
----------------------------	------------------------	------------------------------

Material: Pó de cobre eletrolítico

Escala Tyler – N° Mesh	+100	-100 +200	-200	Densidade aparente (g/cm ³)	Perda ao H ₂ (%)	Escoamento Seg./50g
Valores amostrais (%):	1,19	82,09	16,60	1,42 a 1,55	máx. 0,2%	75
Análise química:	Cu(%) 99,9 mín		Classe: AG-01			

Normas de referência: MPIF (Metal Powder Industries Federation)

MPIF - Standard 02 (Perda ao H₂)

MPIF - Standard 04 (Densidade aparente)

MPIF - Standard 03 (Taxa de escoamento)

MPIF - Standard 05 (Distribuição granulométrica)

Obs.: Estes materiais devem ser acondicionados em embalagem fechada para manter inalteradas suas características físicas e químicas originais.

Cachoeirinha, 17 de outubro de

2012