

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO  
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

Avaliação tribológica da casca de arroz e das cinzas de casca de arroz em materiais de fricção  
de freio automotivo

por

Gustavo da Silva Gehlen

Dissertação para obtenção do Título de  
Mestre em Engenharia

Porto Alegre, julho de 2023

AVALIAÇÃO TRIBOLÓGICA DA CASCA DE ARROZ E DAS CINZAS DE CASCA DE  
ARROZ EM MATERIAIS DE FRICÇÃO DE FREIO AUTOMOTIVO

por

Gustavo da Silva Gehlen  
Engenheiro Mecânico

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, da Escola de Engenharia da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, como parte dos requisitos necessários para a obtenção do Título de

Mestre em Engenharia

Área de Concentração: Processos de Fabricação

Orientador: Prof. Dr. Patric Daniel Neis

Comissão de Avaliação:

Prof. Dr. Paulo Nobre Balbis dos Reis.....DEM / UC

Prof. Dr. Liu Yesukai de Barros.....DEMEC/ UFRGS

Prof. Dr. Ney Francisco Ferreira.....PROMECC/UFRGS

Dr. Diego Masotti.....Fras-le AS

Prof. Dr. Fernando Marcelo Pereira  
Coordenador do PROMEC

Porto Alegre, 06 de julho de 2023

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pelo suporte financeiro para a elaboração deste trabalho.

Agradeço à minha família, especialmente aos meus pais, Janice e Paulo, por todo suporte e carinho ao longo de toda a minha jornada.

Agradeço a todo o Laboratório de Tribologia (Latrib), que tornou possível esse estudo tribológico, especialmente aos colegas MSc. Jean Poletto e Dr. Liu Barros, por todo apoio e assessoria nos ensaios experimentais e processamento de dados.

Agradeço à Universidade de Trento e ao professor Giovanni Straffelini, pelos ensinamentos e pelo auxílio na fabricação dos materiais de fricção propostos.

Agradeço ao professor Patric Daniel Neis, por toda mentoria e ensinamentos ao longo dos mais de 6 anos de trajetória no Latrib.

## RESUMO

Recentemente, o uso de ingredientes metálicos e sintéticos se tornou alvo de discussões entre os fabricantes de materiais de fricção em razão das preocupações com o meio ambiente e a saúde humana. Como resultado, surgiu o interesse em usar ingredientes vegetais e resíduos industriais como substitutos de alguns tradicionais constituintes de materiais de fricção. Nesse cenário, a casca de arroz se apresenta como um ingrediente interessante, uma vez que é um resíduo agroindustrial e é uma fibra vegetal. A casca de arroz apresenta em torno de 25% em peso de cinzas, sendo constituídas majoritariamente por sílica, que é um óxido duro e resistente à temperatura. A alta resistência à temperatura é uma característica crucial para os materiais de fricção, especialmente quando se trata de ingredientes vegetais, que geralmente têm baixas temperaturas de degradação e resultam em um elevado desgaste dos materiais. Dessa forma, a casca de arroz e as cinzas de casca de arroz apresentam potencial como ingredientes em materiais de fricção automotivo. O presente trabalho discute o comportamento tribológico de novos materiais de fricção com casca de arroz e cinzas de casca de arroz. Duas formulações desenvolvidas, uma com 6% de casca de arroz e outra com 6% de cinzas de casca de arroz, foram comparadas com uma formulação de referência com alumina. O procedimento tribológico adotado foi o teste AK Master (SAE J2522), realizado no tribômetro de freio do Laboratório de Tribologia da UFRGS. A formulação com cinzas de casca de arroz apresentou desempenho tribológico igual ou superior ao do material de referência, especialmente em aplicações de alta temperatura, em que as partículas de cinzas de casca de arroz ajudaram na formação dos platôs de contato. Já a adição de casca de arroz reduziu a ação abrasiva do compósito, permitindo a formação de um tribofilme mais homogêneo no disco do que nas outras formulações.

Palavras-chave: Material de fricção automotivo; casca de arroz; cinzas de casca de arroz.

## **ABSTRACT**

Recently, the use of metallic and synthetic ingredients has become the subject of discussion among friction material manufacturers due to concerns about the environment and human health. As a result, interest has emerged in using plant ingredients and industrial waste as substitutes for some traditional friction material constituents. In this scenario, rice husk presents itself as an interesting ingredient, since it is an agro-industrial waste and is a vegetable fiber. Rice husk presents around 25% by weight of ash, being constituted mostly by silica, which is a hard and temperature resistant oxide. High temperature resistance is a crucial characteristic for friction materials, especially when it comes to vegetable ingredients, which usually have low degradation temperatures and result in high wear of the materials. Thus, rice husk and rice husk ash show potential as ingredients in automotive friction materials. The present work discusses the tribological behavior of new friction materials with rice husk and rice husk ash. Two formulations developed, one with 6% rice husk and another with 6% rice husk ash, were compared with a reference formulation with alumina. The tribological procedure adopted was the AK Master test (SAE J2522), performed in the brake tribometer of the Tribology Laboratory of UFRGS. The formulation with rice husk ash showed tribological performance equal to or better than the reference material, especially in high temperature applications, in which the rice husk ash particles helped in the formation of the contact plateaus. The addition of rice husk reduced the abrasive action of the compound, allowing the formation of a more homogeneous tribofilm on the disc than the other formulations.

**Keywords:** Automotive brake friction materials; rice husk; rice husk ash.

# ÍNDICE

<b>1. INTRODUÇÃO.....</b>	<b>1</b>
<b>2. OBJETIVOS .....</b>	<b>3</b>
2.1 Objetivo geral .....	3
2.2 Objetivos específicos .....	3
<b>3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>4</b>
3.1 Sistemas de freio automotivo .....	4
3.2 Materiais de fricção .....	6
3.2.1 Platôs de contato.....	7
3.2.2 Tribofilme .....	10
3.3 Meio ambiente e saúde humana.....	11
3.4 Casca de arroz.....	14
3.5 Estudos recentes sobre materiais de fricção ecologicamente corretos .....	17
<b>4. MATERIAIS E MÉTODOS.....</b>	<b>31</b>
4.1 Preparação das amostras de material de fricção .....	31
4.2 Caracterização térmica e mecânica.....	34
4.3 Tribômetro do LATRIB .....	34
4.4 Caracterização tribológica.....	36
4.4.1 Análise do coeficiente de atrito .....	38
4.4.2 Desgaste .....	39
4.5 Análise da superfície das amostras .....	40
4.6 Análise da superfície do disco .....	41
<b>5. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....</b>	<b>43</b>
5.1 Caracterização dos materiais de fricção .....	43
5.2 Coeficiente de atrito.....	46
5.3 Desgaste .....	53
5.4 Análise dos platôs de contato .....	56
5.5 Análise do tribofilme .....	60
5.6 Discussão geral.....	63

<b>6. CONCLUSÕES.....</b>	<b>65</b>
6.1 Sugestões para trabalhos futuros .....	66
<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>67</b>
<b>ANEXO .....</b>	<b>76</b>

## LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1 – Representação esquemático de um freio a tambor. Adaptado de Shutterstock, 2023. .....	5
Figura 3.2 – Representação simplificada de um sistema de freio a disco: (a) montagem na roda e (b) montagem do disco e pastilha de freio em detalhe. Adaptado de Wahlström et al., 2017.....	6
Figura 3.3 – Ilustração dos platôs de contato formados na superfície de um material de fricção. Adaptado de Eriksson, 2000.....	8
Figura 3.4 – Microscopia da superfície de um material de fricção do tipo NAO identificando os platôs secundários do tipo I e II. Adaptado de Neis et al., 2017.....	9
Figura 3.5 – Imagens de disco de freio: (a) disco usado, com deposição de tribofilme na superfície e (b) disco novo, com a superfície limpa. Adaptado de Canal da peça, 2023.	10
Figura 3.6 – Representação esquemática da mudança de regime de desgaste em materiais de fricção com imagens da superfície do disco mostrando o tribofilme. Adaptado de Barros et al., 2021.....	11
Figura 3.7 – Ilustração para exemplificar a penetração no corpo humano do material particulado (MP) de diferentes tamanhos. Adaptado de Vincent, 2019.....	13
Figura 3.8 – Ilustração dos constituintes do arroz. Adaptado de Terra de arroz, 2023. ....	15
Figura 3.9 – Resultados dos testes tribológicos de MF com diferentes tipos de escória: (a) coeficiente de atrito, (b) emissões e (c) desgaste do pino e disco. Adaptado de Jayashree et al., 2023.....	18
Figura 3.10 – Resultados para MF com diferentes percentuais de pó de cimento: (a) métricas de fade e recovery e (b) desgaste. Adaptado de Singh, 2023.....	20
Figura 3.11 – Imagens de MEV das superfícies desgastadas das formulações: (a) apenas com barita e (b) apenas com pó de cimento. Adaptado de Singh, 2023. ....	21
Figura 3.12 – Imagens (a) da montagem do teste no dinamômetro e (b) das pastilhas de freio usadas. Adaptado de Lee e Filip, 2013.....	23
Figura 3.13 – Resultados das amostras com esterco de vaca ou caule de milho: (a) razão de <i>fade</i> e (b) taxa de desgaste total. Adaptado de Ma et al., 2019. ....	24

Figura 3.14 – Representação esquemática do dinamômetro inercial utilizado para avaliar MF com e sem fibra natural. Adaptado de Yun et al., 2010. ....	25
Figura 3.15 – Desgaste, em perda de altura, para os MF com diferentes percentuais de casca de arroz, considerando todas as etapas do procedimento AK Master. Adaptado de Gehlen et al., 2022. ....	28
Figura 3.16 – Imagens de MEV das amostras após a frenagem em 300 °C: (a) material sem casca de arroz e (b) material com 12% de casca de arroz. Adaptado de Gehlen et al., 2022. ....	29
Figura 3.17 – Desgaste, em perda de altura, para os MF com diferentes percentuais de casca de arroz nas etapas de fade. Adaptado de Gehlen et al., 2022. ....	30
Figura 3.18 – Resistência ao <i>fade</i> (quanto maior, melhor) dos MF com casca de arroz para diferentes temperaturas máximas. Adaptado de Gehlen et al., 2022. ....	30
Figura 4.1 – Imagens da (a) casca de arroz triturada e (b) cinzas de casca de arroz obtidas. ...	31
Figura 4.2 – Imagens de MEV (a) das cinzas de casca de arroz e (b) da casca de arroz triturada. ....	32
Figura 4.3 – Imagens das amostras de material de fricção fabricadas: (a) amostras usinadas e coladas nos suportes metálicos e (b) ampliação da superfície de uma amostra de cada formulação. ....	34
Figura 4.4 – Tribômetro utilizado para realização dos testes de frenagem automotiva: (a) representação esquemática e (b) imagem do contato do disco com a amostra. ....	35
Figura 4.5 – Exemplo do algoritmo utilizado para cálculo da fração de platôs de contato: (a) microscopia da amostra em tons de cinza e (b) imagem segmentada após o processamento. ....	41
Figura 4.6 – Aparato experimental montado para o registro da superfície atritada do disco utilizando a câmera digital: a) posicionamento da câmera e b) fotografia obtida. Adaptado de Barros et al., 2021. ....	42
Figura 5.1 – Imagens de MEV da superfície dos materiais de fricção fabricados: (a) F-AL, (b) F-RH, (c) F-RHA. ....	43
Figura 5.2 - Resultados da (a) análise termogravimétrica e (b) derivada termogravimétrica para os materiais de fricção de freio desenvolvidos no presente estudo. ....	45

Figura 5.3 - Curvas típicas de CoF versus tempo para cada repetição do final da etapa de Valor Característico 3 para: (a) F-AL, (b) F-RH e (c) F-RHA e (d) Performance $\mu$ para cada repetição dos materiais desenvolvidos com valor médio nas caixas de texto. ....	47
Figura 5.4 – Coeficiente de atrito médio para cada formulação em diferentes níveis de velocidade e pressão.....	48
Figura 5.5 - Resultados de sensibilidade à pressão para cada repetição das três formulações (mais próximo de 1, menor a sensibilidade e melhor o desempenho). ....	49
Figura 5.6 - Resultados de sensibilidade à velocidade para cada repetição das três formulações (mais próximo de 1, menor a sensibilidade e melhor o desempenho). ....	49
Figura 5.7 - Resultados médios de atrito para cada formulação para as etapas do Bloco 2.....	50
Figura 5.8 - Resistência ao fade média para cada formulação (quanto maior, melhor).....	51
Figura 5.9 - %Recuperação médio para cada formulação (quanto maior, melhor). ....	52
Figura 5.10 - Taxa de desgaste específico para diferentes etapas do procedimento AK Master para uma amostra de cada formulação .....	53
Figura 5.11 - Taxa de desgaste específico médio para diferentes etapas do procedimento AK Master para cada formulação.....	54
Figura 5.12 - Detritos coletados da formulação F-RH após as seguintes etapas: (a) STP, destacando as partículas grandes, (b) Recovery 2.....	55
Figura 5.13 - Fração de área de platôs observados na superfície dos materiais de fricção.....	57
Figura 5.14 – Microscopias segmentadas (acima) e imagens MEV (abaixo) das superfícies desgastadas do material de fricção após o Fade 2 para formulação: (a, c) F-AL, (b, d) F-RHA.....	58
Figura 5.15 - Análise do tribofilme: (a) quantidade sobre a superfície do disco e (b) desvio padrão médio da distribuição radial. ....	60
Figura 5.16 - Imagens do tribofilme no disco para as três formulações, tiradas após: (a, b, c) Bloco 1, (d, e, f) Recovery 1, (g, h, i) Recovery 3. ....	62

## LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 – Teor de cinzas para cascas de arroz oriundas do sul do Brasil. Adaptado de Fernandes et al., 2015.....	15
Tabela 3.2 – Teor de sílica de cinzas de casca de arroz, em percentual de peso, segundo vários autores. Adaptado de Pouey, 2006.....	16
Tabela 3.3 – Resumo de demais estudos sobre o desempenho tribológico de materiais de fricção com ingredientes que são resíduos industriais. ....	22
Tabela 3.4 - Lista de estudos sobre avaliações de materiais de fricção com fibras naturais....	26
Tabela 4.1 - Composição elementar da casca de arroz e da cinza de casca de arroz, em porcentagem de peso. ....	32
Tabela 4.2 - Composição, em porcentagem de peso, dos ingredientes usados nas formulações desenvolvidas para o estudo principal.....	33
Tabela 4.3 – Parâmetros do veículo de referência.....	36
Tabela 4.4 – Detalhes do procedimento tribológico adotado, conforme estabelecido pelo método AK MASTER.....	37
Tabela 4.5 – Especificação dos métodos de inspeção durante o procedimento experimental.	37
Tabela 5.1 – Propriedades físicas e mecânicas dos materiais de fricção. ....	44
Tabela 5.2 – Resumo dos principais resultados do teste tribológico: valores médios de todas as repetições para cada formulação.....	64

## LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

PROMECA	Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica
UFRGS	Universidade Federal do Rio Grande do Sul
LATRIB	Laboratório de Tribologia
SM	Semi-metálico
NAO	<i>Non asbestos organic</i>
LM	<i>Low-met</i>
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
EDS	<i>Energy-dispersive X-ray spectroscopy</i>
TGA	<i>Thermogravimetric Analysis</i>
DTG	<i>Derivative Thermogravimetry</i>
MF	Materiais de fricção
ANOVA	Análise de variância
MP	Material particulado
CoF	Coefficiente de atrito

## LISTA DE SÍMBOLOS

$\mu$	Coeficiente de atrito [-]
F	Força de atrito [N]
$F_N$	Força normal [N]
T	Torque frenante [N.m]
R	Raio deslizante (ou raio efetivo) [m]
D	Densidade das amostras [g/cm <sup>3</sup> ]
S	Distância de deslizamento [m]
$\Delta\mu_{PS}$	Sensibilidade do atrito à pressão [-]
$\Delta\mu_{SS}$	Sensibilidade do atrito à velocidade [-]
$\Delta W$	Desgaste em perda de massa [g]

## 1. INTRODUÇÃO

Materiais de fricção (MF) de freio são um componente crucial do sistema de freio presente nos veículos automotivos e possuem uma relação direta com a segurança. Esses materiais estão sujeitos a diferentes condições de velocidade de deslizamento, temperatura e pressão de contato. Entre muitas outras características, os materiais de fricção devem ter um coeficiente de atrito estável e baixo desgaste (Blau, 2001; Singh et al., 2017). No entanto, é impossível obter essas características com um único ingrediente. Como resultado, os MF são formulados com uma variedade de ingredientes (geralmente de 10 a 30) para criar um material compósito. Os ingredientes podem ser classificados de acordo com a função que desempenham no material, podendo ser: aglutinante, fibra de reforço, modificador de atrito (lubrificante ou abrasivo) ou carga inerte ou funcional (Bijwe, 1997).

Recentemente, o uso de ingredientes metálicos e sintéticos ganhou atenção significativa no setor de MF devido às preocupações ambientais e de sustentabilidade (Chaudhary e Ahmad, 2020). Como resultado, surgiu o interesse em usar ingredientes vegetais, bem como várias formas de resíduos industriais (ou agroindustriais) como substitutos de substâncias tóxicas frequentemente adicionadas aos MF. As fibras lignocelulósicas representam a maioria dos ingredientes de origem vegetal e podem oferecer muitas vantagens em relação aos materiais sintéticos ou metálicos, como não toxicidade, propriedades mecânicas aceitáveis, baixa densidade e baixo custo (Chaudhary e Ahmad, 2020; Singh et al., 2020). Por outro lado, os ingredientes que são resíduos industriais geralmente são subprodutos em pó, sendo na sua maioria óxidos e silicatos de alta dureza, que podem poluir o meio ambiente se não forem descartados adequadamente (Reghunadhan et al., 2020).

Nesse cenário, a casca de arroz se apresenta como um ingrediente interessante, uma vez que é um resíduo agroindustrial e tem origem natural. A casca de arroz, que representa cerca de 20 a 25% do peso do arroz e é removida durante o processo de moagem, é o revestimento protetor resistente que envolve o grão de arroz. Em todos os países que produzem arroz, a casca de arroz é um resíduo comum, sendo constituída por cerca de 75% de matéria orgânica volátil, principalmente celulose e lignina (Singh, 2018; Chand et al., 2010). Depois de ser queimada, é criada a cinza de casca de arroz, que compõe os 25% restantes da casca de arroz. De 85 a 95% das cinzas de casca de arroz são sílica amorfa, conhecida pela elevada dureza (Chand et al., 2010). A casca de arroz é frequentemente utilizada como biomassa em reatores para produzir

energia, deixando as cinzas como subproduto. Devido à presença de sílica, que tem natureza abrasiva e é resistente à temperatura, a casca de arroz e as cinzas de casca de arroz são ingredientes desejáveis para os materiais de fricção de veículos. A alta resistência à temperatura é uma característica crucial para os MF, especialmente quando se trata de ingredientes naturais, que geralmente têm baixas temperaturas de processamento e fazem com que os materiais de fricção se desgastem mais rapidamente em aplicações de alta temperatura (Nirmal et al., 2015).

Dessa forma, a casca de arroz e as cinzas de casca de arroz apresentam potencial como ingredientes em materiais de fricção automotivo. Embora já tenham sido estudadas como reforço em outras aplicações, como ligas de alumínio e compósitos poliméricos (Burhan et al., 2019; Prasad e Krishna, 2012), ainda falta uma avaliação tribológica em formulações de MF sob testes que reproduzam mais adequadamente o processo de frenagem em veículos reais, onde os materiais de fricção sejam submetidos a uma ampla faixa de pressão de contato, velocidade de deslizamento, temperatura, bem como a diferentes níveis de desaceleração. Nessa perspectiva, uma avaliação para melhor explorar o uso de casca de arroz e cinzas de casca de arroz em MF pode auxiliar os fabricantes no desenvolvimento de novas formulações de materiais de fricção.

## **2. OBJETIVOS**

### **2.1 Objetivo geral**

O presente trabalho tem como objetivo avaliar e explorar o uso de casca de arroz e cinzas de casca de arroz em materiais de fricção de freio automotivo em operações de frenagem com diferentes parâmetros, reproduzindo as condições operacionais reais existentes em um veículo leve do mercado brasileiro.

### **2.2 Objetivos específicos**

- Avaliar o coeficiente de atrito dos materiais frente a variações de pressão de contato, velocidade e temperatura;
- Análise do desgaste dos materiais após as frenagens;
- Análise da dinâmica de terceiro corpo, em termos de platôs de contato na superfície dos materiais de fricção e formação de tribofilme no disco;

### 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 Sistemas de freio automotivo

O sistema de freio é uma parte crítica de qualquer veículo automotivo, sendo encarregado de garantir a segurança do condutor e passageiros, bem como de outros usuários da estrada. Ele é responsável por reduzir a velocidade do carro ou pará-lo completamente de forma confiável sob várias condições (Bijwe, 1997), convertendo a energia cinética em energia térmica (calor) por meio do atrito entre os componentes do sistema. Os sistemas de freio trabalham com pares tribológicos que consistem de materiais de fricção, lonas ou pastilhas, e rotores, discos ou tambores (Barros, 2018; Limpert 1999). Durante a frenagem, o material de fricção é pressionado contra o rotor, onde a energia cinética do veículo é convertida em calor na interface de deslizamento do par de atrito. Esta energia térmica é dissipada por condução principalmente através do rotor e convecção e radiação para o ambiente. Existem dois tipos principais de sistemas de freio automotivo: a disco e a tambor. Para freios a disco, a faixa de temperatura geralmente varia entre 100-350 °C, mas pode facilmente chegar em 550 °C, enquanto que os freios a tambor são mais frios e raramente ultrapassam 300 °C (Bijwe, 1997).

Os freios a tambor foram o primeiro tipo de freio utilizado em carros. Eles consistem em um tambor que gira junto com a roda e é acionado pelo cilindro de freio, que fica dentro do tambor. Quando o motorista pressiona o pedal do freio, o cilindro de freio empurra as sapatas dentro do tambor, criando força de atrito entre o material de fricção (lona) e o tambor, resultando na desaceleração da roda. A Figura 3.1 apresenta uma representação esquemática desse tipo de freio. Os freios a tambor são mais simples e menos caros de fabricar do que os freios a disco, sendo frequentemente utilizados em carros mais antigos ou mais baratos. Um ponto fraco desse tipo de sistema é a ocorrência do fenômeno chamado de “*fade mecânico*”, que consiste na dilatação do tambor com o aumento da temperatura que promove o afastamento da lona de freio, resultando em uma perda de capacidade de frenagem (Birch, 1998).

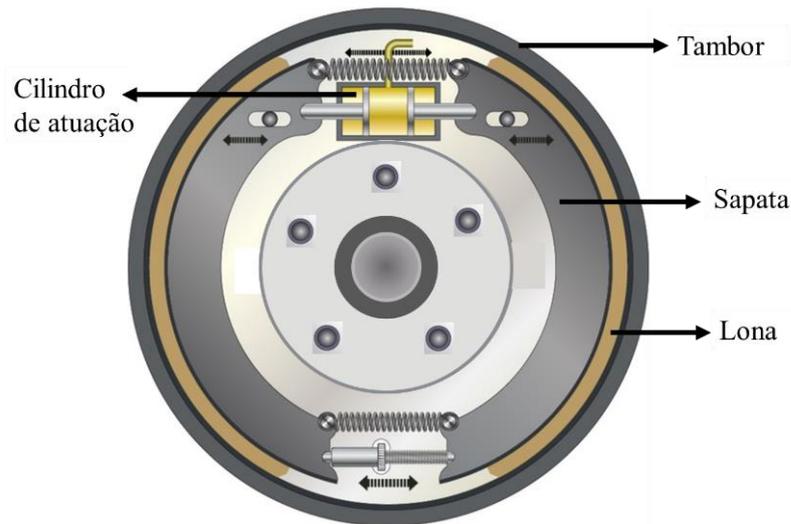


Figura 3.1 – Representação esquemático de um freio a tambor. Adaptado de Shutterstock, 2023.

Os freios a disco, por outro lado, são um sistema mais moderno e mais eficiente de freio. Eles consistem em um disco de ferro fundido que gira junto ao eixo da roda. Quando o motorista pressiona o pedal do freio, o cilindro mestre transmite força para um conjunto de pinças (caliper e pistão) que pressionam o material de fricção (pastilhas de freio) contra o disco, criando força de atrito e desacelerando a roda. Na Figura 3.2 é ilustrado o sistema de freio a disco. Devido à configuração desse sistema, não existe o fenômeno de *fade* mecânico. Além disso, os freios a disco têm a vantagem de serem mais precisos e responsivos, permitindo um melhor controle da desaceleração do veículo. Isso é particularmente importante em situações em que a frenagem precisa ser ajustada com precisão, como em curvas ou em manobras evasivas. Os freios a disco também são mais fáceis de inspecionar e de fazer manutenção, já que os discos e as pastilhas podem ser facilmente acessados e substituídos quando necessário (Halderman e Mitchell, 2004).

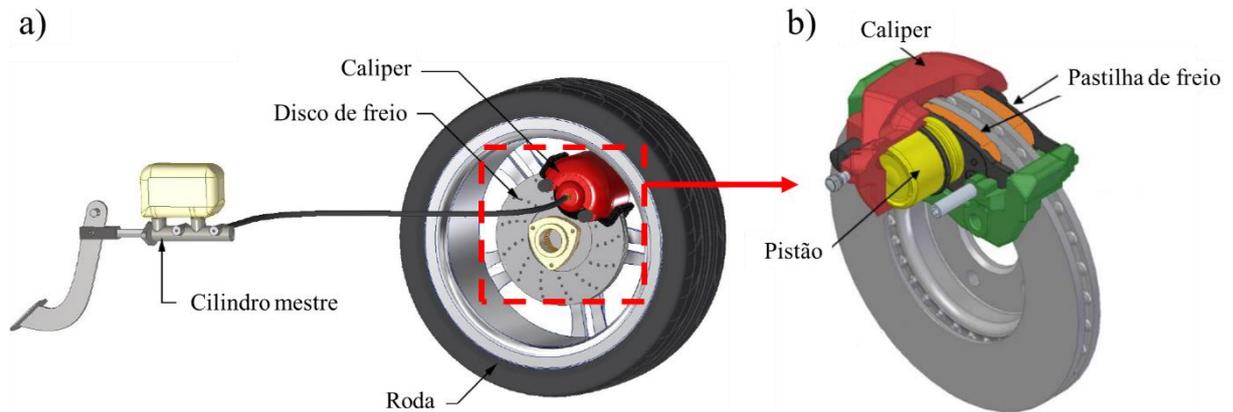


Figura 3.2 – Representação simplificada de um sistema de freio a disco: (a) montagem na roda e (b) montagem do disco e pastilha de freio em detalhe. Adaptado de Wahlström et al., 2017.

### 3.2 Materiais de fricção

Devido à importância de uma operação de frenagem em um veículo, o material de fricção do sistema de freio deve atender certos requisitos de desempenho, confiabilidade e conforto. Os principais requisitos são: apresentar coeficiente de atrito estável e alto o suficiente em diferentes condições, baixa taxa de desgaste e baixo nível de ruído e vibrações (Neis et al., 2016; Blau, 2001; Eriksson et al., 2002). Uma das principais características que os fabricantes buscam nos MF é uma boa resistência ao fenômeno de *fade* de material. Esse fenômeno é caracterizado por uma queda no coeficiente de atrito e, conseqüentemente, redução da capacidade de frenagem do veículo com o aumento da temperatura (Kchaou et al., 2019). O *fade* está associado na maioria das vezes à degradação térmica da resina fenólica, que ocorre em torno de 300 °C, já que é um ingrediente presente na vasta maioria dos MF (Singaravelu et al., 2019).

Materiais de fricção são compósitos multifásicos complexos, sendo geralmente uma combinação de mais de 10 elementos (Lu, 2006; Aranganathan e Bijwe, 2016), podendo alcançar até 30 elementos diferentes em uma única formulação (Lee e Filip, 2013). Conforme Bijwe, 1997, esses elementos podem ser classificados em 4 categorias:

- Fibras de reforço: são responsáveis pela resistência mecânica do compósito, além de influenciarem nas propriedades térmicas e no atrito; podem ser de origem metálica (aço), mineral (rocha, vidro) ou vegetal (celulose).
- Aglutinantes: têm a finalidade de unir os demais elementos que compõe a matriz; a resina fenólica, que é um polímero termofixo, é amplamente utilizada por apresentar boa estabilidade térmica e elevada temperatura de degradação.
- Modificadores de atrito: podem ser tanto atritantes (que aumentam o coeficiente de atrito), como lubrificantes (diminuem e estabilizam o coeficiente de atrito); alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) e grafite são exemplos de modificadores amplamente utilizados como abrasivo e lubrificante, respectivamente. Outros tipos de óxidos duros, como a sílica ( $\text{SiO}_2$ ), também são comumente utilizados como abrasivos.
- Preenchimento (carga): Oferece suporte à capacidade de fabricação e redução de custos sem alterar significativamente o comportamento tribológico. A barita ( $\text{BaSO}_4$ ) e o carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) são exemplos de ingredientes de preenchimento.

Existem basicamente três tipos de formulações de materiais de fricção: semimetálicos (SM), *Low-met* (LM) e *non asbestos organic* (NAO). Todos possuem matrizes poliméricas e, portanto, são considerados orgânicos (Yun et al., 2010). O termo NAO refere-se a MF sem amianto e sem fibras de metais ferrosos, são predominantemente orgânicos e contêm fibras minerais, borracha, grafite, etc. Por outro lado, os materiais SM usam principalmente fibras metálicas ferrosas, enquanto os materiais LM têm uma composição intermediária de fibras ferrosas e fibras não ferrosas. Geralmente o percentual de fibras ferrosas nos materiais SM é superior a 40% em peso da composição total, enquanto que os materiais que são LM possuem o percentual de fibras ferrosas inferior a 40% (Halderman e Mitchell, 2004).

### 3.2.1 Platôs de contato

Os materiais de fricção apresentam estruturas características na sua superfície após o contato com o rotor. Essas estruturas são denominadas de platôs de contato, que representam a porção da área do material que está efetivamente em contato com o rotor (área real de contato). Os platôs de contato podem ser classificados de duas maneiras, conforme Eriksson, 2000: (i) como platôs primários, que são partículas mais duras e resistentes (como por exemplo fibras de

aço), se localizando no ponto mais elevado da superfície do material de fricção; (ii) platôs secundários, que são originados pelo acúmulo e compactação dos detritos de desgaste, sendo geralmente formados e ancorados ao redor dos platôs primários. Conforme Eriksson e Jacobson, 2000 e Eriksson et al., 2001, o restante da superfície do material de fricção, ou seja, a porção de área da superfície que não está em contato com o rotor, é chamada de *lowland*. Essa região é caracterizada por ser irregular e rugosa, sendo composta principalmente pelos ingredientes que atuam como modificadores de atrito, preenchimento e aglutinante, que são os ingredientes menos resistentes ao desgaste do material. As *lowlands* são mecanicamente frágeis e são desgastadas principalmente pela abrasão de três corpos, onde as suas partículas desgastadas contribuem para a formação dos platôs de contato secundários (Neis et al., 2017). A Figura 3.3 apresenta uma ilustração típica dessas estruturas.

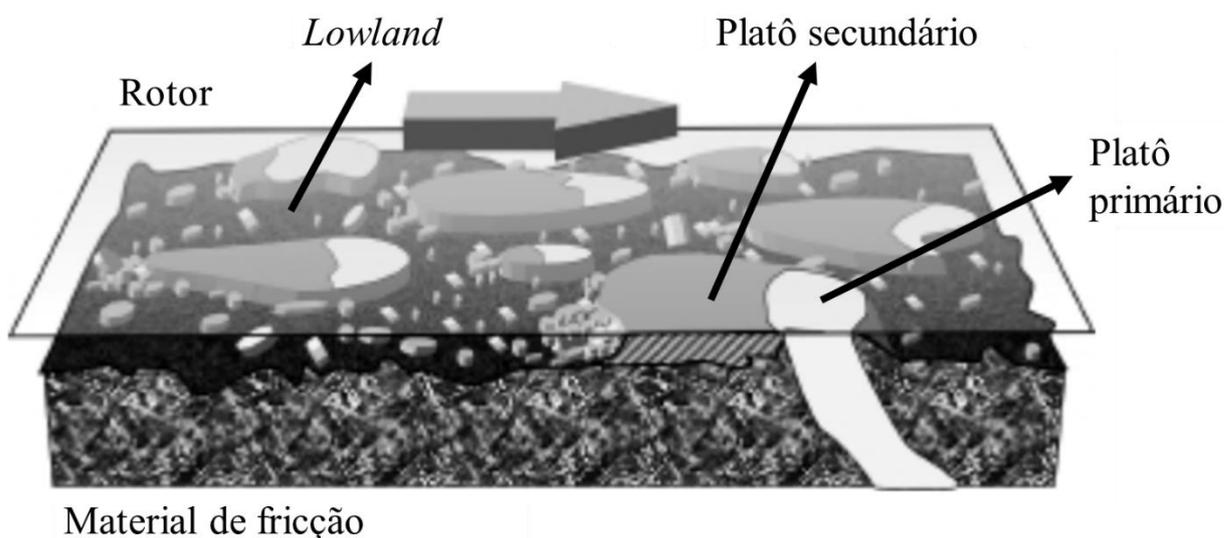


Figura 3.3 – Ilustração dos platôs de contato formados na superfície de um material de fricção. Adaptado de Eriksson, 2000.

O estudo de Neis et al., 2017 aprofundou ainda mais a classificação das estruturas presentes na superfície dos materiais de fricção. Nas suas análises de materiais de fricção do tipo LM e NAO, os autores identificaram platôs secundários que não estavam sendo ancorados por platôs primários e os denominaram de platôs secundários tipo II. Na Figura 3.4 é apresentado uma microscopia onde é possível identificar o tradicional platô secundário, chamado de tipo I, onde ele é ancorado por um platô primário, e o platô secundário do tipo II, formado sem a necessidade do platô primário.

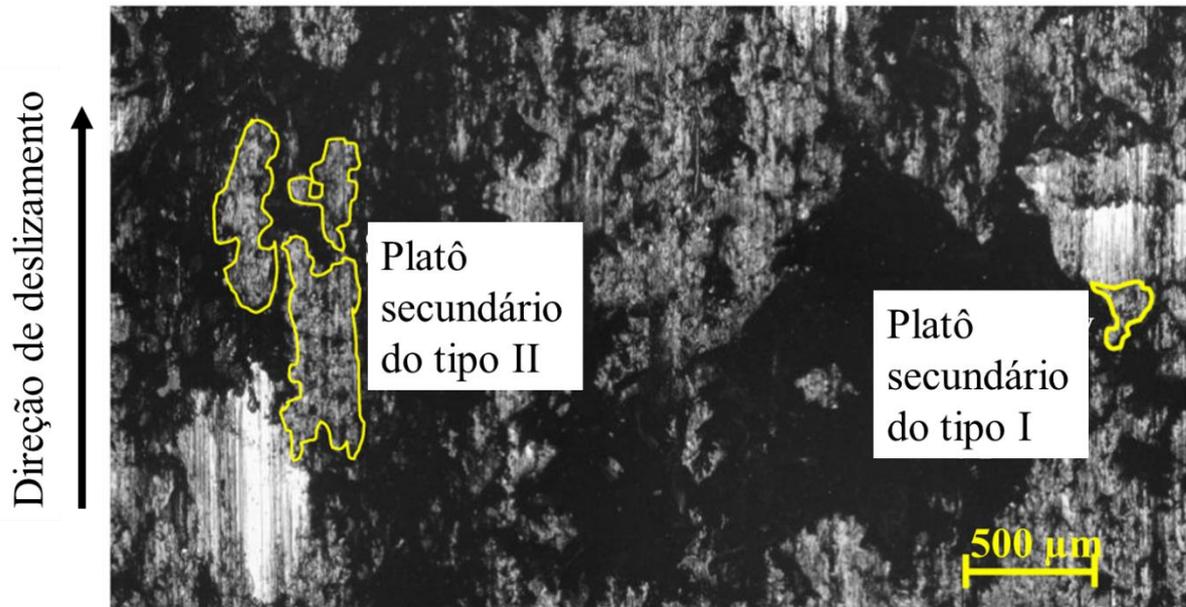


Figura 3.4 – Microscopia da superfície de um material de fricção do tipo NAO identificando os platôs secundários do tipo I e II. Adaptado de Neis et al., 2017.

Os platôs de contato possuem grande influência do desempenho tribológico do material de fricção, onde fatores como o seu tamanho, quantidade e composição têm um impacto significativo no comportamento (Neis et al., 2017; Eriksson et al., 2002; Kolluri et al., 2009). Um dos motivos, de acordo com Eriksson, 2000, é que a força real de atrito é transferida por meio da área de contato real, que é limitada pelos platôs de contato. De acordo com Ostermeyer e Wilkening, 2013, um platô de contato pode ser destruído quando seu tamanho se torna muito grande ou pelo mecanismo de abrasão de terceiro corpo causado pelos detritos de desgaste livres na interface. Ostermeyer, 2003 relatou em seus estudos que o crescimento e a destruição dos platôs de contato é um processo contínuo e dinâmico que ocorre durante a frenagem.

Masotti et al., 2015 relataram que para materiais de fricção do tipo LM um aumento na área de platôs de contato acarretou em uma maior propensão ao ruído de baixa frequência, analisada em função do fenômeno de *stick-slip*. Outros estudos também identificaram que os platôs possuem influência sobre o desgaste e estabilidade do coeficiente de atrito (Barros et al., 2016). O aumento da força de aplicação no material de fricção resulta em uma maior formação de platôs de contato (Yoon et al., 2012; Barros et al., 2016). Porém, conforme é relatado nos estudos de Barros, 2022, existe um valor de pressão de contato limite, que caso seja ultrapassado

acarreta na destruição dos platôs de contato e em uma instabilidade do coeficiente de atrito e do tribofilme no rotor, aumentando o desgaste.

### 3.2.2 Tribofilme

O terceiro corpo existente no contato tribológico entre material de fricção e rotor formam um filme tribológico na superfície do rotor. Esse filme, também chamado de tribofilme, é basicamente formado por óxidos de ferro e pelos demais elementos presentes na formulação do material de fricção (Barros, 2022). Com a ação combinada da pressão e temperatura, esses elementos são comprimidos e aderem no rotor (Jang et al., 2004). A Figura 3.5 ilustra a diferença entre um disco de freio usado, onde há a formação de tribofilme, e um disco de freio novo, onde não há.

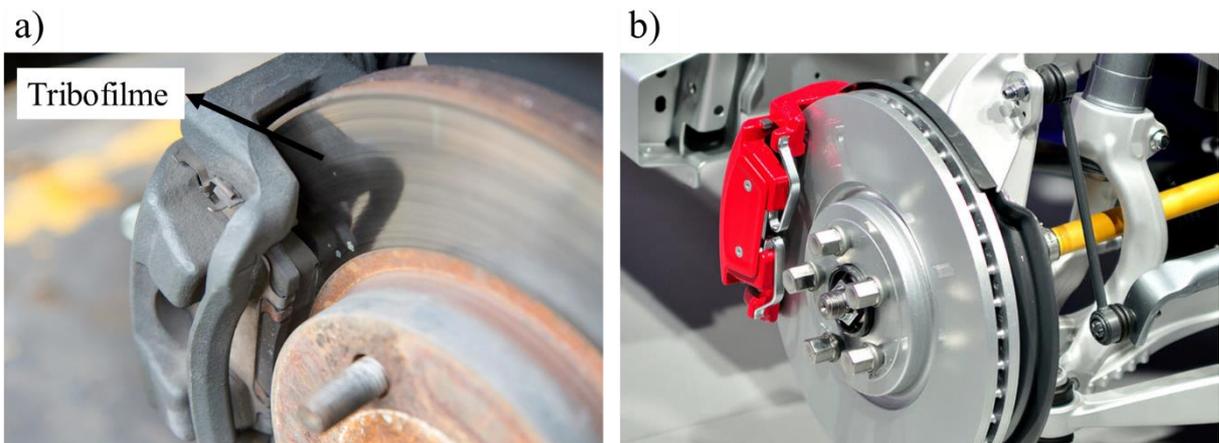


Figura 3.5 – Imagens de disco de freio: (a) disco usado, com deposição de tribofilme na superfície e (b) disco novo, com a superfície limpa. Adaptado de Canal da peça, 2023.

Por inibir o contato direto entre o material de fricção (pastilha ou lona de freio) e o rotor (disco ou tambor de freio), o tribofilme ajuda a preservar a integridade deste último, conforme é relatado na literatura (Eriksson, 2000; Jang et al., 2004). Outra característica associada ao tribofilme é a melhora na estabilidade do coeficiente de atrito (Eriksson e Jacobson, 2000), bem como a diminuição do ruído e da vibração (Österle e Urban, 2006). Também é relatado na literatura que a resistência ao desgaste de um material de fricção está associada à sua capacidade de formar e manter um tribofilme homogêneo na superfície da contraparte, reduzindo a ação abrasiva do contato direto com o rotor (Lee e Filip, 2013). A importância do tribofilme também

foi relatada nos estudos sobre a mudança no regime de desgaste em materiais de fricção de Barros et al., 2021. Os autores identificaram que altas pressões de contato e elevadas velocidades de deslizamento tiveram forte impacto na remoção do tribofilme da superfície do disco. Isso por sua vez acarretou na destruição dos platôs de contato, no aumento do atrito e, consequentemente, aumento no desgaste do material de fricção, resultando em um regime de desgaste severo. A Figura 3.6 exibe uma representação esquemática da mudança de regime de desgaste em função da mudança na pressão de contato. Além disso, os autores fizeram uma correlação entre quantidade de tribofilme, desgaste do material de fricção e a mudança dos parâmetros de ensaio (pressão e velocidade). A partir dos resultados, foi possível constatar que o desgaste não aumenta com o aumento da intensidade dos parâmetros de ensaio quando há uma grande quantidade de tribofilme formado na superfície do disco.

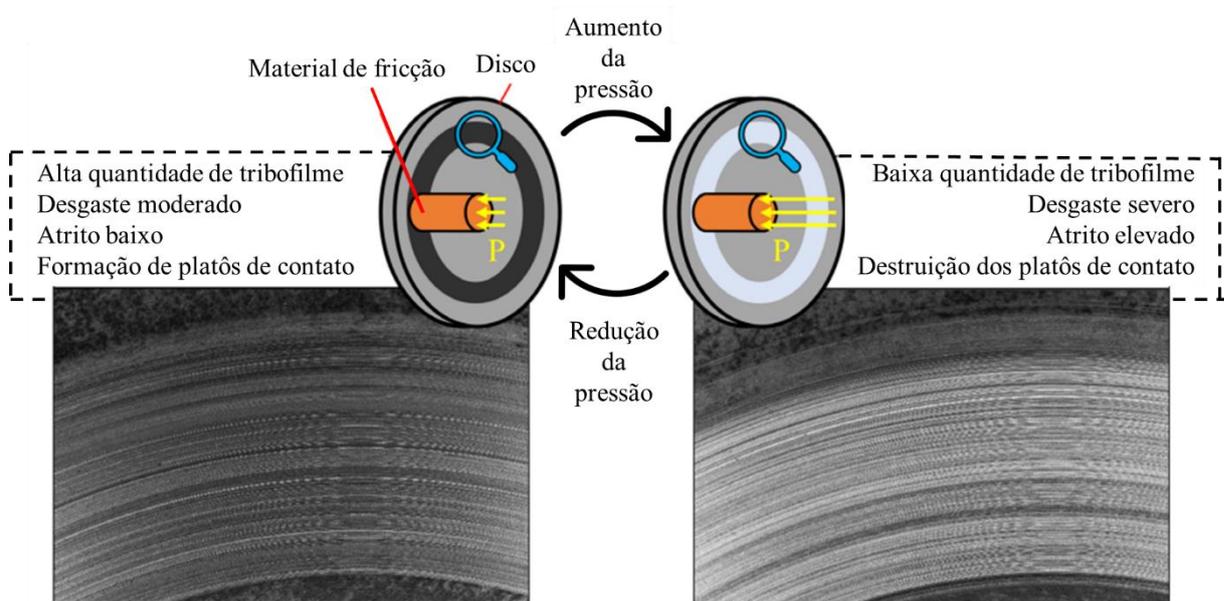


Figura 3.6 – Representação esquemática da mudança de regime de desgaste em materiais de fricção com imagens da superfície do disco mostrando o tribofilme. Adaptado de Barros et al., 2021.

### 3.3 Meio ambiente e saúde humana

Nos últimos anos, o uso de materiais sintéticos ou metálicos tornou-se uma questão de grande preocupação no setor de freios devido ao aumento das preocupações com o meio ambiente e a saúde humana (Chaudhary e Ahmad, 2020). Como resultado, ingredientes nocivos

(ou tóxicos) usados anteriormente em materiais de fricção de freio, como amianto e cobre, estão sendo substituídos por ingredientes não nocivos (Amirjan, 2019; Mahale et al., 2019). Atualmente, o uso do amianto é proibido em mais de 60 países devido à sua natureza carcinogênica (Singaravelu et al., 2019). O uso de cobre em MF foi reduzido e está prestes a ser banido em 2025 nos Estados Unidos devido ao seu efeito nocivo à vida aquática (Lee e Filip, 2013; Mahale et al., 2019). Como resultado, surgiu o interesse em materiais vegetais e em alguns tipos de resíduos industriais (ou agroindustriais) como alternativas para ingredientes nocivos comumente adicionados aos MF. Os ingredientes vegetais/naturais consistem principalmente em fibras lignocelulósicas e podem oferecer inúmeras vantagens em relação aos materiais sintéticos ou metálicos, pois não são tóxicos e apresentam propriedades mecânicas adequadas, além de baixa densidade e custo (Liu et al., 2019). Por outro lado, os ingredientes que são resíduos industriais geralmente são subprodutos em pó, que podem poluir o meio ambiente se não forem descartados adequadamente (Reghunadhan, 2020). Na sua maioria são compostos por óxidos e silicatos, que são ingredientes já utilizados na fabricação de MF. Dessa forma, a implementação de resíduos industriais em formulações de materiais de fricção proporciona uma nova destinação. Alguns exemplos são as cinzas voláteis residuais da combustão do carvão (Choosri et al., 2019), o pó de cimento (Singh, 2021) e a borracha de pneu (Singh et al., 2018).

As partículas liberadas pelos materiais de fricção desempenham um papel significativo na qualidade do ar e no impacto ambiental. Elas podem ser divididas em detritos que caem, podendo ir para o solo ou ficar na interface de contato como terceiro corpo, e material particulado (MP), que são partículas muito pequenas que ficam em suspensão no ar (Kukutschová et al., 2010; Garg et al., 2000). O material particulado emitido pelos freios pode ser definido como o resultado de detritos de desgaste liberados com diâmetro aerodinâmico inferior a 10  $\mu\text{m}$  pelo sistema tribológico. Alguns estudos propuseram que entre 35% e 55% do desgaste total do sistema de freio se transforma em partículas transportadas pelo ar (Menapace et al., 2020; Harrison et al., 2012). Já Garg et al., 2000 estimaram que quase 35% da perda de massa da pastilha de freio é emitida como material particulado.

A exposição às emissões de material particulado está associada a várias doenças humanas e à mortalidade precoce. Como as emissões dos sistemas de freios são relativamente pequenas e podem conter materiais nocivos, bastante atenção foi recebida nos últimos anos devido às preocupações com a saúde humana. Quanto menor a partícula, mais profundamente

ela pode penetrar no corpo humano, o que está relacionado à sua capacidade de atravessar as barreiras de defesa (Samet et al., 2000; Pope III et al., 2002). Conforme apresentado na Figura 3.7, material particulado com tamanho igual ou inferior à  $10\ \mu\text{m}$  quando inalado pode entrar no nariz, faringe e laringe, causando irritações. Já o MP com diâmetro aerodinâmico inferior a  $2,5\ \mu\text{m}$  pode chegar no sistema respiratório inferior (traqueia, pulmão e brônquios principais), causando reações inflamatórias. As partículas ultrafinas, que são menores que  $0,1\ \mu\text{m}$ , possuem capacidade de penetração maior e podem entrar na corrente sanguínea e causar reações de oxidação, estresse fisiológico e até mesmo danos ao DNA. Além disso, enquanto estão no sistema circulatório, essas partículas têm a capacidade de passar por vários sistemas fisiológicos, incluindo o sistema neurológico e até mesmo a placenta (Helland et al., 2007; Gasser et al., 2009).

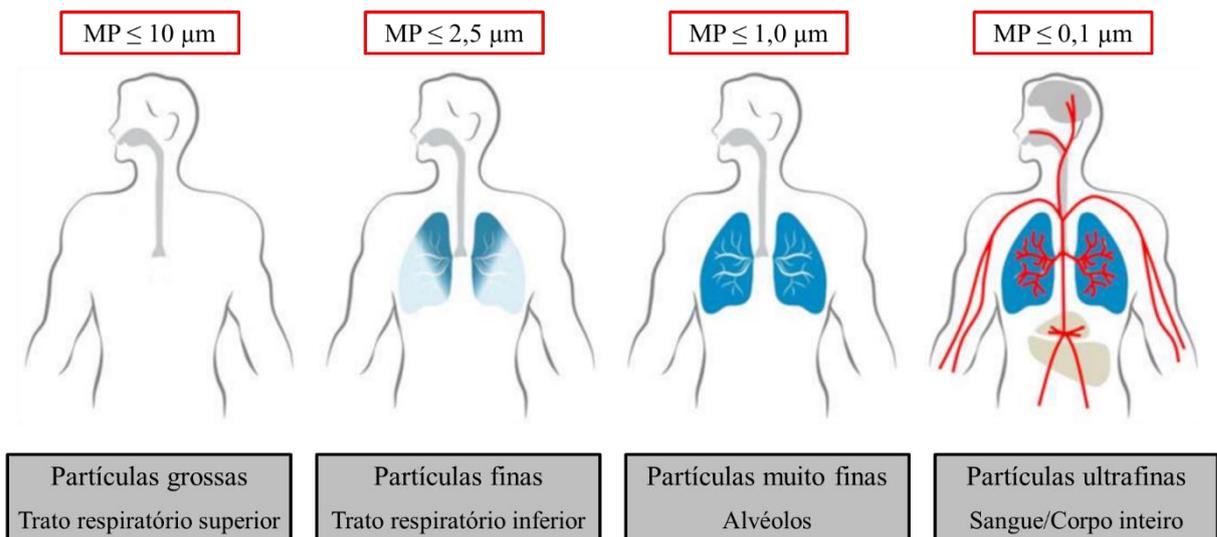


Figura 3.7 – Ilustração para exemplificar a penetração no corpo humano do material particulado (MP) de diferentes tamanhos. Adaptado de Vincent, 2019.

O sistema de freio a disco libera, em média, 60% das partículas com diâmetro igual ou inferior à  $2,5\ \mu\text{m}$  (Nogueira, 2022). Associado a isso, muitas vezes as formulações de materiais de fricção possuem ingredientes metálicos que podem apresentar riscos à saúde humana, como cobre, níquel e cromo (Oberdörster et al., 2005). O conteúdo metálico presente no material particulado emitido por freios já foi conectado a resultados negativos no ser humano, como efeitos pró-trombóticos, aumento do ritmo cardíaco e ativação de respostas pró-inflamatórias

(Riediker et al., 2004). Dessa forma, deve-se prestar atenção tanto ao tamanho das emissões de um material de fricção, como aos ingredientes presentes na sua formulação.

O óxido de silício ( $\text{SiO}_2$ ), conhecido como sílica, é um ingrediente comumente encontrado nas formulações de materiais de fricção, atuando como um abrasivo. A sílica possui diversas outras aplicações como por exemplo na construção civil, indústria de fundição, fabricação de vidros e como adsorvente. Dessa forma, atualmente existe um grande número de trabalhadores e indústrias ligados a mineração e extração da sílica, já que é um dos óxidos mais abundantes na terra. A cadeia de trabalho da sílica inclui a exposição à sílica cristalina respirável, que pode resultar em silicose, fibrose e câncer de pulmão, entre outras doenças pulmonares (Xu et al., 2022; Hoy e Chambers, 2020). Embora a silicose seja uma doença completamente evitável, infelizmente, trabalhadores em todo o mundo continuam a ser afetados e experimentam doenças progressivas ou até fatais. Além disso, quando inalada repetidamente e de forma regular, a sílica cristalina é considerada um agente carcinogênico e é listada pela Agência Internacional de Pesquisa em Câncer como pertencente ao grupo mais perigoso de agentes carcinogênicos (Straif et al., 2009).

### **3.4 Casca de arroz**

O arroz é uma das matérias-primas agrícolas cultivadas com mais frequência no mundo, sendo a casca de arroz um subproduto comumente acessível (Fapohunda et al., 2017). O Brasil é o maior produtor de arroz fora do continente asiático, com produção principalmente no estado do Rio Grande do Sul, que responde por 70,4% da produção de arroz do país (Mapa, 2019). Na Figura 3.8 é apresentada uma ilustração do grão de arroz e os seus constituintes. A casca é o subproduto mais importante do processamento do arroz, sendo retirada durante o processo de moagem, e representa cerca de 22% dos arrozais. Essa casca é de difícil descarte e pode ser vista como matéria-prima barata e de baixo valor nutritivo (Fernandes et al., 2015). A sua composição varia conforme a variedade plantada, condições de clima e solo e localização geográfica. Seus principais componentes orgânicos são celulose ( $\approx 43,5\%$ ), hemicelulose ( $\approx 22\%$ ) e lignina ( $\approx 17\%$ ).

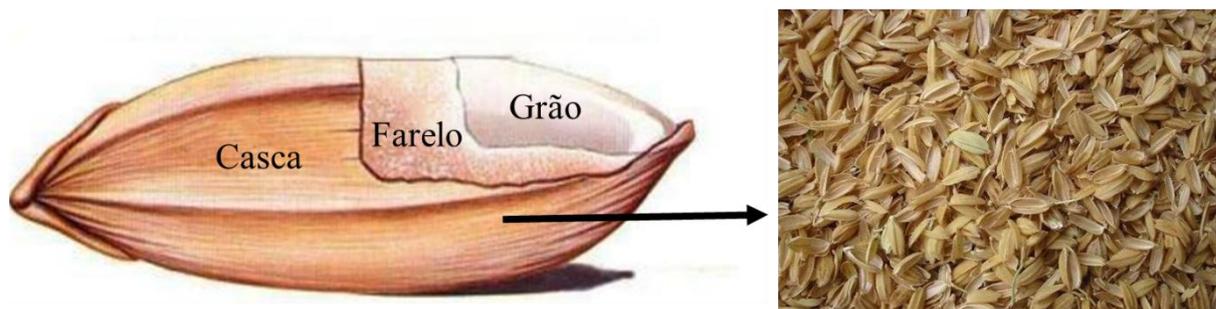


Figura 3.8 – Ilustração dos constituintes do arroz. Adaptado de Terra de arroz, 2023.

Quando submetida à alta temperatura com circulação de ar, a casca de arroz é reduzida às cinzas. A quantidade de cinzas formada por uma substância/ingrediente é chamada de teor de cinzas. A casca de arroz apresenta um teor de cinzas elevado, em torno de 15-25% do peso inicial. A Tabela 3.1 apresentado os resultados encontrados por Fernandes et al., 2015 em suas análises de casca de arroz de diferentes regiões do sul do Brasil. As cinzas de casca de arroz são compostas principalmente por óxido de silício ( $\text{SiO}_2$ ), a sílica, exibindo uma concentração de sílica em média de 80-95% do peso total das cinzas (Fernandes et al., 2015). Na Tabela 3.2 são apresentados os resultados de diferentes autores com relação à quantidade de sílica presente nas cinzas de casca de arroz. De acordo com Omatola e Onojah, 2009, as cinzas de casca de arroz exibem uma porosidade significativa e possuem estrutura amorfa, não apresentando os mesmos riscos à saúde humana que a sílica cristalina. Para que haja a formação de sílica cristalina as cinzas de casca de arroz precisam ser submetidas a temperaturas de 800 a 900 °C (Sugita, 1993).

Tabela 3.1 – Teor de cinzas para cascas de arroz oriundas do sul do Brasil. Adaptado de Fernandes et al., 2015.

	Casca A	Casca B	Morais et al. (2006)	Vieira et al. (2013)
<b>Teor de cinzas [%]</b>	21,52	22,13	23,84	15,51

Tabela 3.2 – Teor de sílica de cinzas de casca de arroz, em percentual de peso, segundo vários autores. Adaptado de Pouey, 2006.

<b>Autores</b>	<b>Teor de sílica [%]</b>
Cook (1977)	93,0
Cincotto (1988)	94,7
Sallas (1986)	91,26
Guedert (1989)	93,11
Isaia (1995)	78,6
Farias (1990)	91,78
Fonseca (1999)	83,68
Della (2001)	72,1
Qingge (2005)	92,4
Pouey (2006)	85,1

A utilização como biomassa, ou seja, na produção de energia, é um dos usos mais significativos da casca de arroz, em razão do seu elevado poder calorífico. Em muitas regiões do mundo, especialmente naquelas em que as fontes alternativas de combustível são escassas ou caras, a casca de arroz é utilizada como combustível para caldeiras e usinas de energia. A utilização da casca de arroz como combustível pode diminuir a dependência de combustíveis fósseis e as emissões de gases de efeito estufa. Quando a casca de arroz é queimada nas caldeiras, são geradas as cinzas, que incluem quantidades significativas de sílica e outros minerais. A sílica pode ser facilmente obtida a partir da cinza da casca de arroz e utilizada na fabricação de diversos produtos, como cimento, concreto e cerâmica.

Dessa forma, a casca de arroz se apresenta como uma alternativa de fornecimento de sílica, reduzindo a cadeia de produção desse óxido e, conseqüentemente, a exposição dos trabalhadores à sílica respirável, reduzindo os riscos à saúde humana. A sílica originada das

cinzas de casca de arroz pode ser obtida diretamente das caldeiras de biomassa, sendo um resíduo (ou subproduto) desse setor, ou pode ser obtida pela simples queima controlada em forno mufla da casca de arroz. Tanto a casca de arroz como as cinzas de casca de arroz também geram interesse para o setor de desenvolvimento de materiais de fricção, onde é comum encontrar formulações com sílica. Assim, os fabricantes de MF podem utilizar a casca de arroz e/ou as cinzas de casca de arroz como um ingrediente modificar de atrito (abrasivo) em razão da sua elevada dureza, sendo uma alternativa para a sílica comercialmente utilizada.

### **3.5 Estudos recentes sobre materiais de fricção ecologicamente corretos**

Com o aumento das preocupações no setor de fabricação de materiais de fricção automotivos relacionadas ao impacto ambiental e à saúde humana, diversos autores têm estudado diferentes alternativas para ingredientes tradicionalmente utilizados nos MF. Atenção é dada para ingredientes que podem ser tóxicos ao meio ambiente ou ao ser humano na sua cadeia de produção, ou seja, prévio ao uso do material de fricção no veículo, ou na forma de detritos ou material particulado de desgaste do material. Uma das alternativas para reduzir o efeito nocivo dos MF é a implementação em sua formulação de ingredientes que são resíduos industriais ou subprodutos de outros tipos de processamento. Além do mais, esses resíduos geralmente são compostos por materiais que já são comumente utilizados como ingredientes de preenchimento ou modificadores de atrito em MF, podendo servir como uma fonte alternativa dos mesmos.

Um exemplo é o estudo de Jayashree et al., 2023, onde os autores avaliaram a implementação de três diferentes tipos de escória de alto-forno em materiais de fricção comerciais. O alto-forno é um reator químico utilizado na indústria metalúrgica para obter diferentes tipos de metais pela redução do minério de ferro, onde as escórias são subprodutos desses processos. Como esses processos são realizados em grande escala pelo mundo todo, há uma grande produção de escória. Dessa forma, o descarte da escória é um problema frequente, onde o despejo em aterros sanitários se apresenta como a solução mais aceita. Porém, além de ocupar uma porção considerável da terra, esse descarte pode contaminar os suprimentos de água ao infiltrar-se no lençol freático. Em razão disso, a reutilização desses resíduos de escória é de grande valor. A adição em MF é uma potencial aplicação, pois a escória é formada principalmente por ferro e óxidos de Ca, Mn, Mg, Al e Si, que são ingredientes duros com

propriedades abrasivas (Shen e Forrsberg, 2003). Jayashree et al., 2023 estudou três tipos de escória (A, B e C), cada uma sendo o subproduto da fabricação de um metal diferente e, conseqüentemente, diferenciando entre si na concentração de óxidos. Os testes de desgaste e de emissões com materiais de fricção contendo 6% de escória foram realizados em um tribômetro do tipo pino no disco equipado com uma câmara e espectrômetro óptico para análise das emissões de material particulado. O teste foi feito em temperatura ambiente, pressão de contato de 1 MPa e velocidade constante de 1,51 m/s. A Figura 3.9 exibe os resultados de coeficiente de atrito, concentração de material particulado, desgaste dos pinos de material de fricção e desgaste do disco, onde os autores utilizaram um material comercial (Com) como referência para a análise.

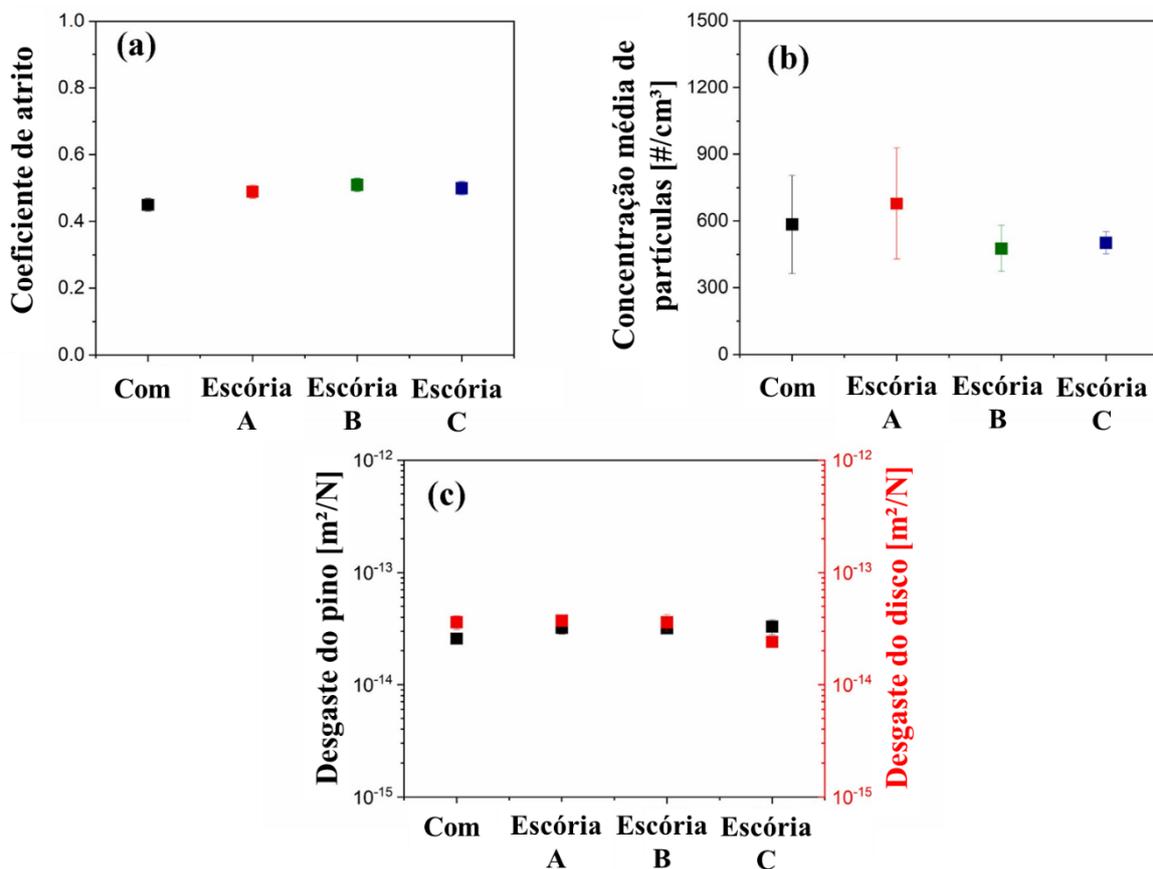


Figura 3.9 – Resultados dos testes tribológicos de MF com diferentes tipos de escória: (a) coeficiente de atrito, (b) emissões e (c) desgaste do pino e disco. Adaptado de Jayashree et al., 2023.

Independentemente do tipo de escória, as emissões de material particulado foram similares ou inferiores depois que os resíduos foram adicionados em comparação com a formulação virgem. Tanto o atrito como o desgaste foram semelhantes entre todos os materiais, sendo que o coeficiente de atrito médio para os MF com escória variou entre 0,49 e 0,51 em comparação com a média de 0,45 para a composição de referência (Com), indicando que não houve perda de desempenho tribológico ao adicionar as escórias. O aumento no atrito segue o esperado, já que a escória é formada por óxidos duros, resultando em uma maior ação abrasiva. Além disso, os autores avaliaram as superfícies desgastadas através de microscopia eletrônica de varredura e análise de elementos, relatando uma maior quantidade de platôs secundários nos materiais com escória na formulação.

Singh, 2023, estudou o pó de forno de cimento como um ingrediente de preenchimento em materiais de fricção. Cimento é um material de construção amplamente utilizado no mundo inteiro e a sua fabricação gera um subproduto em forma de pó que é coletado na parte inferior do filtro do forno. O pó de cimento, além de ser abundante, inclui níveis significativos de ingredientes atualmente utilizados nos MF, como dióxido de silício, óxido de cálcio e óxido de alumínio (Singh, 2021). O autor avaliou sete formulações com diferentes percentuais de pó de cimento e de barita ( $\text{BaSO}_4$ ), que é um ingrediente de preenchimento comum em MF. A formulação B50D0 possui 50% de barita e 0% de pó de cimento. Já a formulação B40D10 possui 40% de barita e 10% de pó de cimento, seguindo essa mesma lógica até a formulação B0D50, que apresenta 0% de barita e 50% de pó de cimento. Os testes tribológicos foram realizados em um dispositivo de teste de fricção do tipo Krauss, de acordo com o procedimento da Regulamentação 90 (R 90) da Comissão Econômica para a Europa (ECE), que exige uma série de testes de desempenho a frio e a quente. Na Figura 3.10 são exibidos os resultados de Fade-% (quanto menor, melhor), Recovery-% (quanto maior, melhor) e desgaste.

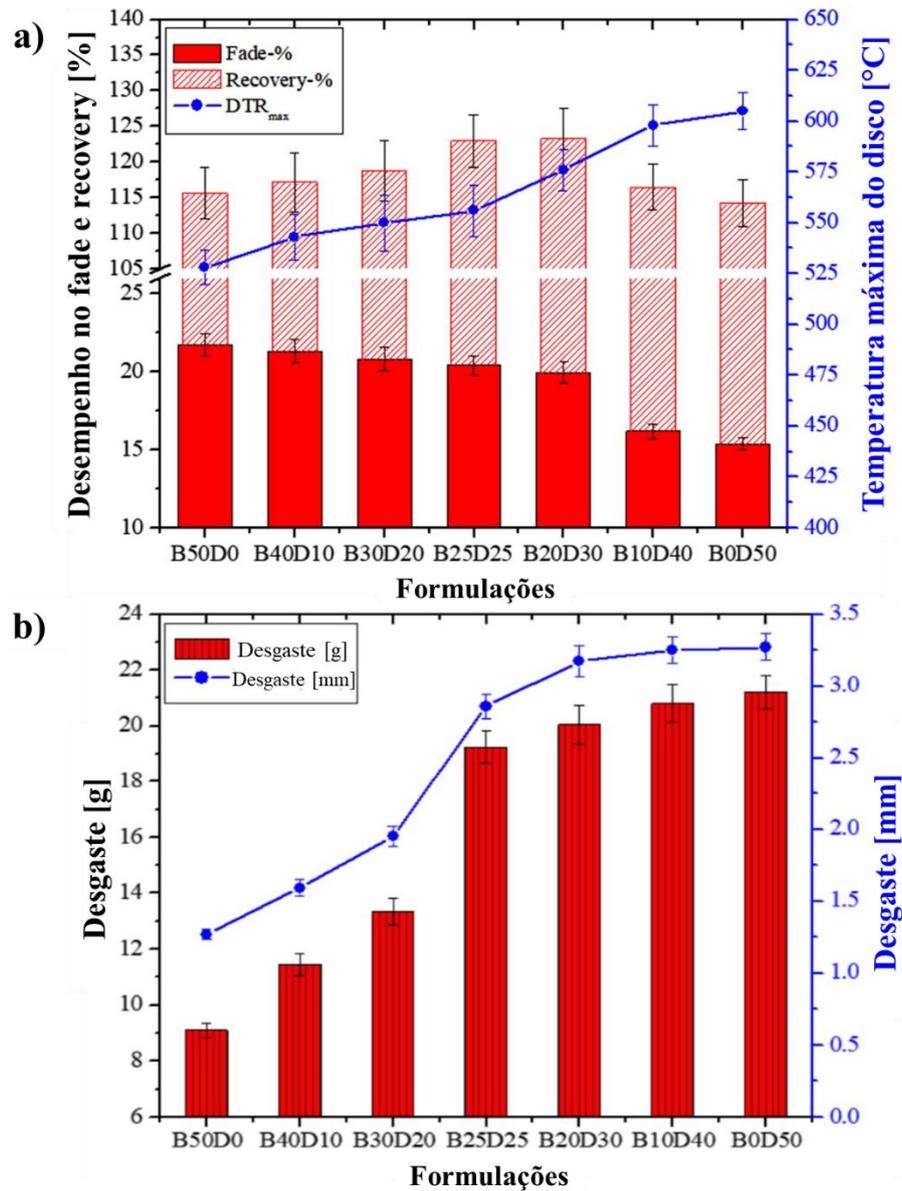


Figura 3.10 – Resultados para MF com diferentes percentuais de pó de cimento: (a) métricas de fade e recovery e (b) desgaste. Adaptado de Singh, 2023.

O aumento da quantidade de pó de cimento acarretou em uma melhor resistência ao fenômeno de *fade*, onde a formulação contendo apenas pó (B0D50) exibiu o menor valor de Fade-% (15,7 %). Com relação ao Recovery-% todas formulações exibiram valores similares e superiores à 100%, indicando um bom desempenho. Apesar disso, analisando o desgaste o autor identificou o efeito oposto. A adição do pó de cimento aumentou de forma significativa o desgaste dos MF, principalmente em quantidades superiores a 20%, prejudicando o seu desempenho tribológico. Isso foi associado à incapacidade das formulações com menor

quantidade de barita em formar platôs secundários. A Figura 3.11 mostra imagens de MEV da superfície desgastada das formulações sem pó (B50D0) e sem barita (B0D50), onde é possível ver que o material com barita forma grandes platôs de contato. Por sua vez, esses platôs são responsáveis por proteger a superfície do material e aumentar a resistência ao desgaste. Conforme é relatado em outros estudos, os platôs secundários são formados por grandes quantidades dos ingredientes de preenchimento, sendo a barita um desses na maioria dos casos (Nogueira et al., 2022). Dessa forma, no estudo de Singh, 2023, a redução do percentual de barita acarretou em um cenário menos propício para a formação de platôs de contato, que atuam de forma positiva no desempenho tribológico. Apesar disso, o pó de cimento ainda pode ser de grande valia para formulações de material de fricção, porém em quantidades menores a 20% e combinado com outros ingredientes de preenchimento.

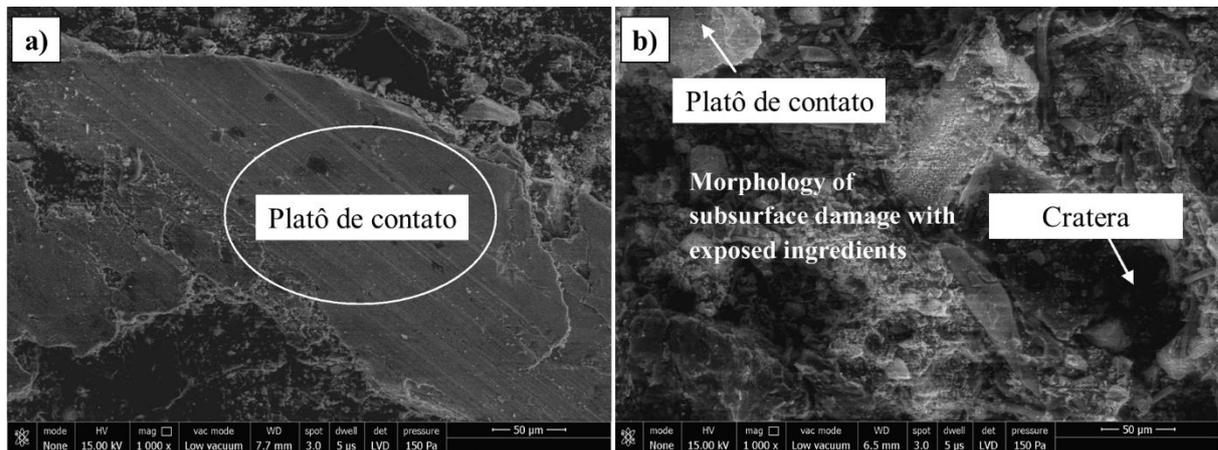


Figura 3.11 – Imagens de MEV das superfícies desgastadas das formulações: (a) apenas com barita e (b) apenas com pó de cimento. Adaptado de Singh, 2023.

Na literatura existem outros estudos de materiais de fricção que utilizam na sua formulação ingredientes que são resíduos industriais. Na Tabela 3.3 é apresentado um pequeno compilado de alguns desses estudos, apresentando qual o ingrediente analisado e os principais pontos positivos e negativos identificados pelos autores.

Tabela 3.3 – Resumo de demais estudos sobre o desempenho tribológico de materiais de fricção com ingredientes que são resíduos industriais.

<b>Autor</b>	<b>Ingrediente</b>	<b>Pontos positivos</b>	<b>Pontos negativos</b>
Öztürk e Mutlu, 2016	Cinzas de carvão	+ resistência ao fade	+ desgaste
Wang et al., 2016	Escória de alto-forno	- desgaste + atrito	- dureza
Binda et al., 2020	Pó de ardósia	+ atrito	+ desgaste
Ding et al., 2022	Filme residual de poliimida	+ resistência ao fade - desgaste	- dureza
Jayashree e Straffelini, 2022	Resíduo de anodização de alumínio	+ atrito + estabilidade do atrito	+ desgaste + emissões
Rajan et al., 2022	Escória de alto-forno	+ resistência ao fade + estabilidade do atrito	+ desgaste

Outra alternativa ecologicamente correta para substituir os ingredientes nocivos em MF são os materiais naturais, que consistem principalmente de fibras lignocelulósicas. As fibras naturais oferecem inúmeras vantagens em relação aos materiais sintéticos ou metálicos, pois não são tóxicos e apresentam propriedades mecânicas adequadas, além de baixa densidade e custo (Liu et al., 2019; Singh et al., 2020). Lee e Filip, 2013 estudaram materiais de freio automotivo sustentáveis contendo fibras de cânhamo em substituição às fibras sintéticas de Kevlar. Foram desenvolvidas três formulações, sendo do tipo NAO, que posteriormente foram submetidas ao procedimento SAE J2430 em um dinamômetro de freio em escala real do tipo inercial (Link Engineering modelo 2584). Esse procedimento inclui etapas de assentamento, eficácia, desempenho a quente e a frio e recuperação. A Figura 3.12 exibe o equipamento e as amostras utilizadas pelos autores.

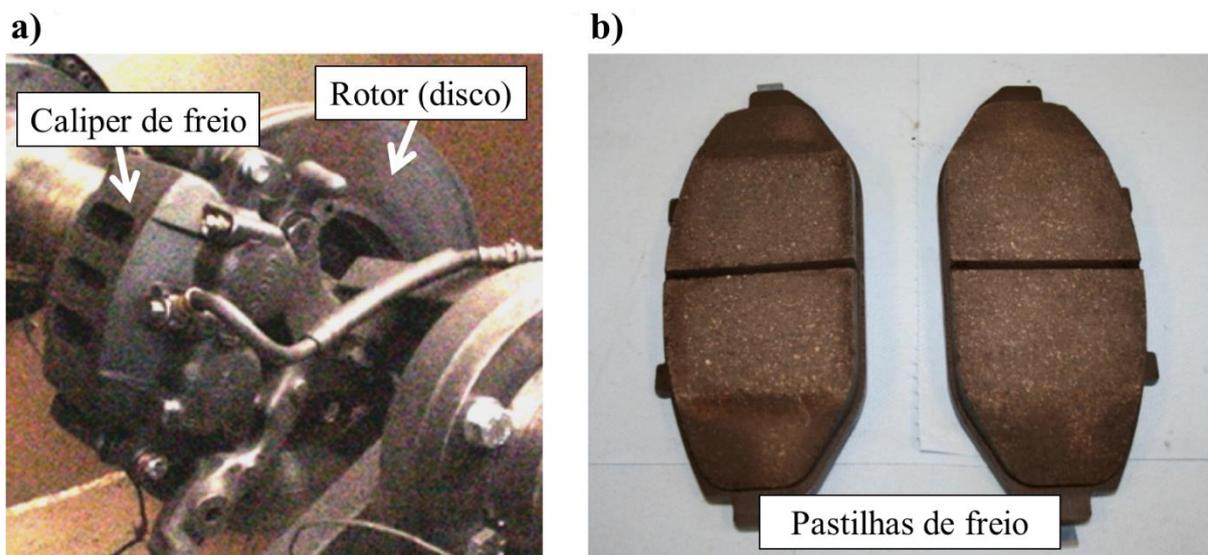


Figura 3.12 – Imagens (a) da montagem do teste no dinamômetro e (b) das pastilhas de freio usadas. Adaptado de Lee e Filip, 2013.

Os autores relatam que, quando comparado a um material de freio comercial contendo cobre e Kevlar, a adição de fibra de cânhamo levou a um aumento no módulo e estabilidade do coeficiente de atrito e a um desempenho similar em temperaturas elevadas. Por outro lado, as formulações com fibra natural apresentaram um maior desgaste e uma maior quantidade de emissões de material particulado. Após analisar as superfícies das pastilhas por meio de MEV, os autores associaram o maior desgaste à incapacidade das formulações com fibra natural em formar platôs de contato de qualidade. No material de referência, cuja composição contém cobre e Kevlar, foi identificado uma camada de platôs de contato completamente desenvolvida e estável, sendo composta principalmente de óxidos de ferro, diferentes formas de carbono e ingredientes que estavam inicialmente presentes na pastilha de freio. Dessa forma, a maior quantidade de platôs de contato na superfície reduz as forças adesivas na interface entre a pastilha de freio e o disco de ferro fundido, atuando como um lubrificante sólido e acarretando em um menor valor de atrito e desgaste. Apesar disso, os autores relataram que, com relação ao atrito, ambas as amostras com fibra de cânhamo foram aprovadas na avaliação de eficácia do procedimento SAE J2430.

Ma et al., 2019, avaliaram amostras de materiais de fricção reforçados com esterco de vaca (FCD) e fibras de caule de milho (FCS), comparando-as com uma amostra de referência sem essas fibras. A escolha do esterco de vaca se deu em razão do fato de ser um resíduo abundante e que apresenta grande quantidade de fibras de celulose (parcialmente digeridas),

resultante da dieta herbívora das vacas. O desempenho tribológico das amostras foi avaliado por meio de um instrumento de teste de atrito de velocidade constante (Modelo: JF150D-II, China) conforme a norma CNS GB/T5763-2008. Os autores verificaram que a adição de fibras naturais teve um efeito benéfico (em relação à amostra de referência – Ref) na razão de *fade* (quanto menor, melhor) e na resistência ao desgaste, conforme pode ser visto na Figura 3.13. Além disso, os materiais com esterco de vaca tiveram desempenho superior aos materiais com fibra de caule de milho em todos os aspectos.

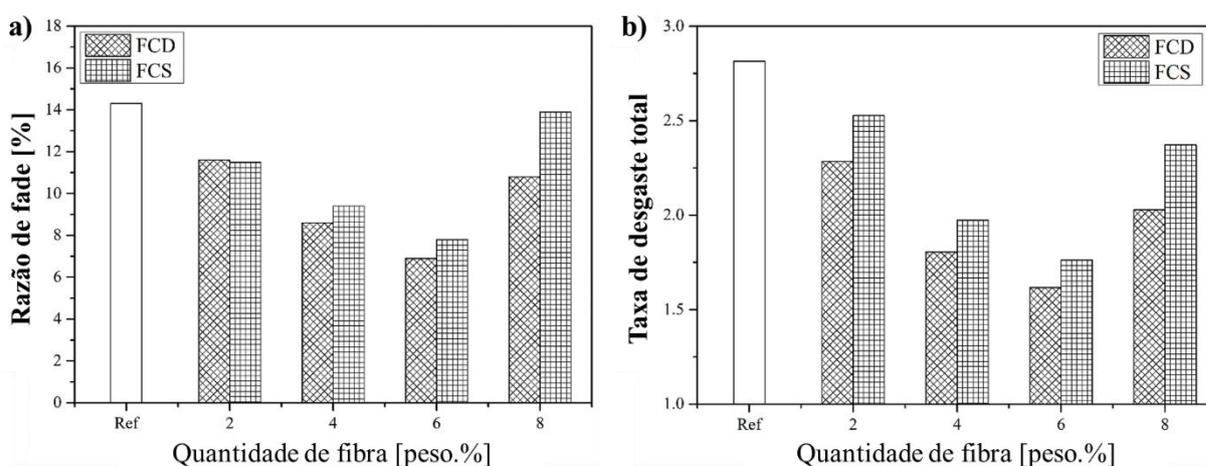


Figura 3.13 – Resultados das amostras com esterco de vaca ou caule de milho: (a) razão de *fade* e (b) taxa de desgaste total. Adaptado de Ma et al., 2019.

A melhora nos resultados com a adição de esterco de vaca foi justificada pela melhor adesão entre as fibras originadas do esterco e a matriz polimérica, em razão da sua estrutura apresentar uma maior quantidade de poros e nódulos em relação à fibra de caule de milho. Uma das dificuldades existentes na implementação de fibras naturais em materiais de fricção é a fraca adesão entre a resina fenólica (apolar) e as fibras (polar) (Omrani et al., 2016). Dessa forma, as fibras originadas de esterco de vaca apresentam uma melhora nesse aspecto com relação à sua estrutura. Contudo, a quantidade dessas fibras apresenta um valor ótimo, sendo em torno de 6% do peso total do material de fricção. Nas amostras com percentual de fibra natural de 8%, tanto de esterco como de caule de milho, houve uma redução na resistência ao *fade* e ao desgaste, o que foi associado pelos autores à fraca adesão da grande quantidade de fibras com a matriz polimérica. Como fibras naturais possuem uma baixa densidade em relação aos principais ingredientes de materiais de fricção, um percentual de 8% do peso total da

amostra significa um volume muito grande de fibras, prejudicando a adesão com a matriz. Isso está de acordo com o que foi observado pelos autores, onde houve uma queda progressiva na densidade das amostras com o aumento da quantidade de fibras naturais.

Yun et al., 2010, compararam MF com uma fibra natural de celulose comercialmente disponível (JMM da Interfibe) em relação a fibra de aramida e uma formulação comercial do tipo LM. As pastilhas de freio foram testadas utilizando o processo de avaliação de desempenho SAE J2430 em um dinamômetro de freio de inércia de extremidade única em escala real (Modelo 2584, Link Engineering, Troy, MI). A Figura 3.14 exibe uma representação do equipamento utilizado pelos autores.

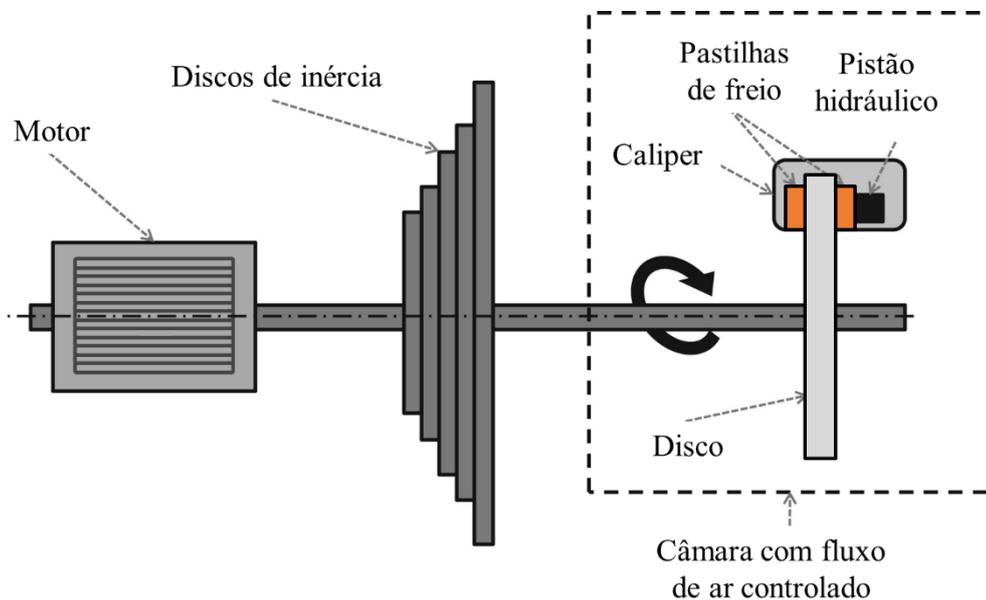


Figura 3.14 – Representação esquemática do dinamômetro inercial utilizado para avaliar MF com e sem fibra natural. Adaptado de Yun et al., 2010.

Os autores observaram que a adição de fibras naturais aumentou a resistência ao desgaste, associando essa melhora à redução de forças de adesão entre pastilha e disco, em razão da menor quantidade de fibras metálicas. Também foi verificado uma maior estabilidade do atrito em baixas temperaturas para todos os MF com fibra natural. Porém, com relação à resistência ao fenômeno de *fade* (desempenho em alta temperatura de até 300 °C), a adição de fibra natural foi prejudicial e levou os materiais a falharem no critério de avaliação. Quanto maior o percentual de fibra natural, maior a queda no atrito. Em razão disso, os autores avaliaram uma formulação com fibra natural e uma maior quantidade de alumina ( $Al_2O_3$ ), um

abrasivo resistente à temperatura. Essa formulação apresentou uma boa resistência ao desgaste (mantendo essa característica apresentada pelos demais MF com fibra natural) e uma melhor resistência ao *fade*, passando em todos os critérios de avaliação do coeficiente de atrito utilizado pelos autores.

Existe uma grande biodiversidade de plantas no mundo, o que cria uma vasta gama de fibras naturais para serem estudadas. Assim, existem muitos relatos na literatura sobre a adição de fibras naturais em materiais de fricção. Na Tabela 3.4 são apresentados alguns desses estudos e as principais contribuições dos trabalhos.

Tabela 3.4 - Lista de estudos sobre avaliações de materiais de fricção com fibras naturais.

<b>Autor</b>	<b>Ingrediente</b>	<b>Pontos positivos</b>	<b>Pontos negativos</b>	<b>Temperatura máxima do teste [°C]</b>
Kumar et al., 2022	Folha de Pinus roxburghii	+ compressibilidade + recuperação	+ desgaste + fade	350
Singh et al., 2020	Folha de abacaxi	Desempenho bom em pequenas quantidades	+ desgaste + fade	350
Wu et al., 2021	Agave americana	- desgaste	+ fade em quantidades superiores a 5%	350
Matejka et al., 2013	Juta	- desgaste	+ fade	350
Xin et al., 2004	Sisal	Desgaste similar às referências	+ fade	350
Ali et al., 2022	Coco	Desgaste similar às referências	+ fade	317
Kumar et al., 2021	Capim sabai	+ compressibilidade + recuperação	+ fade + desgaste	350
Kumar et al., 2022	Bambu	Desgaste similar às referências + compressibilidade	+ fade	300
Song et al., 2021	Celulose	- desgaste - emissões	(-)	100

Embora muitos autores das pesquisas apresentadas previamente tenham afirmado que a inclusão de ingredientes naturais proporcionou resultados favoráveis, todos exibiram a mesma falha: a degradação significativa do material em temperaturas mais altas (300-350 °C), seguida por um declínio no coeficiente de atrito (*fade*). A baixa resistência ao *fade* identificada nesses estudos se dá em razão de que a celulose, a hemicelulose, a lignina e a pectina, que são os principais componentes orgânicos das fibras naturais, possuem baixas temperaturas de trabalho (abaixo de 200 °C) (Nirmal et al., 2015). Dessa forma, quando os materiais de fricção são submetidos a condições de teste com temperaturas de até 350 °C (como nos testes descritos por estes autores) as fibras naturais sofrem uma forte degradação térmica.

Dentro desse cenário, a casca de arroz se destaca entre os ingredientes naturais devido ao seu alto teor de cinzas (20-25%), que é composta principalmente de sílica, um óxido resistente à temperatura (Chand et al., 2010). Existem poucos relatos na literatura sobre a implementação de casca de arroz ou cinzas de casca de arroz em materiais de fricção. Alguns pesquisadores investigaram formulações de MF com casca de arroz, porém com uma matriz de resina epóxi (Paramasivan et al., 2020; Primaningtyas et al., 2019). Portanto, em razão da baixa resistência a temperatura da resina epóxi (forte degradação térmica em 100 °C), o estudo não representa com fidelidade as aplicações reais de freio automotivo. Apesar desse contraponto, os autores relataram melhor resistência ao desgaste e desempenho tribológico ao adicionar casca de arroz. Nos estudos de Mutlu, 2009 e Mutlu e Keskin, 2021 foram fabricados materiais de fricção automotivo realistas usando casca de arroz como ingrediente natural. Embora tenha sido observado uma queda considerável no atrito do material com o aumento da temperatura (*fade*), os pesquisadores concluíram que a casca de arroz pode ser uma alternativa aceitável para ingredientes tradicionais de MF. Contudo, em ambos os trabalhos os testes realizados não contemplaram variação de pressão ou velocidade e não ultrapassaram temperaturas superiores a 350 °C.

É conhecido na literatura que a temperatura da interface disco/pastilha pode chegar a 600 °C, com regiões pontuais que podem atingir até 1000 °C (Satapathy e Bijwe, 2004; Qi e Day, 2007). Dessa forma, o autor do presente trabalho realizou um estudo prévio (anterior à dissertação) de material de fricção formulado com casca de arroz, buscando uma caracterização tribológica com diferentes parâmetros de pressão de contato e velocidade, contemplando condições reais de uma frenagem automotiva, com temperaturas de até 300 °C em um primeiro grupo de ensaios e temperaturas de até 550 °C em um segundo grupo de ensaios (Gehlen et al.,

2022). Foram desenvolvidas três formulações distintas, variando o conteúdo de casca de arroz: 0% (0RH), 6% (6RH) e 12% (12RH) do peso total do material. A formulação sem casca de arroz representa um material tipicamente comercial, possuindo alumina e cobre em pó no lugar da casca de arroz. As amostras foram submetidas em um tribômetro laboratorial ao procedimento de teste para lonas de freio SAE J2522, conhecido também como AK Master, com temperatura máxima de 300 °C. Além disso, os autores adicionaram uma etapa extra após o final do processo experimental, compreendendo uma seção para análise em alta temperatura, alcançando 550 °C. A Figura 3.15 mostra o desgaste em perda de altura para os três materiais, considerando as etapas do procedimento AK Master padrão, onde a temperatura não ultrapassou 300 °C.

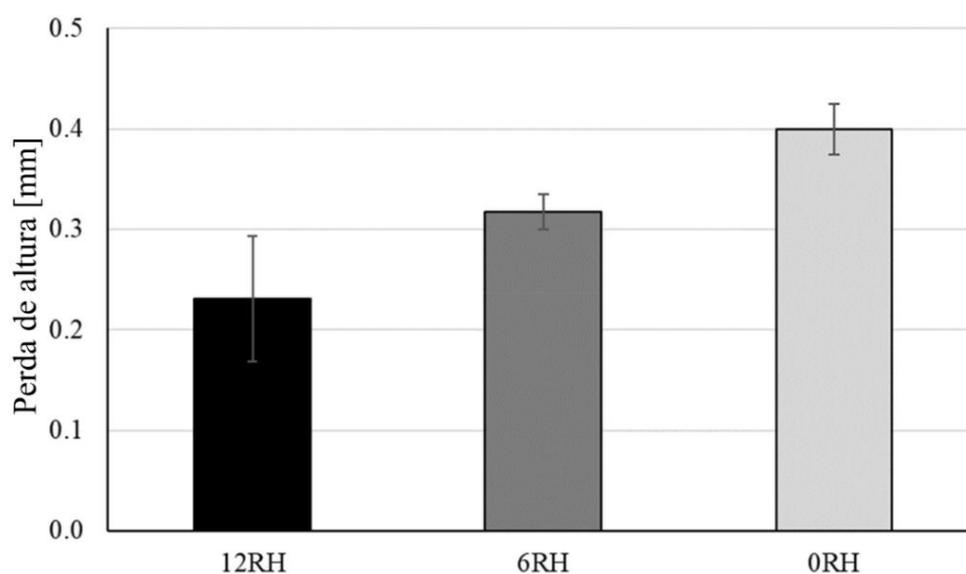


Figura 3.15 – Desgaste, em perda de altura, para os MF com diferentes percentuais de casca de arroz, considerando todas as etapas do procedimento AK Master. Adaptado de Gehlen et al., 2022.

Foi observado que em temperaturas de até 300 °C, a casca de arroz melhorou a resistência ao desgaste e manteve as propriedades de atrito em comparação com a formulação de referência (0RH), sem casca de arroz. O aprimoramento da resistência ao desgaste com a adição de casca de arroz foi justificado pelos autores por três fatores: (i) maior dureza dos materiais com casca de arroz, sendo que é relatado na literatura que um aumento na dureza geralmente reduz o desgaste (Kim et al., 2008; Kumar e Kumaran, 2019); (ii) pouca degradação

térmica das fibras naturais presentes na casca de arroz, verificado através de análise termogravimétrica - TGA; (iii) maior quantidade de platôs de contato na superfície, conforme é exibido na Figura 3.16, onde a casca de arroz atua acumulando detritos de desgaste no seu entorno.

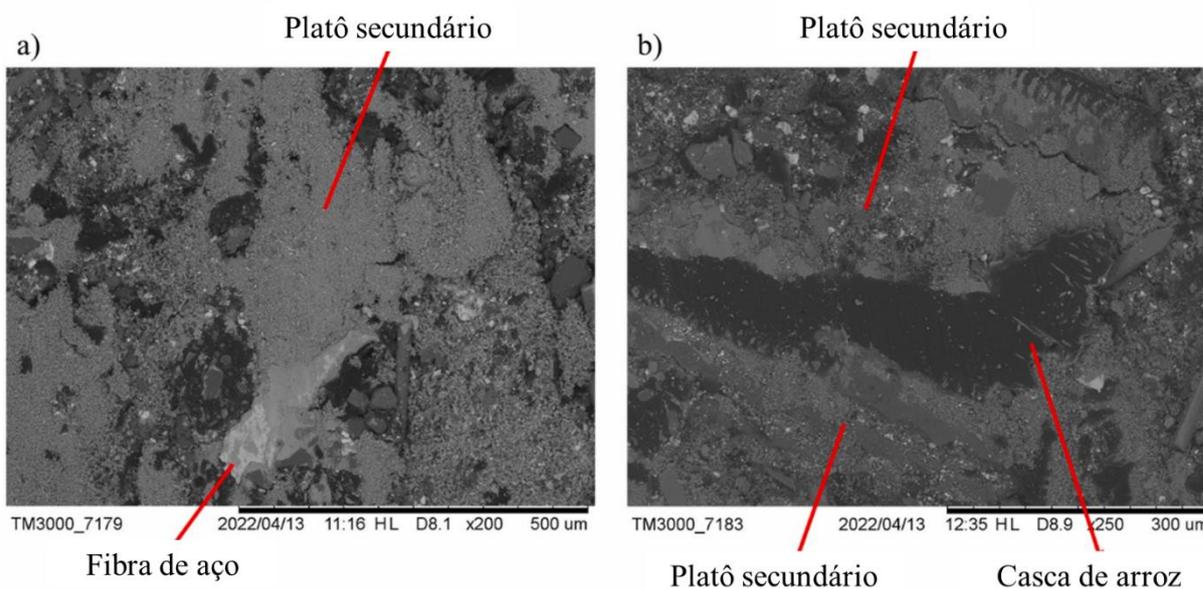


Figura 3.16 – Imagens de MEV das amostras após a frenagem em 300 °C: (a) material sem casca de arroz e (b) material com 12% de casca de arroz. Adaptado de Gehlen et al., 2022.

Nos testes da etapa extra, com valores de temperatura de até 550 °C, o material de fricção com 12% de casca de arroz (12RH) exibiu a menor resistência ao desgaste e ao *fade*. Os resultados são exibidos na Figura 3.17 e Figura 3.18, respectivamente. A perda em desempenho pela adição de casca de arroz foi associada principalmente à degradação térmica das fibras naturais presentes na casca de arroz. Apesar disso, a formulação com uma menor quantidade de casca de arroz (6RH) apresentou o menor desgaste médio na etapa de alta temperatura (550 °C), mostrando uma melhor resistência ao desgaste do que a formulação sem casca de arroz (0RH).

Cabe salientar que nos estudos de outros ingredientes naturais, como por exemplo nos que são exibidos na Tabela 3.4, a temperatura máxima de teste foi de 300-350 °C, onde as fibras naturais de interesse apresentaram baixa resistência ao *fade*. No estudo de Gehlen et al., 2022, a casca de arroz apresentou desempenho satisfatório (e até superior) em temperaturas de até 300 °C, mostrando o potencial superior da casca de arroz em relação às demais fibras naturais. Isso ocorre em razão da grande quantidade de sílica presente na casca de arroz. Dessa forma,

as cinzas de casca de arroz também apresentam grande potencial para a adição em formulações de MF, já que é composta principalmente por sílica e não possuem fibras lignocelulósicas. Dentro do conhecimento do presente autor, não há estudos na literatura com relação à cinza de casca de arroz em materiais de fricção. Porém, existem trabalhos que avaliaram o seu comportamento tribológico em ligas de alumínio e em compósitos poliméricos (não em materiais de freios), o que resultou em uma melhor resistência ao desgaste na maioria das vezes (Burhan et al., 2019; Prasad e Krishna, 2012).

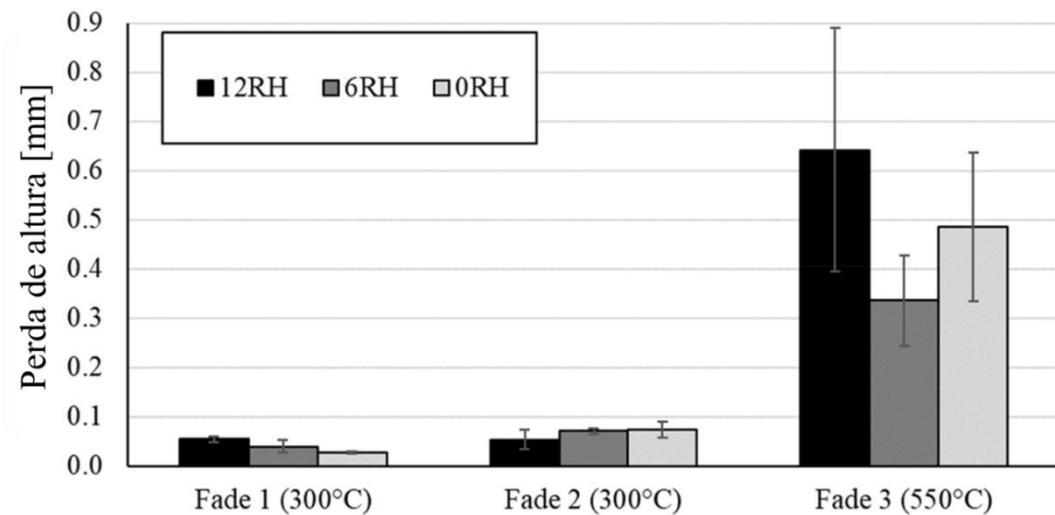


Figura 3.17 – Desgaste, em perda de altura, para os MF com diferentes percentuais de casca de arroz nas etapas de fade. Adaptado de Gehlen et al., 2022.

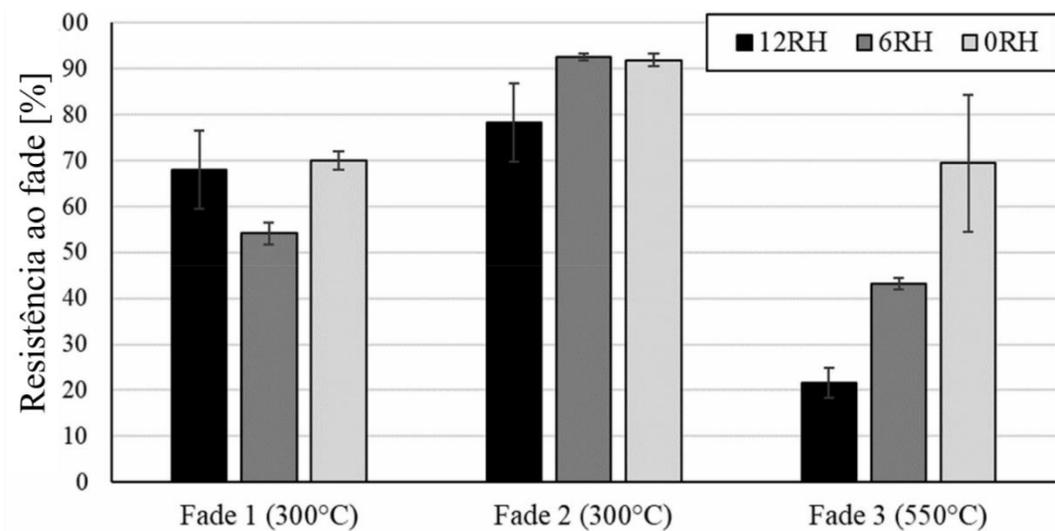


Figura 3.18 – Resistência ao *fade* (quanto maior, melhor) dos MF com casca de arroz para diferentes temperaturas máximas. Adaptado de Gehlen et al., 2022.

## 4. MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 Preparação das amostras de material de fricção

A casca de arroz utilizada no presente trabalho é proveniente da região sul do Brasil e foi submetida a uma operação de moagem usando um misturador Turbula 3D. Esferas de carboneto de tungstênio foram adicionadas a um frasco juntamente com a casca de arroz e o processo durou 20 minutos. Por meio desse processo foi obtido um tamanho médio de partícula de casca de arroz inferior a 350  $\mu\text{m}$ , possibilitando uma melhor mistura com os demais ingredientes da formulação de material de fricção. Após a moagem, a casca foi seca em um forno a 105 °C por 2 h com circulação de ar para remover toda a umidade adsorvida. Para a obtenção das cinzas de casca de arroz foi necessário realizar um tratamento de alta temperatura na casca de arroz (Chand et al., 2010; Omatola e Onojah, 2009). Assim, a casca de arroz foi submetida a 2 h em um forno a 600 °C com circulação de ar, para remover todos os compostos orgânicos. O resultado desse processo foi a cinza de casca de arroz, que é um pó branco. Na Figura 4.1 são exibidas a casca e as cinzas obtidas após a realização dos procedimentos detalhados anteriormente.

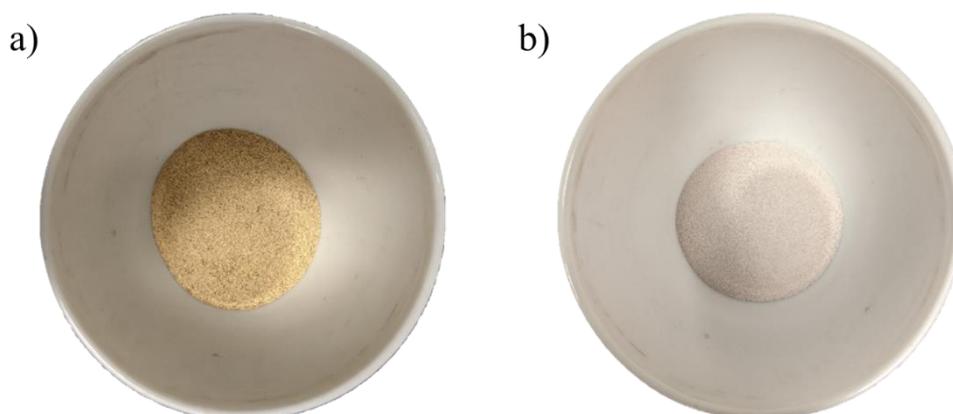


Figura 4.1 – Imagens da (a) casca de arroz triturada e (b) cinzas de casca de arroz obtidas.

Para garantir que a cinza de casca de arroz fosse obtida adequadamente, foram realizadas análises dos elementos por meio de espectroscopia de raios X por dispersão em energia (EDS) na casca de arroz e na cinza de casca de arroz, conforme apresentado na Tabela 4.1. A cinza da casca de arroz apresentou uma porcentagem relativamente baixa de carbono e altas

porcentagens de oxigênio e silício. Como sabe-se que as cinzas de casca de arroz são compostas principalmente de sílica ( $\text{SiO}_2$ ), os resultados estão de acordo com o esperado (Chand et al., 2010; Singh, 2018). Portanto, o procedimento para obter as cinzas da casca de arroz foi considerado adequado. A Figura 4.2 exibe imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV) onde pode-se verificar o tamanho e a morfologia da casca de arroz e das cinzas de casca de arroz obtidas.

Tabela 4.1 - Composição elementar da casca de arroz e da cinza de casca de arroz, em porcentagem de peso.

	Casca de arroz	Cinzas de casca de arroz
<b>Carbono</b>	$33,2 \pm 1,1$	$3,8 \pm 0,8$
<b>Oxigênio</b>	$49,4 \pm 1,3$	$50,2 \pm 4,1$
<b>Silício</b>	$17,4 \pm 1,5$	$46,0 \pm 3,8$

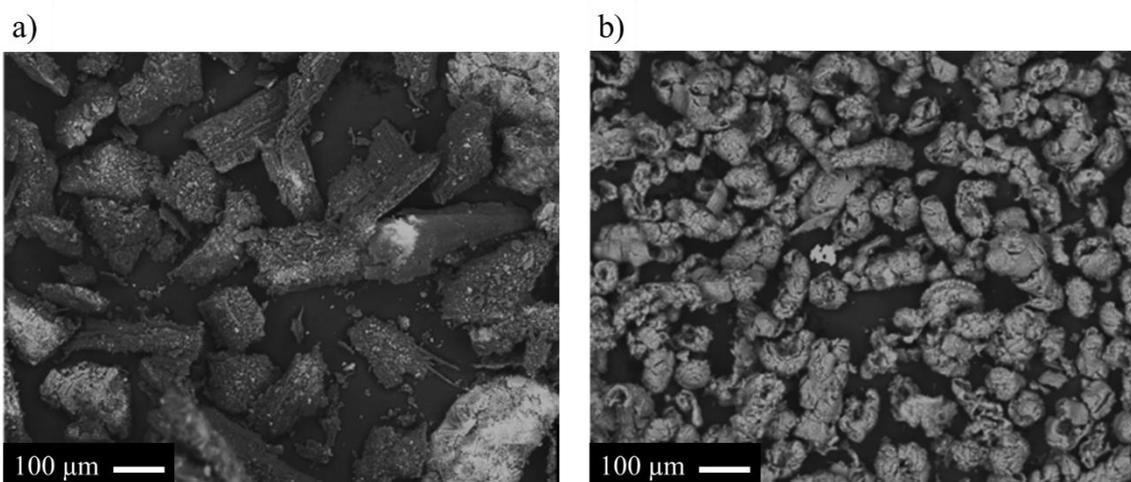


Figura 4.2 – Imagens de MEV (a) das cinzas de casca de arroz e (b) da casca de arroz triturada.

Foram desenvolvidas três formulações de materiais de fricção, que compartilham seis ingredientes principais, representando 94% em peso de sua composição total. Na Tabela 4.2 são apresentadas as formulações fabricadas. Para atingir um nível mínimo de desempenho

tribológico que possibilite uma comparação precisa entre os materiais desenvolvidos, todas as formulações feitas incluem uma quantidade base de alumina (6% em peso), que é um componente frequentemente empregado em materiais de fricção para melhorar o atrito. Os 6% restantes foram atribuídos aos ingredientes de interesse: casca de arroz e cinzas de casca de arroz, para avaliar o efeito desses ingredientes naturais no desempenho tribológico do material de fricção. Em função da presença significativa de sílica na casca de arroz e nas cinzas de casca de arroz, conforme foi apresentado na seção 3.4, esses ingredientes serão utilizados dentro da formulação como modificadores de atrito (abrasivos). Não há casca de arroz ou cinza de casca de arroz na formulação conhecida como F-AL, que tem 12% de alumina no total (6% da base + 6% da parte de estudo). Essa formulação, que é baseada em pastilhas de freio comerciais, servirá como referência para comparação. A formulação F-RH tem 6% de casca de arroz, enquanto que a formulação F-RHA tem 6% de cinzas de casca de arroz. A porcentagem de casca de arroz e de cinzas de casca de arroz foi escolhida com base na faixa típica de modificadores de atrito identificados na literatura (Yun et al., 2010; Amirjan, 2019).

Tabela 4.2 - Composição, em porcentagem de peso, dos ingredientes usados nas formulações desenvolvidas para o estudo principal.

	Ingredientes principais						Casca de arroz	Cinzas de casca de arroz	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
	Resina fenólica	Grafite	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fibra de aço	BaSO <sub>4</sub>	CaCO <sub>3</sub>			
<b>F-RH</b>							6	0	0
<b>F-RHA</b>	12	8	6	15	30	23	0	6	0
<b>F-AL</b>							0	0	6

Todos os ingredientes foram misturados usando um misturador 3D Turbula por 30 minutos para criar as amostras de material de fricção. Para cada formulação foram criadas amostras cilíndricas com dimensões de 14 mm de diâmetro e 15 mm de altura, através de um molde cilíndrico que foi aquecido sob pressão de 100 MPa por 10 minutos à 150 °C. O processo de pós-cura das amostras foi realizado em um forno usando um ciclo semelhante ao das pastilhas de freio reais: 200 °C por 4 horas e, em seguida, um processo de resfriamento até a temperatura ambiente. Os materiais pós-cura foram usinados em um tamanho de 14 mm de diâmetro e 7 mm de altura e, em seguida, fixados em um suporte metálico (Figura 4.3-a),

permitindo seu uso como corpos de prova em experimentos tribológicos. A Figura 4.3-b exibe superfícies típicas das amostras de materiais de fricção após a fabricação.

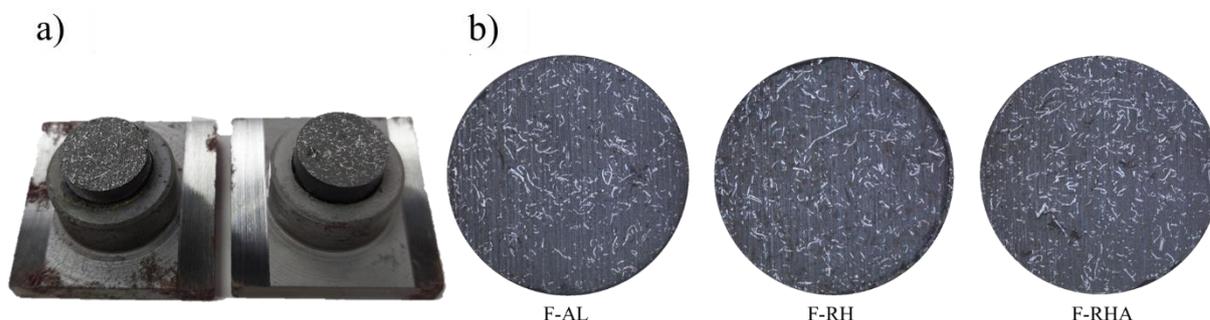


Figura 4.3 – Imagens das amostras de material de fricção fabricadas: (a) amostras usinadas e coladas nos suportes metálicos e (b) ampliação da superfície de uma amostra de cada formulação.

#### 4.2 Caracterização térmica e mecânica

A densidade das formulações foi medida de acordo com o método A da norma ASTM D792. Os testes de compressibilidade a frio e a quente, inchamento, dilatação térmica e transmissão térmica foram realizados de acordo com o método A da norma ISO 6310:2009, por meio de um equipamento Link modelo 1620. A dureza dos corpos de prova (escala Rockwell tipo R) foi medida de acordo com o método ISO 2039-2:1987. A análise termogravimétrica (TGA) foi usada para investigar a degradação térmica dos corpos de prova, por meio de um equipamento TGA Q50 (TA Instruments) em uma atmosfera de ar sintético, a uma taxa de aquecimento de 10 °C/min, entre 40 e 700 °C.

#### 4.3 Tribômetro do LATRIB

O tribômetro utilizado no estudo principal para caracterizar o desempenho em frenagens automotivas, através do coeficiente de atrito dos materiais de fricção, pertence ao Laboratório de Tribologia da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (LATRIB/UFRGS). O equipamento, mostrado na Figura 4.4, possui controle de rotação, força e temperatura e permite o uso de diferentes discos e materiais de amostra. O disco (contraface) usado para a

caracterização tribológica foi feito do mesmo material encontrado em sistemas de freio reais, ferro fundido cinzento, com as dimensões de: 159 mm de diâmetro e 12 mm de espessura.

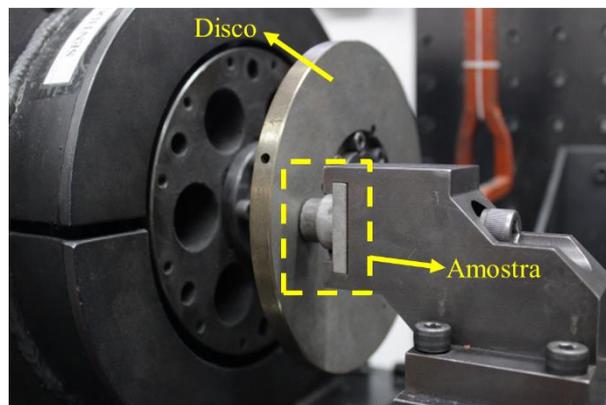
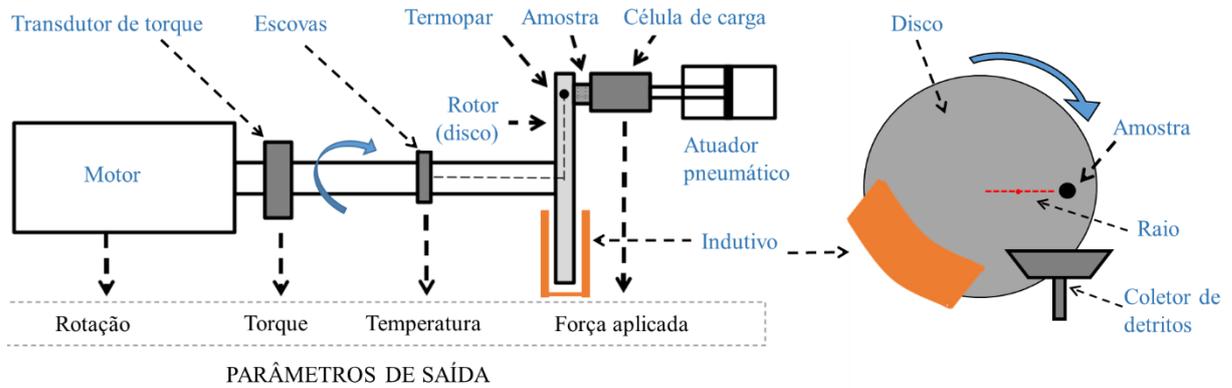


Figura 4.4 – Tribômetro utilizado para realização dos testes de frenagem automotiva: (a) representação esquemática e (b) imagem do contato do disco com a amostra.

Construído de acordo com a teoria de escala descrita por Sanders et al., 2001 (tipo pino sobre disco), o dispositivo é capaz de reproduzir as condições de pressão, velocidade de escorregamento e temperatura encontradas em um sistema de frenagem real (Neis, 2012). O coeficiente de atrito ( $\mu$ ) é calculado de forma indireta de acordo com a Equação 5.1.

$$\mu = \frac{T}{F_N R} \quad (5.1)$$

Onde: T corresponde ao torque de frenagem medido no sistema rotativo da máquina (em Nm),  $F_N$  representa a carga normal (força) exercida pelo corpo de prova no disco (em N) e R é o raio de deslizamento da pista de atrito (em m). Conforme apresentado no estudo de Pavlak et

al., 2017, considerando os valores de força e torque do presente estudo, o erro de leitura do coeficiente de atrito do tribômetro situa-se em torno de 3%.

#### 4.4 Caracterização tribológica

Os testes foram realizados de acordo com os requisitos da norma SAE J2522 (AK Master) para pastilhas de freio, com as devidas adaptações para o tribômetro. Esse procedimento é usado mundialmente pelo setor de freios em todo o mundo e pode avaliar o desempenho dos MF em uma variedade de cenários. O veículo usado como referência para determinar os parâmetros do ensaio é o Volkswagen Golf, sendo detalhados na Tabela 4.3. Quatro amostras de cada formulação (F-AL, F-RH e F-RHA) foram submetidas ao teste AK Master, totalizando 12 testes. As etapas desse método estão listadas na Tabela 4.4. Por conveniência as etapas estão divididas em dois blocos, onde o Bloco 1 consiste das etapas onde a temperatura inicial máxima é de 100 °C e o Bloco 2 abrange as etapas onde a temperatura inicial máxima é de 550 °C. Nas etapas intituladas de Fade a pressão é variável conforme o CoF do material, onde o que é exigido pela norma é uma desaceleração fixa de 0,4 g. A Tabela 4.5 apresenta os momentos em que o teste foi interrompido para medição do desgaste e inspeção da superfície da amostra e dos detritos. O processo de inspeção foi realizado após a conclusão da etapa escolhida. Para três amostras (de um total de quatro amostras) de cada formulação foi adotado o método de inspeção A, onde o processo de inspeção foi realizado após as etapas intituladas: Valor característico, Recovery 1, Recovery 2 e Recovery 3. A quarta amostra de cada formulação foi submetida a um processo de inspeção mais completo, o método B, que incluiu a parada para inspeção também após as etapas: Fade 1, Sensibilidade à temperatura/pressão e Fade 2.

Tabela 4.3 – Parâmetros do veículo de referência

Inércia [kgm <sup>2</sup> ]	65
Área de pastilha [cm <sup>2</sup> ]	46.6
Raio efetivo [m]	0.104
Raio de rolamento [m]	0.308
Diâmetro do pistão [mm]	54

Tabela 4.4 – Detalhes do procedimento tribológico adotado, conforme estabelecido pelo método AK MASTER.

	Nome da etapa	Número de frenagens [-]	Velocidade da frenagem [km/h]	Temperatura inicial (TI) [°C]	Pressão [bar]
	Verde	30	80 - 30	100	30
	Assentamento	64	80 - 30	100	15 - 50
	Valor característico 1 (VC 1)	6	80 - 30	100	30
Bloco 1	Sensibilidade à velocidade/pressão (SVP)	40	40-5 / 80-40 / 120-80 160-130 / 200-170	100	10 - 80
	Valor característico 2 (VC 2)	6	80 - 30	100	30
	Frio	1	40 - 5	40	30
	Valor característico 3 (VC 3)	18	80 - 30	100	30
	Fade 1	15	100 - 5	100 - 550	0,4 g (desaceleração)
	Recovery 1 (Reco 1)	18	80 - 30	100	30
Bloco 2	Sensibilidade à temperatura/pressão (STP)	25	80 - 30	100 - 500	10 - 80
	Recovery 2 (Reco 2)	18	80 - 30	100	30
	Fade 2	15	100 - 5	100 - 550	0,4 g (desaceleração)
	Recovery 3 (Reco 3)	18	80 - 30	100	30

Tabela 4.5 – Especificação dos métodos de inspeção durante o procedimento experimental.

Método de inspeção	Verde	Assentamento	VC 1	SVP	VC 2	Frio	VC 3	Fade 1	Reco 1	STP	Reco 2	Fade 2	Reco 3
A							•		•		•		•
B							•	•	•	•	•	•	•

#### 4.4.1 Análise do coeficiente de atrito

Acredita-se que a propriedade mais importante dos MF seja seu coeficiente de atrito (CoF). De acordo com Kchaou et al., 2019, esse coeficiente é sensível às condições operacionais, sendo o aumento da temperatura na interface de contato o fator mais importante. Os estudos sobre MF geralmente se concentram em dois fenômenos. O fenômeno de *fade* é a perda de eficiência de frenagem em altas temperaturas, que é vista como uma queda no CoF. Por outro lado, o fenômeno conhecido como recuperação refere-se à capacidade do material de restaurar seu nível de atrito em temperaturas mais baixas após a exposição a temperaturas mais altas, como nos estágios de avaliação do fenômeno de *fade* (Kchaou et al., 2019). O desempenho do coeficiente de atrito dos materiais de fricção nas etapas Fade e Recovery foi avaliado através das métricas mostradas nas Equações 5.2 e 5.3, respectivamente:

$$\text{Resistência ao Fade (RF)} = \frac{\text{Fade } \mu}{\text{Performance } \mu} \times 100 \quad (5.2)$$

$$\% \text{Recuperação} = \frac{\text{Recovery } \mu}{\text{Performance } \mu} \times 100 \quad (5.3)$$

Onde o menor coeficiente de atrito médio calculado durante a etapa de fade é o Fade  $\mu$ , o atrito médio considerando todas as etapas de Recovery e Valor característico é o Performance  $\mu$  e o CoF médio da etapa de Recovery em questão é o Recovery  $\mu$ . Essas métricas são comumente usadas por vários estudos para avaliar o comportamento dos materiais de fricção e para ambos os parâmetros o resultado mais elevado representa o melhor desempenho (Amirjan, 2019; Ma et al., 2019; Singh et al., 2020; Matejka et al., 2013; Satapathy e Bijwe, 2004). A escolha dessas métricas se deu principalmente pelo fato delas usarem como base para referência o Performance  $\mu$ , que é calculado utilizando os dados de 84 frenagens realizadas com os mesmos parâmetros que representam condições brandas de frenagem.

Os MF também devem apresentar estabilidade no CoF frente a alterações de velocidade e pressão. Para essa avaliação, são considerados os parâmetros denominados  $\Delta\mu_{PS}$  (sensibilidade à pressão) e  $\Delta\mu_{SS}$  (sensibilidade à velocidade), os quais são obtidos a partir das frenagens da etapa de Sensibilidade à velocidade e pressão (SVP). A sensibilidade do atrito do

material à pressão pode ser obtida através da Equação 5.4. Já a sensibilidade à velocidade é calculada pela Equação 5.5.

$$\Delta\mu_{PS} = \frac{\Delta\mu_1 + \Delta\mu_2 + \Delta\mu_3 + \Delta\mu_4 + \Delta\mu_5}{5} \quad (5.4)$$

$$\Delta\mu_{SS} = \frac{\mu_{\min}(\mu_1, \mu_2, \mu_3, \mu_4, \mu_5)}{\mu_{\max}(\mu_1, \mu_2, \mu_3, \mu_4, \mu_5)} \quad (5.5)$$

Onde:  $\Delta\mu_{PS}$  é a sensibilidade a pressão e  $\Delta\mu_1$  a  $\Delta\mu_5$  representam a variação do atrito, calculada pela razão entre o menor CoF e o maior CoF, para cada um dos cinco conjuntos que variam pressão dentro da etapa SVP.  $\Delta\mu_{SS}$  é a sensibilidade à velocidade,  $\mu_{\min}$  é o menor CoF médio e  $\mu_{\max}$  é o maior CoF médio entre as cinco velocidades diferentes da etapa SVP. O valor de  $\Delta\mu_{PS}$  e  $\Delta\mu_{SS}$  varia de 0 a 1, sendo que, quanto mais próximo de 1, menos sensível à pressão/velocidade é o material e, logo, melhor o desempenho. Essas métricas foram baseadas em estudos que analisaram a variação de pressão e velocidade em MF (Satapathy e Bijwe, 2006; Kumar e Bijwe, 2011; Mahale et al., 2019).

#### 4.4.2 Desgaste

O desgaste dos corpos de prova foi medido por meio da perda de massa, subtraindo a massa de cada amostra antes e depois das etapas do teste tribológico. Uma balança eletrônica marca Marte, modelo AY220, com precisão de  $\pm 0,1$  mg foi usada para pesar os corpos de prova. A taxa de desgaste específica ( $\text{cm}^3/\text{Nm}$ ) dos materiais de fricção foi calculada de acordo com a Equação 5.6:

$$\text{Taxa de desgaste específico} = \frac{\Delta W}{D \times F \times S} \quad (5.6)$$

Onde  $\Delta W$  representa a perda de massa (g),  $D$  representa a densidade do material ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ),  $F$  representa a força de atrito (N) e  $S$  representa a distância de deslizamento total da ou das etapas em análise (m). As medições de desgaste foram feitas em cada parada de inspeção. O desgaste do disco não será discutido porque os testes não apresentaram desgaste significativo.

Para estudar a morfologia dos detritos de desgaste foi utilizado um coletor de detritos com sucção de ar, colocado diretamente abaixo da zona de contato da amostra com o disco. Dessa forma, todos os detritos ejetados da zona de contato são capturados e retidos pelo filtro de papel. Tal aparato experimental é descrito em detalhes em Barros, 2022. Sempre que possível, a análise de variância (ANOVA) foi realizada para verificar a significância dos resultados. Apenas diferenças significativas (intervalo de confiança de 95%) entre os resultados foram relatadas neste trabalho.

#### **4.5 Análise da superfície das amostras**

A superfície dos materiais do estudo principal foi avaliada usando um microscópio eletrônico de varredura (TM3000 Tabletop Microscope-Hitachi), equipado com um sistema de espectroscopia de raios X por dispersão de energia (SwiftED3000-Hitachi). Além disso, buscando uma análise da formação de platôs de contato nos materiais de fricção, foi utilizado um microscópio óptico (Carl Zeiss, modelo Axio Lab.A1) com uma câmera digital CMOS acoplada para tirar microscopias da região central da superfície das amostras (4,2 mm por 3,2 mm). Essas imagens foram tiradas nos intervalos de parada do ensaio para inspeção, conforme é indicado na Tabela 4.4. A fração de área de platôs de contato foi calculada através de um algoritmo criado em MATLAB baseado no método de Otsu (Otsu, 1979). O método de Otsu é um algoritmo de binarização capaz de converter uma imagem em tons de cinza para monocromática, onde através da segmentação da imagem é possível definir o limite de nível de cinza que melhor separa os elementos de interesse.

Para exemplificar o processamento do algoritmo, é exibida na Figura 4.5-a uma imagem que corresponde à imagem tirada no microscópio, ou seja, antes da segmentação. Já na Figura 4.5-b é apresentada a mesma após ter sido submetida ao processo de segmentação do algoritmo. A microscopia processada revela apenas duas cores, branco e preto, onde o branco representa os platôs de contato primário e secundário, que estão no topo da superfície, e o preto corresponde às áreas inferiores, mais baixas. Dessa forma, a área real de contato é representada pela fração de platôs de contato na superfície, que é medida através da soma das áreas brancas totais em uma imagem segmentada. Maiores detalhes do funcionamento desse algoritmo podem ser encontrados em Masotti et al., 2015; Neis et al., 2015 e Poletto et al., 2018.

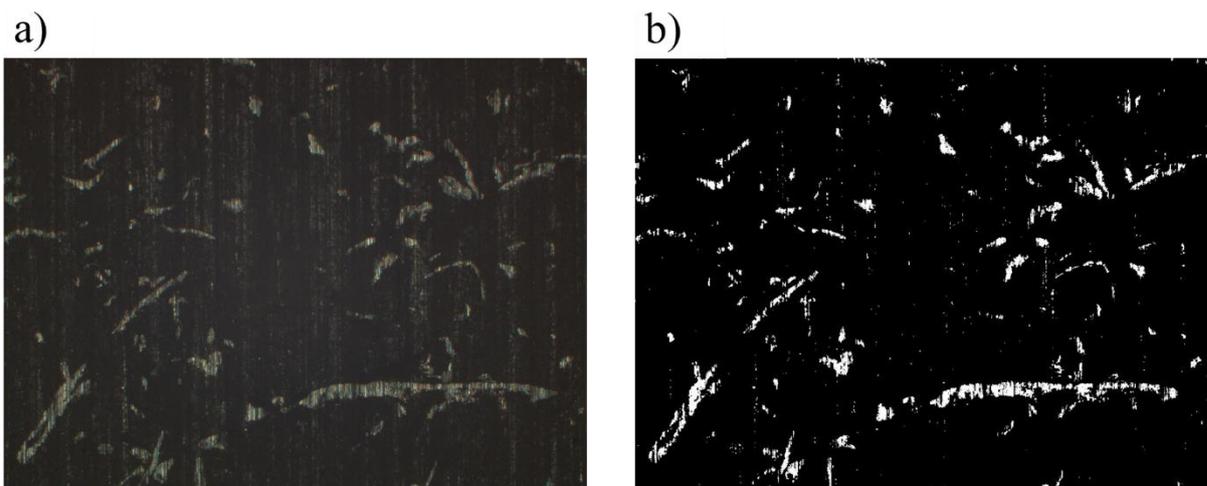


Figura 4.5 – Exemplo do algoritmo utilizado para cálculo da fração de platôs de contato: (a) microscopia da amostra em tons de cinza e (b) imagem segmentada após o processamento.

#### 4.6 Análise da superfície do disco

Ao final de cada operação de frenagem, foram tiradas fotos da superfície do disco de freio para avaliar a formação de tribofilme. Essas fotos foram tiradas com uma câmera digital Canon EOS Rebel T6i com resolução de 24,2 megapixels, acoplada a uma lente Canon EF 100 mm f/2.8 Macro USM. Além disso, um anel de luz LED foi usado para iluminar adequadamente a superfície do disco. Um segundo algoritmo de MATLAB foi utilizado para quantificar o tribofilme na superfície do disco após cada operação de frenagem. Para avaliar a quantidade de tribofilme em cada imagem foi utilizado como referência a intensidade média do pixel. O pixel na escala de cinza varia de preto, com intensidade 0, a um pixel branco, com intensidade 255. Como o tribofilme parece escuro em comparação com o disco limpo que é brilhante, quanto maior a intensidade do pixel, menos tribofilme há na superfície do disco. Dessa forma, os valores de intensidade do pixel serão invertidos para tornar o entendimento mais intuitivo, em que um valor mais alto (variando de 0 a 255) representa uma quantidade maior de tribofilme. A Figura 4.6-a mostra a montagem feita no tribômetro para a realização das fotos e na Figura 4.6-b é apresentada uma típica foto da superfície do disco onde é possível perceber a formação de tribofilme na trilha de atrito.

Buscando uma análise da homogeneidade do tribofilme distribuído no disco, a intensidade dos pixels das imagens também foi analisada na direção radial, considerando uma linha reta do raio interno da pista de atrito até o raio externo. Dessa forma, é possível inferir a

quantidade de tribofilme no disco, através da intensidade dos pixels, e inferir a homogeneidade desse filme através da média e desvio padrão dos pixels na análise radial. Para todos os experimentos realizados foram utilizadas as mesmas configurações na câmera e a mesma intensidade de luz, permitindo uma comparação adequada.

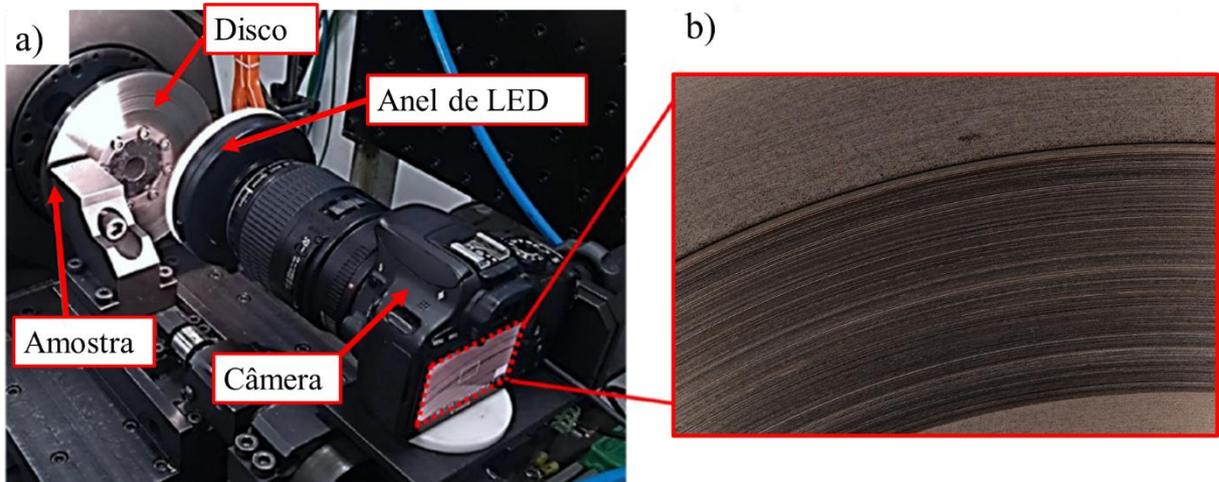


Figura 4.6 – Aparato experimental montado para o registro da superfície atritada do disco utilizando a câmera digital: a) posicionamento da câmera e b) fotografia obtida. Adaptado de Barros et al., 2021.

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 5.1 Caracterização dos materiais de fricção

Imagens de MEV dos materiais de fricção virgens, recém fabricados, são mostradas na Figura 5.1, indicando os principais ingredientes das formulações identificados através de análises EDS. Destaca-se a presença de fibras de casca de arroz na formulação F-RH e de cinzas de casca de arroz na formulação F-RHA.

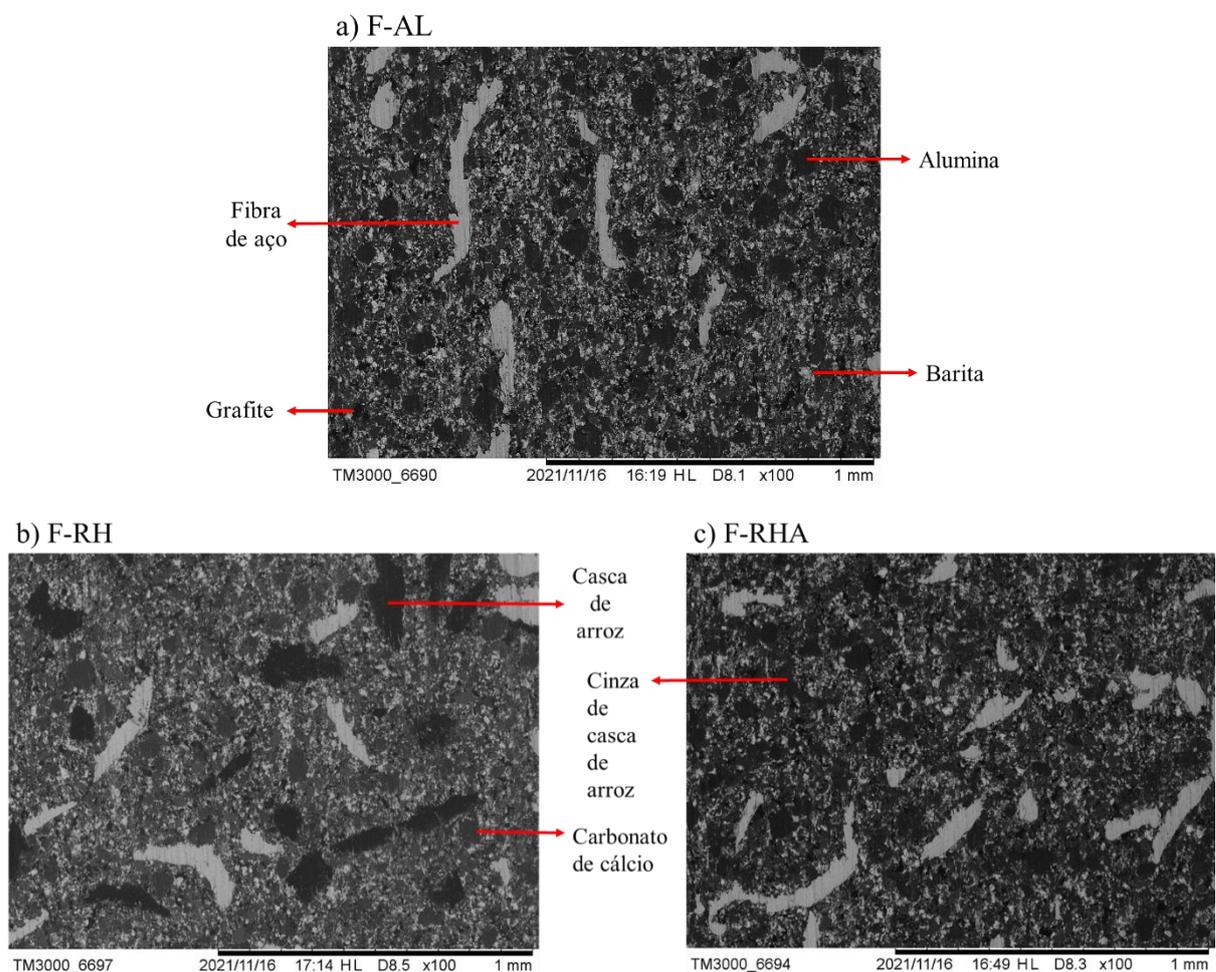


Figura 5.1 – Imagens de MEV da superfície dos materiais de fricção fabricados: (a) F-AL, (b) F-RH, (c) F-RHA.

A Tabela 5.1 apresenta as propriedades mecânicas e físicas dos materiais. É possível observar que ocorre uma diminuição na densidade do material de fricção com a adição da casca de arroz,

sendo que a formulação F-RH apresentou a menor densidade (2,38 g/cm<sup>3</sup>). Esse resultado é esperado porque a casca de arroz possui uma grande quantidade de celulose, que tem uma baixa densidade (1,5 g/cm<sup>3</sup>) (Mwaikambo e Ansell, 2001). O material F-AL teve a maior densidade em razão de que a densidade da alumina (3,95 g/cm<sup>3</sup>) é maior do que a densidade da sílica (2,65 g/cm<sup>3</sup>), presente na formulação F-RHA (Rumble, 2017). Com relação às propriedades mecânicas, todos os materiais desenvolvidos apresentaram valores de dureza próximos. A compressibilidade, tanto a quente quanto a frio, foi maior para a formulação com casca de arroz (F-RH). Isso se deve ao fato da casca de arroz ser uma fibra, o que gera mais heterogeneidade no material e cria mais vazios (*voids*) do que as cinzas de casca de arroz e a alumina, que são pós cerâmicos de menor tamanho. Nenhuma tendência clara foi identificada com relação ao inchaço térmico e à transmissão térmica.

Tabela 5.1 – Propriedades físicas e mecânicas dos materiais de fricção.

	F-AL	F-RH	F-RHA
<b>Densidade [g/cm<sup>3</sup>]</b>	2,65	2,38	2,46
<b>Dureza [HRR]</b>	102	99	103
<b>Compressibilidade a frio [μm]</b>	33	44,1	34,5
<b>Compressibilidade a quente [μm]</b>	56	62,5	60
<b>Transmissão térmica [°C]</b>	49	46	41
<b>Inchamento [μm]</b>	38	32,5	10

Os materiais de fricção estão sujeitos a altas temperaturas durante a frenagem, o que, por sua vez, leva à degradação de diferentes ingredientes em vários estágios. A estabilidade térmica desses ingredientes está associada ao desempenho tribológico do material de fricção, como no fenômeno de *fade* que está associado à degradação da resina fenólica (Satapathy e Bijwe, 2004). Portanto, é importante estudar a estabilidade térmica das formulações desenvolvidas. Os resultados da análise termogravimétrica e derivada (TGA e DTG, respectivamente) dos MF são exibidos na Figura 5.2. A curva de TGA mostra a degradação de massa à medida que a temperatura aumenta, enquanto que a curva de DTG representa a taxa do processo de degradação.

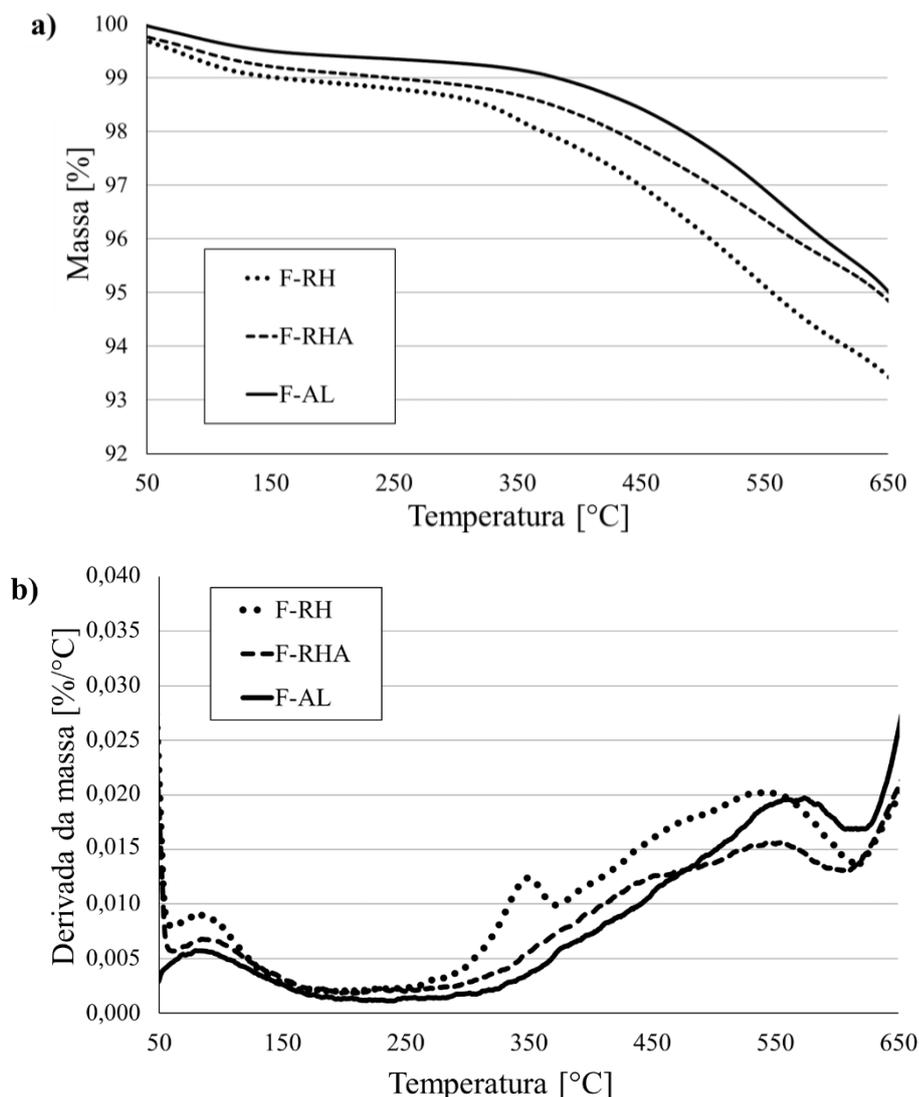


Figura 5.2 - Resultados da (a) análise termogravimétrica e (b) derivada termogravimétrica para os materiais de fricção de freio desenvolvidos no presente estudo.

Todos os materiais apresentam um primeiro pico na DTG entre 50 °C e 100 °C, que está relacionado à evaporação da água adsorvida e corresponde a uma perda de massa de menos de 1% na curva TGA. O início da perda de massa mais considerável para as três formulações é identificado em 350 °C, o que está relacionado principalmente à degradação térmica da resina fenólica. Considerando toda a faixa de temperatura do TGA, a formulação F-RH apresentou a maior perda de massa em função da temperatura, seguida pela formulação F-RHA e, por fim, pela F-AL. A diferença na perda de massa entre os MF se deve à diferença na quantidade de matéria orgânica existente nas diferentes formulações. A F-RH tem 6% de casca de arroz, que é composta principalmente de fibras lignocelulósicas que são degradadas entre 250 °C e 400

°C, levando a uma maior degradação térmica do material após 350 °C do que as demais formulações (Yun et al., 2010). A formulação F-RHA tem uma pequena quantidade residual de matéria orgânica oriunda da casca de arroz utilizada para obter as cinzas, o que resultou em uma perda de massa ligeiramente maior do que a formulação F-AL, que não tem matéria orgânica nos 6% destinado ao ingrediente de estudo (alumina). Após 600 °C, nota-se um aumento da taxa de degradação na curva DTG para todas as três formulações. Isso está relacionado à degradação do carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) presente em todos os MF (Gehlen et al., 2022). Em geral, os três MF apresentaram comportamento comparável e resistência adequada à temperatura, pois mantiveram mais de 90% de sua massa em temperaturas acima de 650 °C, que é maior do que a temperatura máxima atingida no teste de frenagem selecionado (AK Master).

## 5.2 Coeficiente de atrito

A Figura 5.3 apresenta o coeficiente de atrito performance (Performance  $\mu$ ) dos materiais de fricção. Essa métrica de atrito utiliza os dados das frenagens moderadas que possuem os mesmos parâmetros de teste, onde o material não é submetido à elevada pressão ou alta temperatura (etapas intituladas de Valor característico e Recovery). O CoF performance (Performance  $\mu$ ) procura representar o nível de atrito nominal de cada formulação de material de fricção e será posteriormente utilizado para analisar os fenômenos de *fade* e recuperação. Além disso, como o comportamento do CoF em relação ao tempo para cada formulação nas operações de frenagem analisadas foi semelhante, são apresentadas na Figura 5.3-a,b,c curvas típicas do CoF retiradas da última etapa de Valor Característico (VC 3) como exemplo. A formulação com 6% de cinza de casca de arroz (F-RHA) apresentou um nível de atrito significativamente maior do que os outros materiais, com uma média geral de 0,43. A formulação com 6% de casca de arroz (F-RH) apresentou o menor CoF performance (média de 0,35). Isso é explicado pela alta porcentagem de fibras lignocelulósicas nas amostras do material F-RH. Essas fibras lignocelulósicas têm uma ação abrasiva menor do que os óxidos cerâmicos presentes em maior quantidade nas formulações F-AL e F-RHA.

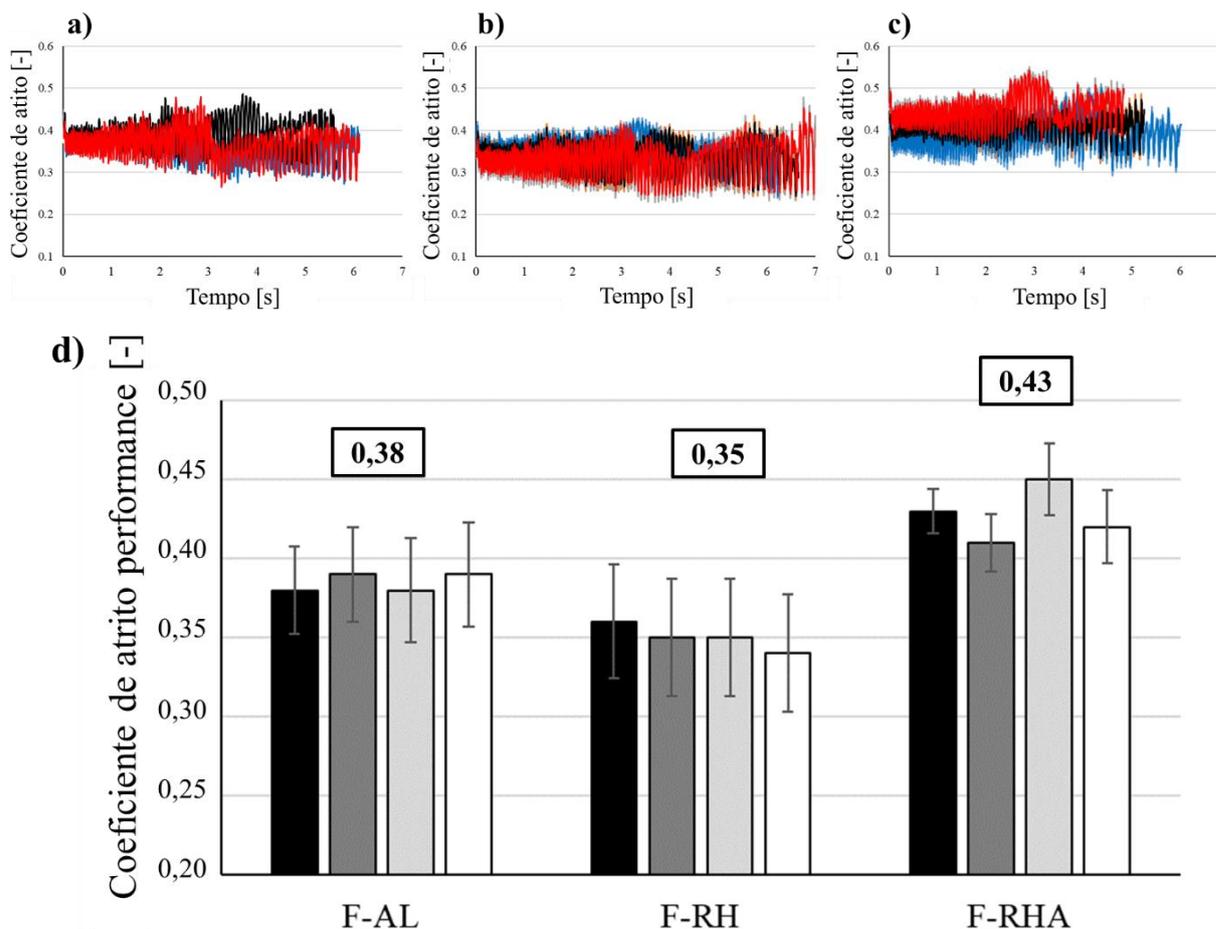


Figura 5.3 - Curvas típicas de CoF versus tempo para cada repetição do final da etapa de Valor Característico 3 para: (a) F-AL, (b) F-RH e (c) F-RHA e (d) Performance  $\mu$  para cada repetição dos materiais desenvolvidos com valor médio nas caixas de texto.

É amplamente reconhecido na literatura que um material de fricção de freio deve ter um coeficiente de atrito estável em pressões e velocidades de deslizamento variáveis (Blau, 2001). A etapa do procedimento tribológico AK Master utilizada para analisar o coeficiente de atrito em uma ampla variedade de velocidade e pressão é a etapa de sensibilidade à velocidade/pressão (SVP). Para cada formulação, o coeficiente médio de atrito dessa etapa é mostrado na Figura 5.4. O CoF apresentou baixa variabilidade (em desvio padrão - DP) considerando todas as repetições realizadas para cada formulação (DP: 0,011 para F-AL, 0,010 para F-RH e 0,023 para F-RHA). Isso indica uma forte repetibilidade dos testes tribológicos realizados no tribômetro. Por esse motivo, e também para tornar o gráfico mais simples e claro de visualizar, o desvio padrão não é apresentado. É possível observar que o CoF tende a diminuir com o aumento da pressão para todas as três formulações, sendo que o CoF mais alto

para todas as formulações foi identificado na pressão mais baixa. Resultado similar foi observado por Kalel et al., 2021 e Gehlen et al., 2022 em seus estudos de MF ecologicamente corretos. Nesses estudos, a queda nos valores de atrito com o aumento da pressão foi relacionada ao aumento da área de contato real, resultando em uma redução na pressão de contato na superfície do material. Com relação à sensibilidade à velocidade, as três formulações não apresentaram nenhuma tendência clara. O CoF aumenta em velocidades intermediárias e diminui ligeiramente em velocidades mais altas.

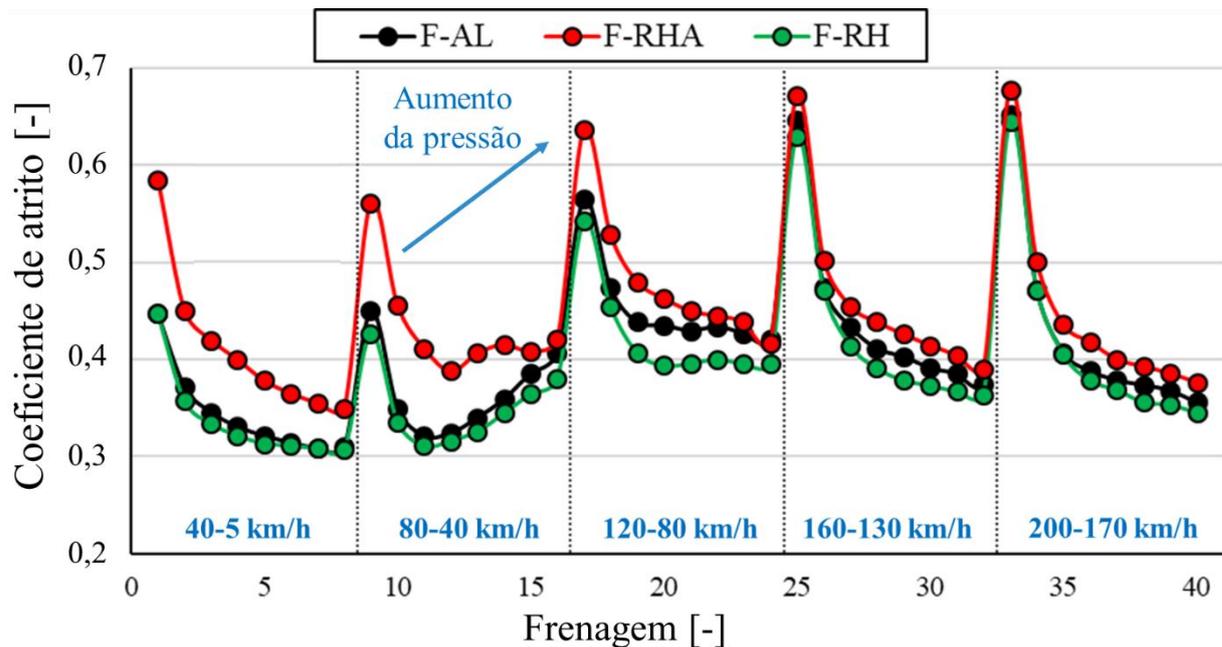


Figura 5.4 – Coeficiente de atrito médio para cada formulação em diferentes níveis de velocidade e pressão.

Com relação às métricas de quantificação de sensibilidade à pressão e velocidade, as quais são aplicadas sobre a etapa SVP, a Figura 5.5 apresenta a sensibilidade à pressão e a Figura 5.6 a sensibilidade à velocidade, definidas conforme a Equação 5.4 e 5.5, respectivamente. Como os valores de  $\Delta\mu_{PS}$  para cada repetição são uma média, as barras de erro representam o desvio padrão. Já os valores de  $\Delta\mu_{SS}$  são obtidos através de uma divisão e, portanto, não apresentam barra de erros. Com base nos resultados, percebe-se que os materiais possuem uma maior sensibilidade à pressão do que à velocidade, onde os valores médios não ultrapassaram 0,65 e 0,80 para sensibilidade à pressão e velocidade, respectivamente. As formulações desenvolvidas com casca de arroz e cinzas de casca de arroz exibiram

comportamento similar à formulação de referência (F-AL) em relação à sensibilidade à pressão e comportamento ligeiramente superior na sensibilidade à velocidade. Isso é um indicativo de que os ingredientes propostos não afetam de forma negativa a sensibilidade do material de fricção à esses parâmetros de ensaio.

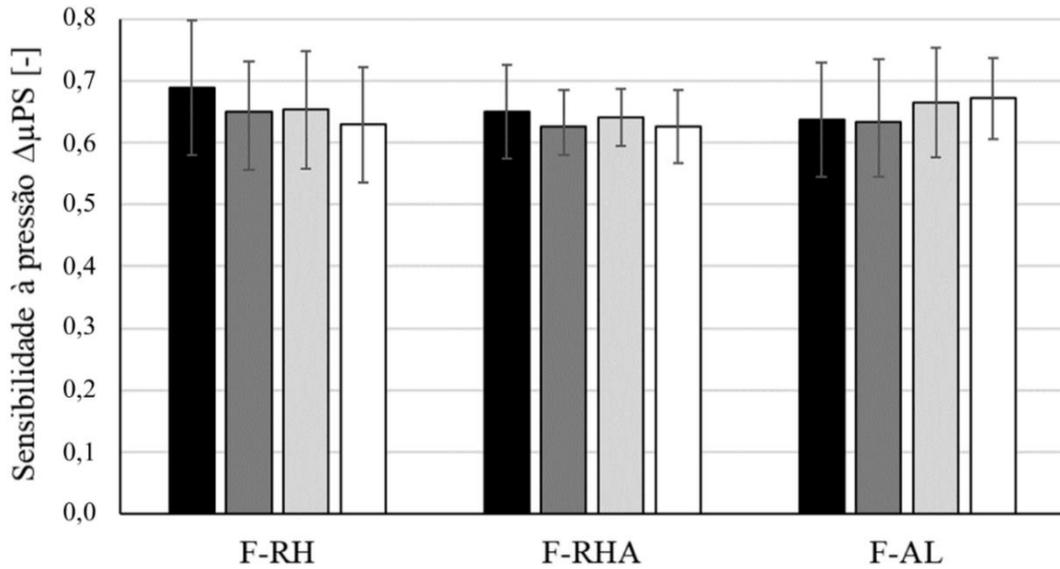


Figura 5.5 - Resultados de sensibilidade à pressão para cada repetição das três formulações (mais próximo de 1, menor a sensibilidade e melhor o desempenho).

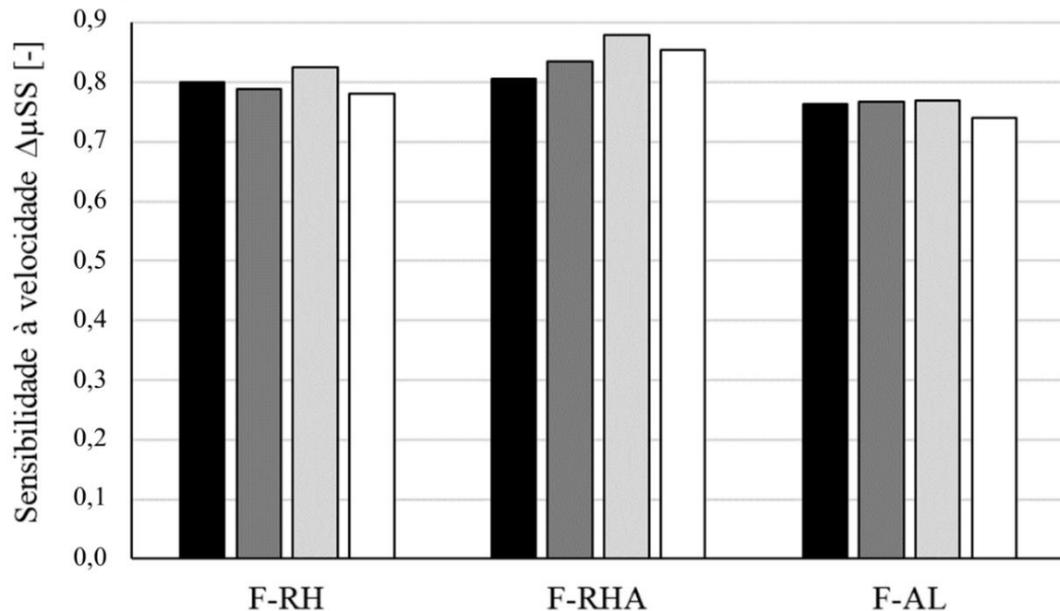


Figura 5.6 - Resultados de sensibilidade à velocidade para cada repetição das três formulações (mais próximo de 1, menor a sensibilidade e melhor o desempenho).

O coeficiente de atrito médio nas etapas de Recovery e de alta temperatura (Fade e STP) é apresentado na Figura 5.7.

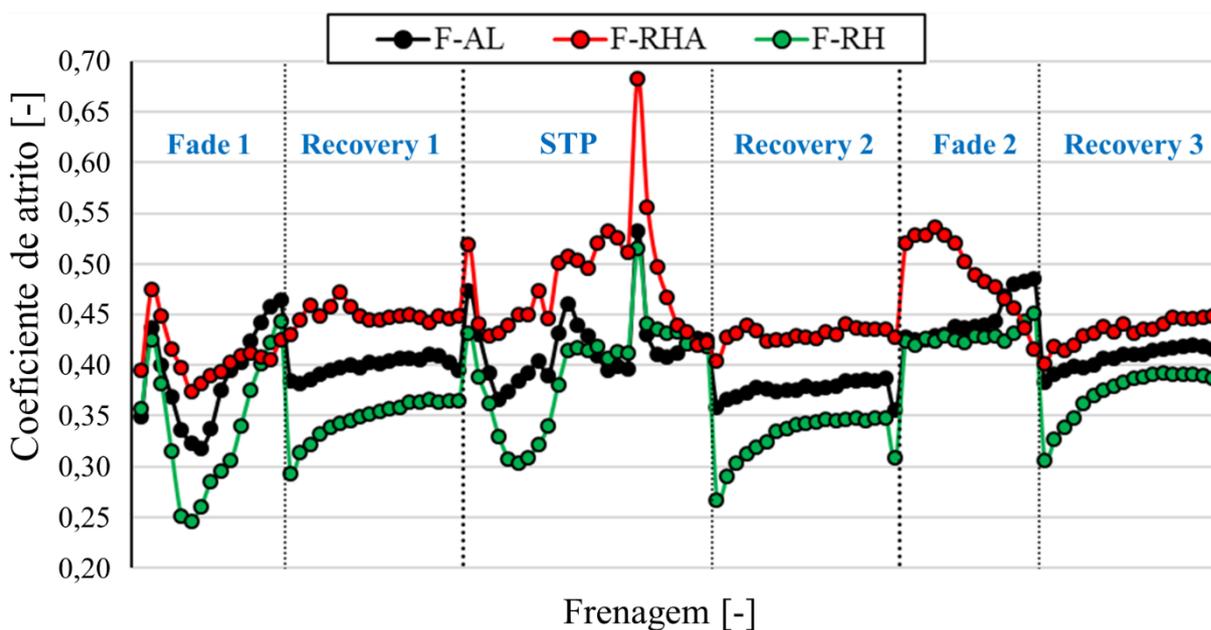


Figura 5.7 - Resultados médios de atrito para cada formulação para as etapas do Bloco 2.

Entre as três formulações, o material F-AL exibiu o comportamento mais constante (estável). O CoF nas etapas de Fade foi menor para todos os MF no Fade 1 do que no Fade 2. A etapa Fade 1 é a primeira ocasião em que os MF entram em contato com altas temperaturas ( $T_I > 100\text{ }^\circ\text{C}$ ), dessa forma, os valores mais baixos de atrito foram relacionados ao assentamento térmico (ou "efeito verde") do material de fricção. A formulação F-RH apresentou a maior redução no CoF durante o Fade 1, atingindo uma magnitude de CoF inferior a 0,25. Esse fenômeno pode ser atribuído principalmente à deterioração da fibra natural da casca de arroz, que está presente em maior quantidade na formulação F-RH. No Fade 2 apenas a formulação F-RHA apresentou uma queda no CoF, apesar de ter o nível mais alto de atrito. Essa redução no CoF da F-RHA está ligada à maior formação de terceiro corpo (tribofilme depositado na superfície do disco e platôs de contato na superfície do corpo de prova) do que as outras formulações, como será apresentado posteriormente nos capítulos 5.4 e 5.5 .

Todas as formulações nas etapas de Recovery alcançaram um nível médio de CoF superior a 0,3, o que é considerado um nível adequado para materiais de atrito (Blau, 2001). Entre todas as etapas de Recovery, os três MF apresentaram comportamento semelhante para o

CoF, onde as formulações F-AL e F-RHA tiveram um CoF estável e a formulação F-RH apresentou um leve aumento no CoF. De forma semelhante ao que foi apresentado nos resultados de Performance  $\mu$ , a formulação F-RHA apresentou o maior atrito nas etapas de Recovery, seguida pela F-AL e F-RH.

Com relação à redução do atrito com o aumento da temperatura (fenômeno de *fade*), a Figura 5.8 exibe a Resistência ao fade (RF) média definida com base na Equação 5.2, para todas as três formulações. Um resultado de 100% significa que o CoF permaneceu o mesmo com o aumento da temperatura, ou seja, não sofreu o fenômeno de *fade*, que é o melhor cenário possível.

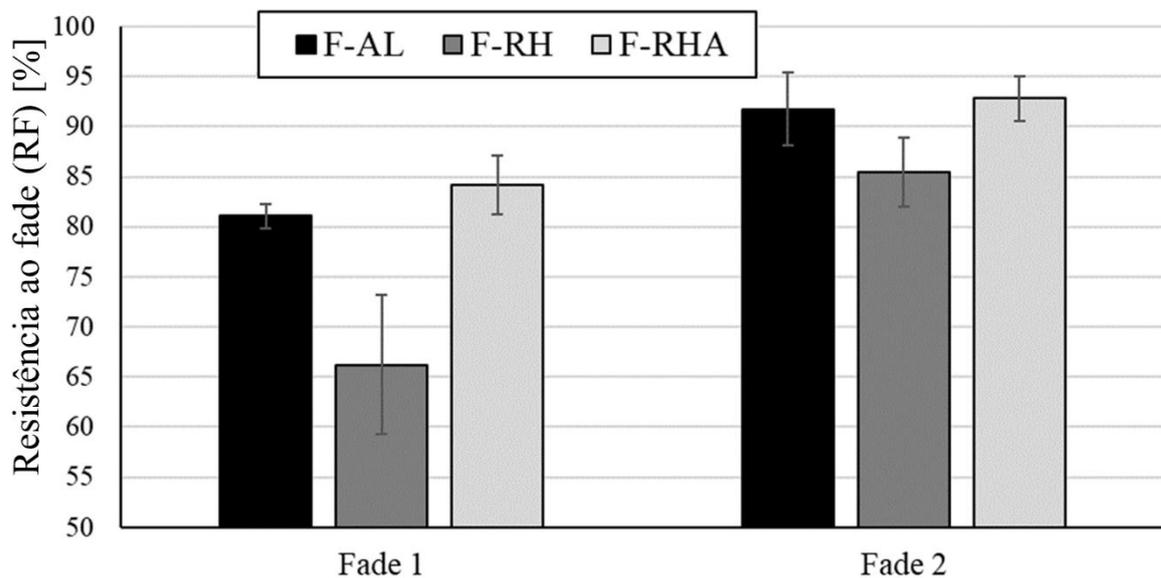


Figura 5.8 - Resistência ao fade média para cada formulação (quanto maior, melhor).

Embora as condições de temperatura para as etapas Fade 1 e Fade 2 sejam as mesmas, o Fade 2 apresentou a maior RF para todas as formulações, com F-AL e F-RHA se destacando com mais de 90%. Isso se deve ao fato de que algumas mudanças microestruturais e químicas no material de fricção são concluídas somente após a primeira aplicação em alta temperatura (Fade 1), estabilizando o CoF posteriormente (Mutlu, 2009). Outros autores também relataram a menor resistência ao *fade* no Fade 1 para MF que possuem ingredientes naturais (Singh et al., 2020).

A formulação F-RH obteve o menor valor de RF. Conforme discutido anteriormente nos resultados de TGA, o maior teor de matéria orgânica presente nessa formulação resultou em

um desgaste maior causado pela temperatura, o que, posteriormente, levou a uma grande queda no valor de atrito. Isso foi comprovado por meio da análise de variância ANOVA, onde foi encontrada uma diferença significativa entre a formulação F-RH e as outras formulações (F-AL e F-RHA) no Fade 1. Em ambas as etapas de Fade, a formulação com cinzas de casca de arroz (F-RHA) apresentou a maior resistência ao *fade*, indicando um bom desempenho desse material em alta temperatura. Isso está relacionado com o fato de que as cinzas de casca de arroz são na sua maioria sílica, que possui uma grande resistência à temperatura. Além disso, os resultados superiores de RF da formulação F-RHA podem também estar associados à maior fração de platôs de contato na superfície que amostras apresentaram, proporcionando uma maior estabilidade do atrito para a formulação F-RHA.

Para cada formulação, a Figura 5.9 exibe o %Recuperação médio determinado pela Equação 5.3. Essa métrica avalia a capacidade do material de fricção de se recuperar de aplicações de alta temperatura e atingir seu CoF nominal (denominado Performance  $\mu$  na pesquisa atual). O material atingiu ou até mesmo ultrapassou seu nível de atrito nominal se o resultado for igual ou superior a 100%.

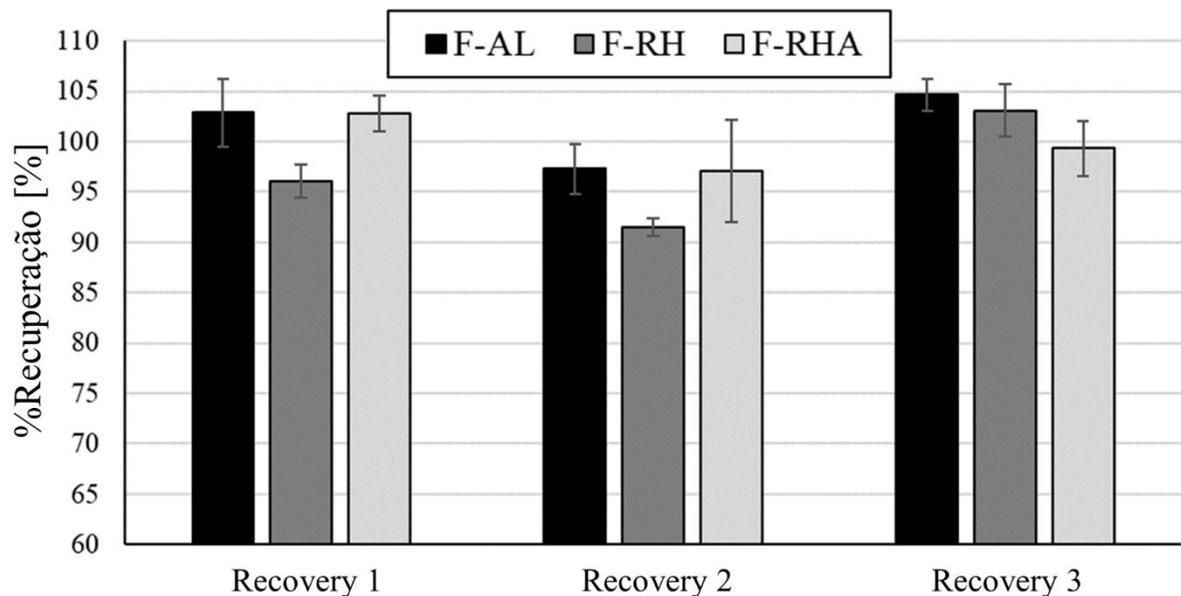


Figura 5.9 - %Recuperação médio para cada formulação (quanto maior, melhor).

Todos os três MF apresentaram valores de %Recuperação superiores a 90% e, ocasionalmente, até superiores a 100%, o que significa um bom desempenho. A literatura já documentou taxas de recuperação superiores a 100% (Ma et al., 2019; Singh et al., 2020). Os

menores valores foram observados para a formulação F-RH nas etapas de Recovery 1 e 2, sendo significativamente diferentes das outras formulações de acordo com a ANOVA. Essas magnitudes relativamente baixas de %Recuperação da formulação F-RH provavelmente estão ligadas à degradação de sua matéria orgânica nas etapas anteriores (Fade 1 e STP). No Recovery 3, o material F-RH já havia sofrido um nível considerável de degradação de sua matéria orgânica, atingindo assim um valor maior de CoF (e de recuperação, conseqüentemente). As formulações F-AL e F-RHA tiveram um comportamento muito próximo no Recovery 1 e no Recovery 2, mas apresentaram diferenças significativas na última etapa de Recovery, em que o material F-AL apresentou o maior %Recuperação do estudo (105%).

### 5.3 Desgaste

A Figura 5.10 mostra os resultados da taxa específica de desgaste para cada formulação em diferentes etapas do procedimento AK Master. Esses valores de desgaste correspondem à apenas uma única amostra (repetição) de cada uma das formulações, onde os processos de inspeção para monitoramento do desgaste foram realizados mais vezes, possibilitando uma análise mais detalhada.

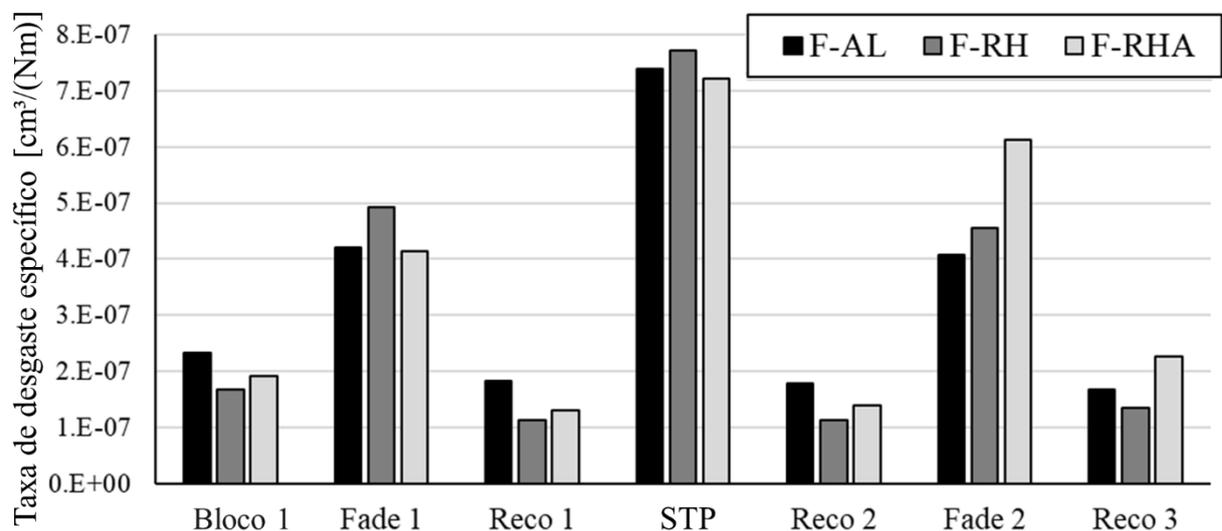


Figura 5.10 - Taxa de desgaste específico para diferentes etapas do procedimento AK Master para uma amostra de cada formulação

Pode-se observar um desgaste maior para todas as formulações nas etapas de alta temperatura (Fade e STP). Nas etapas de Recovery (Reco 1, Reco 2 e Reco 3), onde a temperatura é considerada baixa, as três formulações apresentaram as menores taxas de desgaste. Não foi observada nenhuma diferença clara entre as etapas de Recovery. Por esse motivo, buscando uma maior agilidade na realização dos procedimentos experimentais, foram realizados menos processos de inspeção nas três últimas amostras (repetições, de um total de quatro) de cada formulação.

Por outro lado, a Figura 5.11 exibe os resultados médios de taxa de desgaste específico de todas as quatro repetições de cada formulação. Nesse caso, a inspeção para medir o desgaste considerou tanto o Fade quanto o Recovery juntos. O valor de um desvio padrão dos resultados para cada formulação é representado pela barra de erro nesse gráfico.

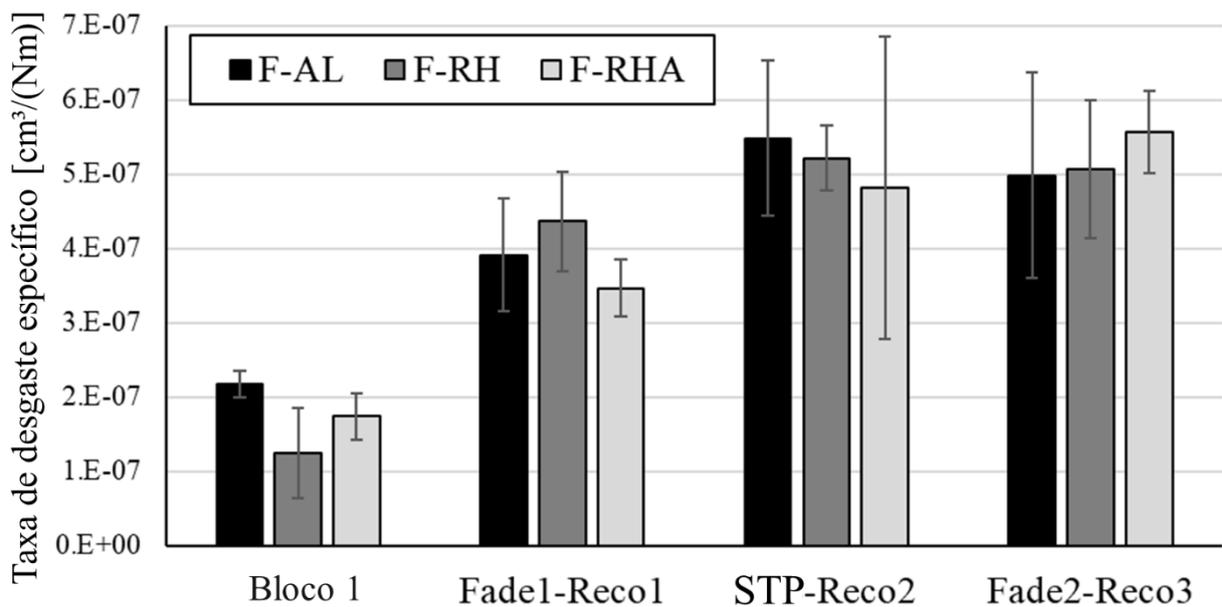


Figura 5.11 - Taxa de desgaste específico médio para diferentes etapas do procedimento AK Master para cada formulação.

Em relação à taxa de desgaste específico média apresentada, pode-se observar que as três formulações apresentaram magnitudes de desgaste próximas nas diferentes etapas do procedimento AK Master. Observa-se que, no Bloco 1, a formulação F-RH apresentou o menor desgaste. Esse resultado está de acordo com o trabalho prévio do autor, no qual se afirmou que a casca de arroz aumenta a resistência ao desgaste do material em condições de baixa temperatura, como as realizadas no Bloco 1 (Gehlen et al., 2022).

Os maiores valores de desgaste foram encontrados nas etapas de alta temperatura ( $TI > 100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) para todas as formulações. Nessa situação, a temperatura mais alta causou a degradação térmica da resina fenólica e levou a mudanças consideráveis nas características do material. Como resultado, um mecanismo de desgaste mais severo foi observado nas etapas com alta temperatura, onde grandes partículas (detritos) foram retiradas da superfície do material de fricção. A Figura 5.12-a mostra uma imagem dos detritos coletados para a formulação F-RH na etapa STP, destacando algumas partículas grandes. Em comparação, a Figura 5.12-b mostra os detritos coletados para a mesma formulação na etapa Recovery 2. Nessa etapa, o desgaste pode ser considerado brando e os detritos consistem em partículas pequenas.

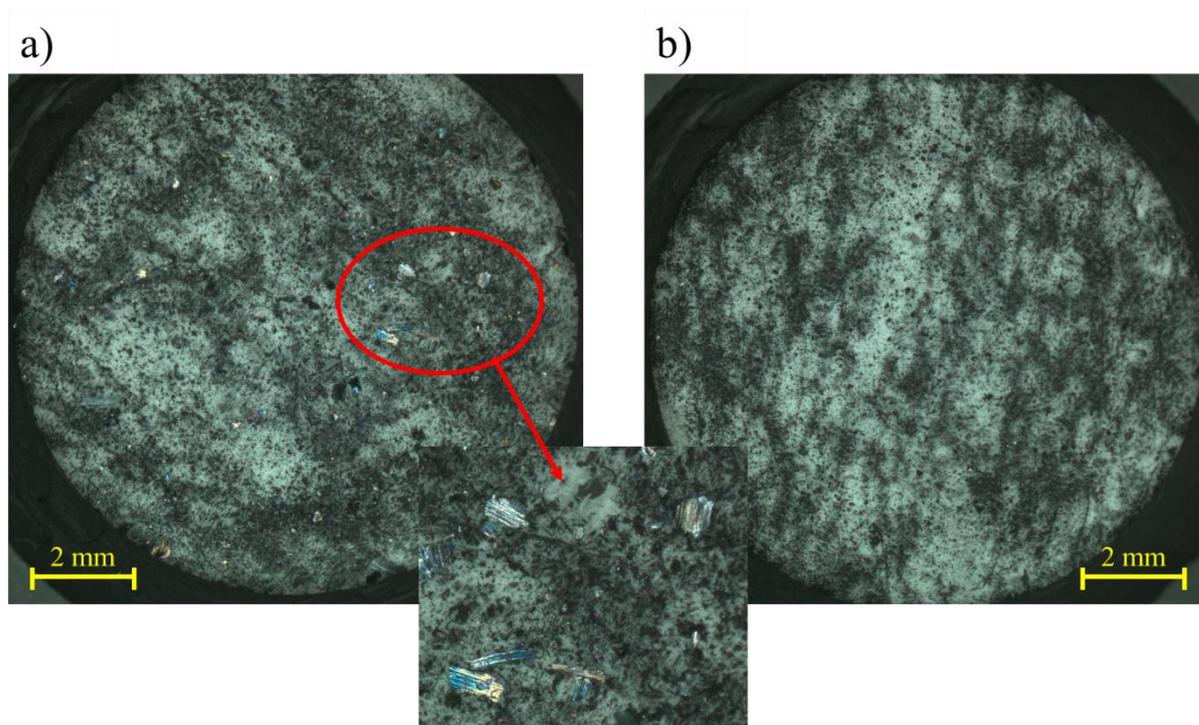


Figura 5.12 - Detritos coletados da formulação F-RH após as seguintes etapas: (a) STP, destacando as partículas grandes, (b) Recovery 2.

Com relação às emissões de material particulado, um outro estudo no qual o presente autor participou também avaliou materiais de fricção com casca de arroz e com cinzas de casca de arroz (Nogueira et al., 2022). Os ensaios tribológicos foram realizados em um equipamento do tipo pino no disco em temperatura ambiente, com duração de 5400 s, pressão de contato nominal de 1 MPa e uma velocidade de deslizamento constante de 1,51 m/s, o que corresponde

a condições de desgaste moderado. Para a análise da concentração de material particulado foi utilizado um medidor de partículas óptico acoplado ao equipamento, permitindo a medição da concentração do número de partículas com diâmetro de 0,3  $\mu\text{m}$  a 10  $\mu\text{m}$ . A formulação de material de fricção com apenas casca de arroz apresentou o menor valor médio de emissões, estando de acordo com os resultados de desgaste encontrados no presente estudo e apresentados anteriormente, onde a formulação com casca de arroz exibiu o menor desgaste nas etapas de baixa temperatura (Bloco 1). Lembrando que o valor de desgaste exibido na Figura 5.11 considera tanto os detritos que caem como o material particulado (detritos que ficam em suspensão no ar). Nos resultados de Nogueira et al., 2022, para a formulação com apenas cinzas de casca de arroz a concentração de material particulado foi a maior do estudo. Isso segue a tendência dos valores de desgaste do presente trabalho, onde a formulação F-RHA apresentou um desgaste superior a formulação F-RH na etapa do Bloco 1. Uma terceira formulação representando um típico material de fricção, ou seja, sem casca de arroz ou cinzas de casca de arroz, foi analisada por Nogueira et al., 2022, para servir de referência e apresentou uma emissão de material particulado intermediária entre as formulações estudadas. Por conveniência os resultados são apresentados na Figura A. 1 do ANEXO.

#### **5.4 Análise dos platôs de contato**

A Figura 5.13 apresenta a fração de área de platôs medida na superfície das amostras (em porcentagem da área total da amostra) para os MF desenvolvidos. Essa avaliação foi realizada durante o processo de inspeção, conforme indicado na Tabela 4.4. Os pontos do gráfico sem barra de erro (desvio padrão) correspondem aos pontos onde houve inspeção em apenas uma amostra. Formulações F-AL e F-RH exibiram comportamento relativamente similar, com um pico de fração de platôs após o Bloco 1, seguido de uma flutuação entre 4% e 14% nas etapas seguintes. No entanto, a fração de área de platôs apresentada pela formulação F-RHA teve um comportamento único. Nas etapas que ultrapassaram 500 °C (ou seja, após as etapas de Fade), a fração de platôs foi superior a 20%, atingindo o pico de 25% após o Fade 2. Enquanto isso, nas outras etapas, a formulação F-RHA apresentou uma fração de área de platôs de contato variando entre 4 e 13%. A maior área de platôs de contato para o material F-RHA após o Fade 1 e 2 pode estar associada à boa resistência à temperatura das partículas de cinza de casca de arroz, que são compostas principalmente de sílica ( $\text{SiO}_2$ ). Além disso, esse

comportamento explica a melhor resistência ao fenômeno de fade apresentada pela formulação F-RHA, conforme é visto na Figura 5.8. A maior fração de área de platôs manteve estável o comportamento do material de fricção, evitando que o CoF sofresse grandes reduções com o aumento da temperatura.

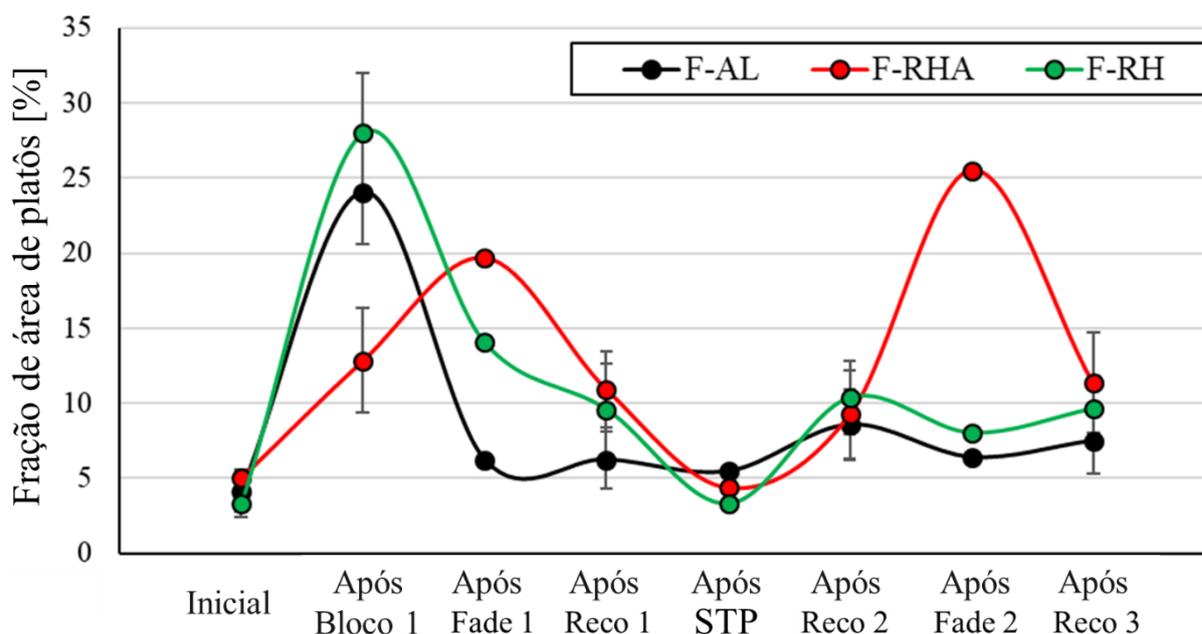


Figura 5.13 - Fração de área de platôs observados na superfície dos materiais de fricção.

A Figura 5.14 exibe microscopias após o processamento de segmentação das superfícies desgastadas após o Fade 2 para as formulações F-AL (Figura 5.14-a) e F-RHA (Figura 5.14-b), exemplificando a diferença entre os materiais na quantidade de platôs de contato (áreas brancas) nessa etapa do procedimento. Imagens de MEV também após o Fade 2 são exibidas para as formulações F-AL (Figura 5.14-c) e F-RHA (Figura 5.14-d). Por meio da análise de mapas de EDS foi possível encontrar uma partícula de cinza de casca de arroz parcialmente coberta por detritos, que também foi capaz de formar platôs secundários em seu entorno. Assim, observa-se que a partícula de cinza de casca de arroz (sílica) está localizada sob os detritos acumulados (platô secundário), atuando de forma semelhante aos platôs primários tradicionais (fibras de aço) que estão localizados na superfície superior do material de fricção e possuem os platôs secundários ancorados na sua frente.

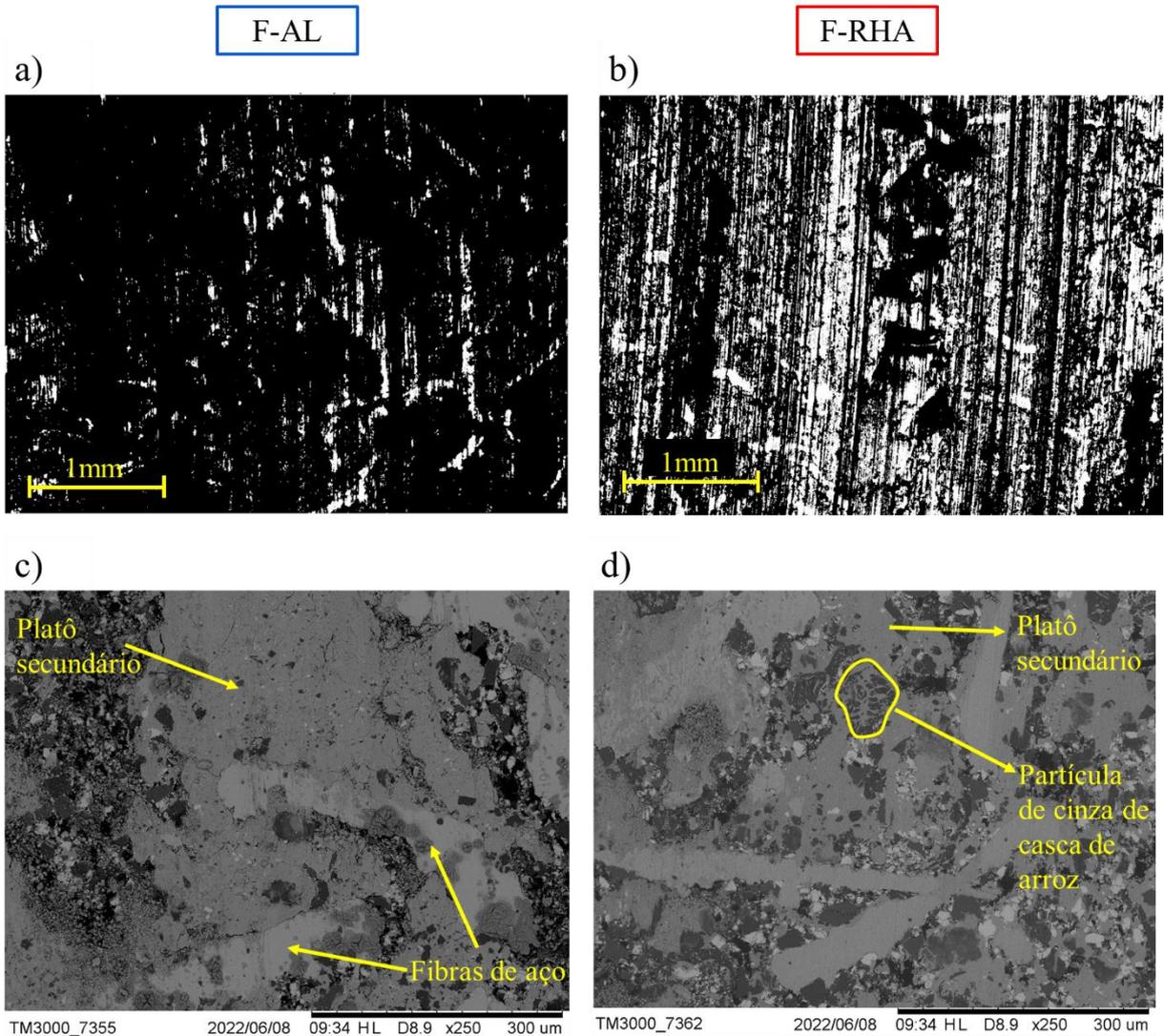


Figura 5.14 – Microscopias segmentadas (acima) e imagens MEV (abaixo) das superfícies desgastadas do material de fricção após o Fade 2 para formulação: (a, c) F-AL, (b, d) F-RHA.

As partículas de cinzas de casca de arroz são capazes de permanecer na superfície do material de fricção de forma mais eficiente que a alumina e a casca de arroz, permitindo que mais detritos sejam acumulados no seu entorno (Figura 5.14-d), criando assim mais platôs de contato (platôs secundários) na superfície das amostras da formulação F-RHA sob condições de alta temperatura do que nas demais formulações. Apesar da maior quantidade de platôs observados após as etapas de Fade para a formulação F-RHA, após a outra etapa realizada sob alta temperatura (após a etapa STP, com TI de até 500 °C), a fração de área de platôs foi baixa. Isso ocorre porque a etapa STP termina com frenagens realizadas com alta pressão de contato, criando condições muito severas e impossibilitando que os platôs de contato permaneçam na

superfície do material. Já foi relatado na literatura que as condições de alta pressão de contato causam a destruição dos platôs de contato em materiais de fricção (Barros et al., 2021).

O mecanismo das partículas de cinzas de casca de arroz (sílica) também foi identificado no estudo de Nogueira et al., 2022, com participação do presente autor, onde foram comparados materiais de fricção que possuíam na sua composição casca de arroz ou cinzas de casca de arroz ou alumina. Após os testes tribológicos, os materiais foram analisados por meio de MEV e EDS e foi identificado que o material com cinzas de casca de arroz formou a maior quantidade de platôs secundários na superfície da amostra. Além disso, outra observação importante diz respeito à formação dos platôs secundários sem a contribuição das fibras de aço como platôs primários para sustentá-los. Vários desses platôs foram encontrados nas amostras do material com cinzas de casca de arroz, enquanto que apenas algumas regiões pequenas com esse tipo de platô podem ser vistas (Fig. A2 do Anexo) nos MF com casca de arroz e alumina. Essas imagens podem ser encontradas na Figura A. 2 do ANEXO. Posteriormente, foi realizada uma análise dos platôs secundários na seção transversal dessas amostras o que revelou que a maioria dos platôs secundários foi formado na parte superior das partículas de cinza de casca de arroz, que são formadas principalmente por sílica (Figura A. 3 do ANEXO). A sílica originada das cinzas de casca de arroz aparece abaixo dos platôs secundários, atuando como suporte para esse tipo de estrutura, facilitando sua formação. Isso está associado ao fato da sílica possuir uma estrutura rachada e porosa. Estudos recentes relataram que compostos porosos, contendo estruturas semelhantes a ninhos/buracos (por exemplo, fibras minerais), favorecem a formação de platôs secundários sem a necessidade de platôs primários (Razo e Persoon, 2017; Zaquen et al., 2021). Isso é explicado pela capacidade desses poros (buracos) de reter e acumular pequenas partículas, comportando-se, assim, como uma espécie de reservatório de partículas, que são compactadas por deslizamento, pressão e aumento relevante da temperatura. As partículas de cinzas de casca de arroz que sustentam os platôs secundários foram encontradas em vários outros pontos durante a inspeção da seção transversal. Esse tipo de platô, o qual não fica ancorado em um platô primário, já foi relatado em outros estudos e é denominado platô secundário tipo II (Neis et al., 2017).

## 5.5 Análise do tribofilme

A Figura 5.15 exibe a quantidade média de tribofilme distribuída na superfície do disco e o desvio padrão médio da distribuição radial (em termos de intensidade de pixel) para as três formulações durante todo o procedimento AK Master. A superfície original de cada disco (sem tribofilme) exibe uma intensidade de pixel (tribofilme) de cerca de 100, por isso o gráfico da quantidade de tribofilme inicia em 100 na escala de intensidade de pixel (0-255).

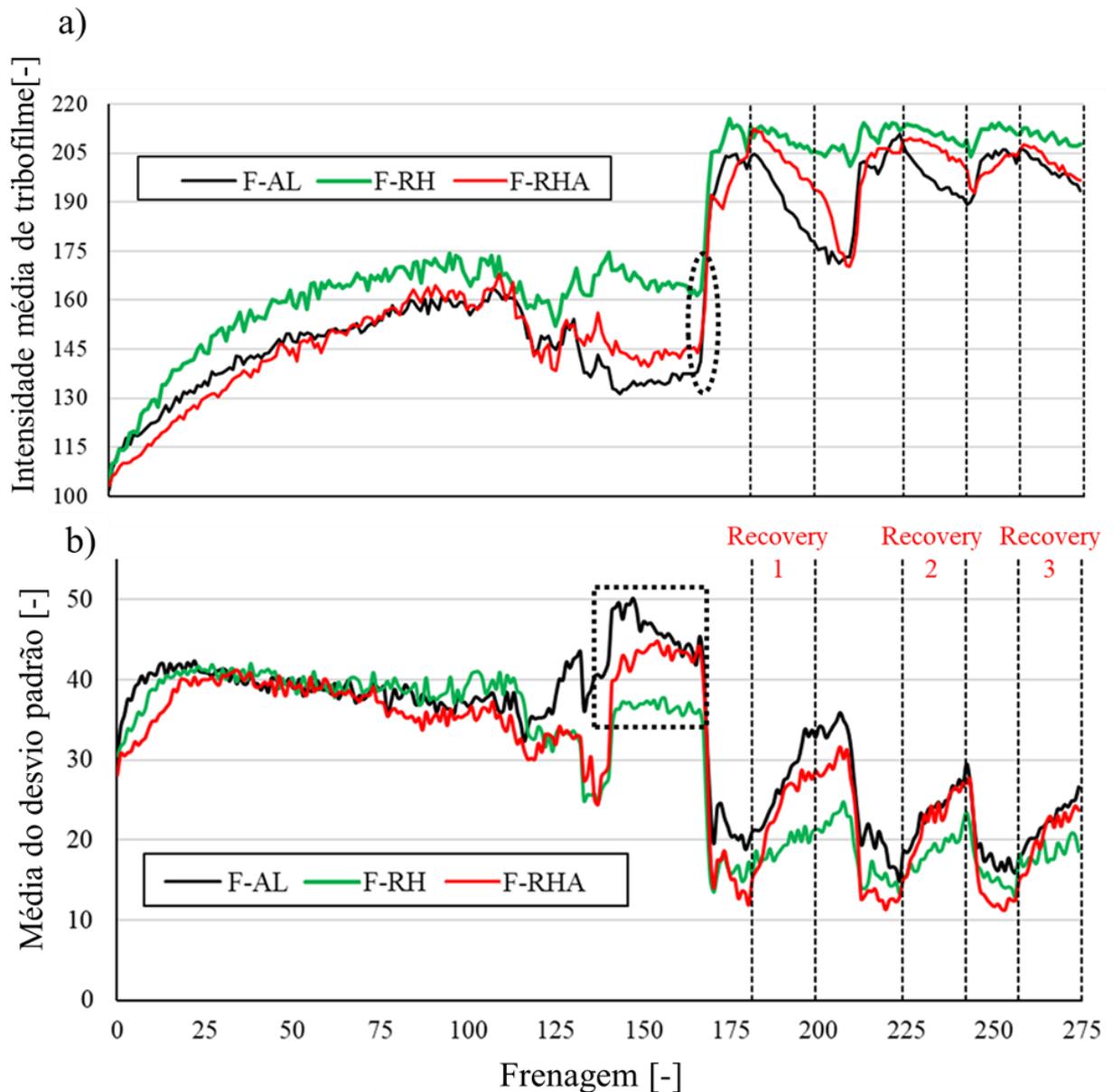


Figura 5.15 - Análise do tribofilme: (a) quantidade sobre a superfície do disco e (b) desvio padrão médio da distribuição radial.

De modo geral, a formulação F-RH apresentou o comportamento mais estável, bem como a maior quantidade de tribofilme entre as três formulações. As formulações F-AL e F-RHA apresentaram magnitudes de tribofilme similares durante todo o teste. O maior aumento de tribofilme observado para os três materiais é destacado na Figura 5.15-a (círculo) e ocorreu na transição entre o Bloco 1 (TI = 100 °C) e o Fade 1 (TI até 550 °C). Esse aumento no tribofilme é causado pela maior quantidade de detritos oriundos dos MF e gerados principalmente pela degradação térmica da resina fenólica. Com relação às etapas de Recovery (indicadas no gráfico), pode-se observar que as formulações F-AL e F-RHA se comportaram de forma diferente da F-RH. Enquanto o tribofilme no disco teve uma diminuição relativamente baixa no caso da F-RH, as outras formulações apresentaram uma redução acentuada no tribofilme. Isso está associado ao fato de que os materiais F-AL e F-RHA têm uma ação abrasiva maior do que a formulação F-RH, causada pela maior presença de óxidos duros. Dessa forma, nas frenagens mais brandas da etapa de Recovery, as partículas de alumina (F-AL) ou de sílica (F-RHA) causaram uma maior remoção do tribofilme no disco, enquanto a casca de arroz presente na F-RH não teve essa ação. Essa ação mais abrasiva dos materiais F-AL e F-RHA é condizente com o maior CoF apresentado nessas etapas de Recovery, o que está de acordo com Barros, 2022, que verificou que uma diminuição na intensidade do tribofilme na superfície do disco está relacionada a um aumento no CoF.

A remoção do tribofilme nas etapas de Recovery para as formulações F-AL e F-RHA também é notada pela maior heterogeneidade do tribofilme, como pode ser visto pelos valores mais altos de desvio padrão radial, mostrado na Figura 5.15-b. Os altos valores de desvio indicam que há áreas da trilha de atrito no disco sem tribofilme, aumentando sua heterogeneidade. O final do Bloco 1 (destacado com um quadrado) consiste em uma frenagem exatamente nas mesmas condições das etapas de Recovery, o que, por sua vez, também resultou em maior heterogeneidade (desvio padrão mais alto) do tribofilme para o F-AL e o F-RHA.

A Figura 5.16 mostra imagens da superfície do disco para as três formulações após a última frenagem das etapas: Bloco 1, Recovery 1 e Recovery 3. A maior heterogeneidade do tribofilme formado foi identificada após o final do Bloco 1 (frenagem número 165) para as três formulações, como pode ser visto nas imagens do disco na Figura 5.16-a, b, c. O tribofilme da formulação F-RH é mais homogêneo durante todo o teste do que o tribofilme das demais formulações, apresentando o menor desvio padrão. Em relação às etapas de Recovery, o F-RH obteve uma distribuição de tribofilme com menos arranhões (marcas abrasivas), como pode ser

visto na Figura 5.16-d,g. Já a superfície do disco das formulações F-AL e F-RHA exibe regiões com mais deposição de tribofilme e regiões com pouco tribofilme (regiões mais escuras e mais claras ao longo da trilha de atrito), como pode ser visto na Figura 5.16-e,f,h,i. Os resultados da heterogeneidade do tribofilme estão associados ao CoF nominal de cada material (Performance  $\mu$ ), apresentado na Figura 5.3, em que a formulação F-RH apresentou um nível de atrito menor do que as outras formulações. Dessa forma, a menor ação abrasiva da casca de arroz presente na formulação F-RH possibilitou a formação de um tribofilme mais homogêneo. Para as formulações F-AL e F-RHA, que apresentaram valores mais elevados de Performance  $\mu$ , a maior ação abrasiva das partículas de alumina e sílica resultaram em marcas abrasivas no tribofilme, aumentando a sua heterogeneidade.

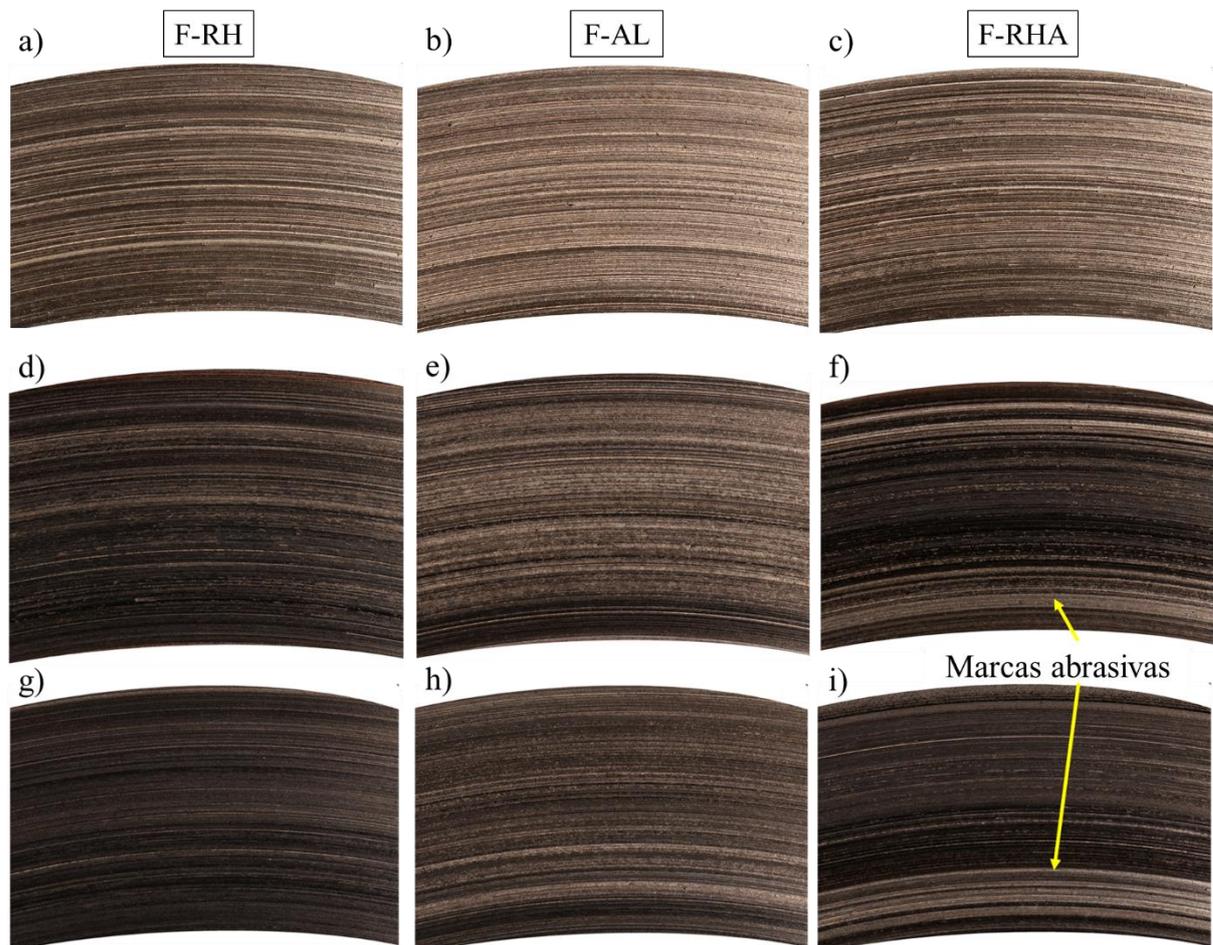


Figura 5.16 - Imagens do tribofilme no disco para as três formulações, tiradas após: (a, b, c) Bloco 1, (d, e, f) Recovery 1, (g, h, i) Recovery 3.

## 5.6 Discussão geral

A Tabela 5.2 apresenta o valor médio dos principais resultados obtidos nos testes tribológicos para cada formulação, considerando todas as quatro repetições. Análise de variância ANOVA foi realizada nesses resultados e é indicado se houve ou não diferença/semelhança significativa entre todas ou algumas formulações. Com relação ao desgaste total específico, as formulações propostas com casca de arroz e cinzas de casca de arroz exibiram um valor médio inferior ao da formulação de referência (F-AL). Apesar de não ter sido apontado diferença significativa entre as formulações, esse resultado indica o potencial da casca de arroz e das cinzas de casca de arroz em aumentar a resistência ao desgaste.

Tratando do coeficiente de atrito, segundo Blau, 2001, a faixa típica de CoF para materiais de fricção de freio automotivo é entre 0,3 e 0,6. Dessa forma, levando em conta os valores do Performance  $\mu$  (faixa de 0,35 até 0,43), é possível concluir que o nível de atrito nominal de cada formulação desenvolvida foi satisfatório e atende os padrões da indústria. ANOVA indicou que as três formulações são significativamente diferentes entre si, comprovando que cada material possui um nível nominal de atrito diferente. Com base nisso, pode-se dizer que o uso das cinzas de casca de arroz como um modificador de atrito (abrasivo) foi correto, pois a formulação F-RHA apresentou o maior valor de Performance  $\mu$  (0,43). Por outro lado, o uso da casca de arroz como um modificador de atrito não é o ideal, já que a formulação F-RH exibiu um nível de atrito inferior ao da formulação de referência (0,35 e 0,38 respectivamente).

Analisando a métrica de Resistência ao fade, houve diferença significativa da formulação F-RH para as demais. Portanto, a adição de casca de arroz na formulação prejudicou o desempenho do atrito com o aumento da temperatura, sendo causado pela presença de fibras naturais que não suportam as temperaturas elevadas de até 550 °C. Já a formulação com cinzas de casca de arroz apresentou desempenho similar à formulação F-AL. No caso do %Recuperação, as três formulações tiveram valores próximos a 100%, que é o caso ideal onde o material não perde as suas propriedades de atrito após o aumento da temperatura. Através da ANOVA foi identificado apenas diferença entre as formulações F-RH (96,6) e F-AL (101,8), sinalizando uma redução no desempenho com a adição de casca de arroz.

Com relação à fração de área de platôs de contato, todas formulações possuem valor médio total semelhante. Porém, a formulação F-RHA se destaca após as etapas de Fade,

conforme foi discutido anteriormente na seção 5.4, onde teve valores superiores a 20%. A respeito da quantidade de tribofilme formado no disco, a formulação F-RH foi superior, sendo capaz de formar um tribofilme mais intenso e mais homogêneo. ANOVA indicou diferença significativa entre a formulação F-RH e F-AL, que formou menos tribofilme. Isso está associado à diferença significativa vista anteriormente nas métricas do atrito da formulação F-RH para a F-AL, onde foi visto que a casca de arroz da formulação F-RH possui uma ação abrasiva inferior à alumina presente em F-AL. Dessa forma, a formulação F-RH é menos agressiva ao disco e permite uma formação de tribofilme mais homogêneo. Com relação às cinzas de casca de arroz, seu desempenho não é significativamente diferente da formulação F-RH ou F-AL na quantidade de tribofilme.

Em síntese, a adição de casca de arroz foi prejudicial para as métricas de atrito. Apesar disso, apresenta potencial como um ingrediente de preenchimento ou reforço, em razão do baixo desgaste total e da melhor formação de tribofilme exibidas. As cinzas de casca de arroz apresentaram desempenho tribológico satisfatório, sendo similar à formulação de referência, comprovando o bom funcionamento como um modificador de atrito (abrasivo).

Tabela 5.2 – Resumo dos principais resultados do teste tribológico: valores médios de todas as repetições para cada formulação.

	Desgaste total [cm <sup>3</sup> /(Nm)]	Performance $\mu$ [-]	Resistência ao fade [%]	Recuperação [%]	Fração de área de platôs [%]	Intensidade de tribofilme final [-]
<b>F-RH</b>	3,29E-07	0,35	75,8	96,9	10,8	207,7
<b>F-RHA</b>	3,35E-07	0,43	88,5	100,1	12,4	196,7
<b>F-AL</b>	3,60E-07	0,38	86,4	101,8	8,6	193,6
<b>ANOVA identificou diferença ou semelhança?</b>	Não	Diferença	Diferença com F-RH	Diferença entre F-RH e F-AL	Não	Diferença entre F-RH e F-AL

## 6. CONCLUSÕES

A fabricação de materiais de fricção de freio contendo casca de arroz e cinzas de casca de arroz foi o tema do presente estudo. Por meio do uso de um protocolo de teste de freio (SAE J2522), três formulações foram desenvolvidas e avaliadas. Os testes foram realizados em um tribômetro de freio em escala laboratorial, capaz de reproduzir as condições reais das frenagens automotivas. As principais conclusões do estudo são listadas abaixo:

- Com relação à avaliação termogravimétrica, quanto maior o teor de matéria orgânica, maior a degradação térmica do material de fricção após 350 °C. Apesar disso, até 650 °C, todas as formulações mantiveram mais de 90% de sua massa inicial;
- A formulação com cinza de casca de arroz (F-RHA) apresentou maior CoF, maior resistência ao fade, maior %Recuperação e desgaste semelhante ao da formulação de referência (F-AL), indicando um desempenho tribológico adequado;
- A formulação F-RHA apresentou uma alta porcentagem de platôs de contato em aplicações de alta temperatura, devido às partículas de cinzas de casca de arroz (sílica) serem capazes de resistir e acumular detritos;
- A formulação F-RH apresentou o menor CoF e a menor ação abrasiva contra o disco, exibindo maior conteúdo de tribofilme na superfície do disco e com uma distribuição mais homogênea do que as outras formulações;
- Para todas as formulações a taxa de desgaste específico foi maior nas etapas do procedimento que envolviam alta temperatura, resultando em um mecanismo de desgaste mais severo, capaz de remover platôs e partículas inteiras da superfície dos MF;

Concluindo, os resultados do teste de frenagem discutidos acima indicam que as cinzas de casca de arroz podem ser empregadas como um ingrediente modificador de atrito em

materiais de fricção, o que pode ser um passo significativo para o desenvolvimento de materiais de fricção ecologicamente corretos.

### **6.1 Sugestões para trabalhos futuros**

Após o término do presente trabalho ainda existem alguns pontos de interesse a serem estudados, os quais são listados a seguir:

- O estudo da performance tribológica de um material de fricção com a combinação de ambos os ingredientes casca de arroz e cinzas de casca de arroz;
- Análise da propensão ao ruído de baixa frequência (estudo do fenômeno de *stick-slip*) em materiais de fricção com casca de arroz e cinzas de casca de arroz;
- Caracterização mecânica aprofundada dos materiais de fricção desenvolvidos, como testes de compressibilidade, impacto, resistência ao cisalhamento, à tração e à flexão.

## REFERÊNCIAS

- Ali, S., Kumar, N., Grewal, J. S. G., Thakur, V., Chau, K. W., & Kumar, M. Coconut waste fiber used as brake pad reinforcement polymer composite and compared to standard Kevlar-based brake pads to produce an asbestos free brake friction material. **Polymer Composites**, v. 43, n. 3, p. 1518-1525, 2022.
- Amirjan, Mostafa. Microstructure, wear and friction behavior of nanocomposite materials with natural ingredients. **Tribology International**, v. 131, p. 184-190, 2019.
- Aranganathan, N., Bijwe, J. Development of copper-free eco-friendly brake-friction material using novel ingredients. **Wear**, v. 352, p. 79-91, 2016.
- Barros, L. Y. **Estudo da influência do cobre no desempenho tribológico de pastilhas de freio automotivo**. 2018, 11 f. Tese (Mestrado em engenharia mecânica) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2018.
- Barros, L.Y., Neis, P.D., Ferreira, N.F., Pavlak, R.P., Masotti, D., Matozo, L.T., Sukumaran, J., De Baets, P., Andó, M. Morphological analysis of pad-disc system during braking operations. **Wear**, vol. 352–353, pp.112–121. 2016.
- Barros, L.Y., Poletto, J.C., Buneder, D., Flores, R., Gehlen, G., Neis, P.D., Ferreira, N.F., Matozo, L.T. An experimental study of the transition in the wear regime of brake friction materials. **Polymer Composites**, ed.March, pp.1–12. 2021.
- Barros, Liu Yesukai de. Estudo da transição do regime de desgaste de materiais de fricção aplicados a freios automotivos. 2022.
- Bijwe, Jayashree. Composites as friction materials: Recent developments in non-asbestos fiber reinforced friction materials—a review. **Polymer composites**, v. 18, n. 3, p. 378-396, 1997.
- Binda, Felipe Ferreira et al. Friction elements based on phenolic resin and slate powder. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 9, n. 3, p. 3378-3383, 2020.
- Birch, T.W. Automotive braking systems. 3rd ed., New York, Learning, Delmar Cengage. 1998.
- Blau, Peter J. **Compositions, functions, and testing of friction brake materials and their additives**. Oak Ridge National Lab.(ORNL), Oak Ridge, TN (United States), 2001.
- Burhan, S. K., Abed, M. M., & Salih, M. A. Rice Husk Ash as a nano-filler to synthesize thermosetting polymer nanocomposites and evaluation of its tribological behavior. **Kufa Journal of Engineering**, v. 10, n. 1, p. 78-91, 2019.
- Canal da peça. <https://www.canaldapeca.com.br/blog/disco-de-freio-manter-retificar-trocar/>. Acessado em 10 de maio de 2023.
- Chand, N., Sharma, P., & Fahim, M. Tribology of maleic anhydride modified rice-husk filled polyvinylchloride. **Wear**, v. 269, n. 11-12, p. 847-853, 2010.

Chaudhary, V., & Ahmad, F. A review on plant fiber reinforced thermoset polymers for structural and frictional composites. **Polymer Testing**, v. 91, p. 106792, 2020.

Choosri, S., Sombatsompop, N., Wimolmala, E., & Thongsang, S. Potential use of fly ash and bagasse ash as secondary abrasives in phenolic composites for eco-friendly brake pads applications. **Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part D: Journal of Automobile Engineering**, v. 233, n. 5, p. 1296-1305, 2019.

Cook, D. J., Pama, R. P., & Paul, B. K. Rice husk ash-lime-cement mixes for use in masonry units. **Building and Environment**, v. 12, n. 4, p. 281-288, 1977.

Ding, M., Deng, Z., Huang, Z., & Wang, Y. Recovery of polyimide waste film by mechanical method to improve the heat fade resistance of BPR matrix friction composites. **Wear**, v. 502, p. 204398, 2022.

Eriksson, M. **Friction and contact phenomena of disc brakes related to squeal**. Uppsala, Sweden: Acta Universitatis Upsaliensis, 2000.

Eriksson, M., Bergman, F., & Jacobson, S. On the nature of tribological contact in automotive brakes. **Wear**, v. 252, n. 1-2, p. 26-36, 2002.

Eriksson, M., & Jacobson, S. Tribological surfaces of organic brake pads. **Tribology international**, v. 33, n. 12, p. 817-827, 2000.

Eriksson, M., Lord, J., & Jacobson, S. Wear and contact conditions of brake pads: dynamical in situ studies of pad on glass. **Wear**, v. 249, n. 3-4, p. 272-278, 2001.

Fapohunda, C., Akinbile, B., & Shittu, A. Structure and properties of mortar and concrete with rice husk ash as partial replacement of ordinary Portland cement—A review. **International Journal of Sustainable Built Environment**, v. 6, n. 2, p. 675-692, 2017.

Fernandes, I. J., dos Santos, E. C., Oliveira, R., Reis, J. M., Calheiro, D., Moraes, C. A., & Modolo, R. C. Caracterização do resíduo industrial casca de arroz com vistas a sua utilização como biomassa. **6º Fórum Internacional de Resíduos Sólidos**, p. 1-9, 2015.

Garg, B. D., Cadle, S. H., Mulawa, P. A., Groblicki, P. J., Laroo, C., & Parr, G. A. Brake wear particulate matter emissions. **Environmental Science & Technology**, v. 34, n. 21, p. 4463-4469, 2000.

Gasser, M., Riediker, M., Mueller, L., Perrenoud, A., Blank, F., Gehr, P., & Rothen-Rutishauser, B. Toxic effects of brake wear particles on epithelial lung cells in vitro. **Particle and Fibre Toxicology**, v. 6, n. 1, p. 1-13, 2009.

Gehlen, G. D. S., Neis, P. D., Barros, L. Y. D., Poletto, J. C., Ferreira, N. F., & Amico, S. C. Tribological performance of eco-friendly friction materials with rice husk. **Wear**, v. 500, p. 204374, 2022.

Halderman, J.D., Mitchell, C.D. *Automotive brake system*. 3rd ed., New Jersey, Pearson Education. 2004.

- Harrison, R. M., Jones, A. M., Gietl, J., Yin, J., & Green, D. C. Estimation of the contributions of brake dust, tire wear, and resuspension to nonexhaust traffic particles derived from atmospheric measurements. **Environmental science & technology**, v. 46, n. 12, p. 6523-6529, 2012.
- Helland, A., Wick, P., Koehler, A., Schmid, K., & Som, C. Reviewing the environmental and human health knowledge base of carbon nanotubes. **Environmental health perspectives**, v. 115, n. 8, p. 1125-1131, 2007.
- Hoy, R. F., & Chambers, D. C. Silica-related diseases in the modern world. **Allergy**, v. 75, n. 11, p. 2805-2817, 2020.
- Jang, H., Ko, K., Kim, S.J., Basch, R.H., Fash, J.W. The effect of metal fibers on the friction performance of automotive brake friction materials. **Wear**, vol. 256, ed.3-4, pp.406-414. 2004.
- Jayashree, P., Matějka, V., Leonardi, M., & Straffelini, G. The influence of the addition of different kinds of slags on the friction and emission behavior of a commercially employed friction material formulation. **Wear**, v. 522, p. 204705, 2023.
- Jayashree, P., Straffelini, G. The influence of the addition of aluminum anodizing waste on the friction and emission behavior of different kinds of friction material formulations. **Tribology International**, v. 173, p. 107676, 2022.
- Kalel, N., Bhatt, B., Darpe, A., & Bijwe, J. Copper-free brake-pads: A break-through by selection of the right kind of stainless steel particles. **Wear**, v. 464, p. 203537, 2021.
- Kchaou, M., Sellami, A., Fajoui, J., Kus, R., Elleuch, R., & Jacquemin, F. Tribological performance characterization of brake friction materials: What test? What coefficient of friction?. **Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part J: Journal of Engineering Tribology**, v. 233, n. 1, p. 214-226, 2019.
- Kim, Y. C., Cho, M. H., Kim, S. J., & Jang, H. The effect of phenolic resin, potassium titanate, and CNSL on the tribological properties of brake friction materials. **Wear**, v. 264, n. 3-4, p. 204-210, 2008.
- Kolluri, D., Ghosh, A. K., & Bijwe, J. Analysis of load-speed sensitivity of friction composites based on various synthetic graphites. **Wear**, v. 266, n. 1-2, p. 266-274, 2009.
- Kukutschová, J., Roubíček, V., Mašláň, M., Jančík, D., Slovák, V., Malachová, K., ... & Filip, P. Wear performance and wear debris of semimetallic automotive brake materials. **Wear**, v. 268, n. 1-2, p. 86-93, 2010.
- Kumar, M., Bijwe, J. Composite friction materials based on metallic fillers: sensitivity of  $\mu$  to operating variables. **Tribology International**, v. 44, n. 2, p. 106-113, 2011.
- Kumar, N., Grewal, J. S., Kumar, S., Ali, S., & Kumar, N. A novel Himachal's Bagar (Sabai) grass fiber used as a brake friction material in brake polymer composite and compared to standard brake friction material. **Polymer Composites**, v. 43, n. 1, p. 215-224, 2022.

Kumar, N., Grewal, J. S., Kumar, N., Kumar, S., & Ali, S. A novel *Pinus roxburghii* natural leaves fiber used as reinforcement polymer composite: As asbestos-free brake friction material. **Polymer Composites**, v. 43, n. 1, p. 566-573, 2022.

Kumar, N., Mehta, V., Kumar, S., Grewal, J. S., & Ali, S. Bamboo natural fiber and PAN fiber used as a reinforced brake friction material: developed asbestos-free brake pads. **Polymer Composites**, v. 43, n. 5, p. 2888-2895, 2022.

Kumar, V. V., & Kumaran, S. S. Friction material composite: types of brake friction material formulations and effects of various ingredients on brake performance—a review. **Materials Research Express**, v. 6, n. 8, p. 082005, 2019.

Lee, P.W., Filip, P. Friction and wear of Cu-free and Sb-free environmental friendly automotive brake materials. **Wear**, vol. 302, ed.1–2, pp.1404–1413. 2013.

Limpert, R. **Brake Design and Safety**. ed. 2, 1999.

Liu, Y., Wang, L., Liu, D., Ma, Y., Tian, Y., Tong, J., ... & Saravanakumar, S. Evaluation of wear resistance of corn stalk fiber reinforced brake friction materials prepared by wet granulation. **Wear**, v. 432, p. 102918, 2019.

Lu, Y. A combinatorial approach for automotive friction materials: Effects of ingredients on friction performance. **Composites Science and Technology**, v. 66, n. 3-4, p. 591-598, 2006.

Ma, Y., Wu, S., Zhuang, J., Tong, J., & Qi, H. Tribological and physio-mechanical characterization of cow dung fibers reinforced friction composites: An effective utilization of cow dung waste. **Tribology International**, v. 131, p. 200-211, 2019.

Mahale, V., Bijwe, J., & Sinha, S. A step towards replacing copper in brake-pads by using stainless steel swarf. **Wear**, v. 424, p. 133-142, 2019.

Mahale, V., Bijwe, J., & Sinha, S. Efforts towards green friction materials. **Tribology International**, v. 136, p. 196-206, 2019.b

Masotti, D., Neis, P., Ferreira, N., Gomes, K., Poletto, J., Matozo, L. Experimental evaluation of surface morphology characteristics during stick-slip process at low speed sliding test. **SAE International Journal of Passenger Cars - Mechanical Systems**. 2015.

Matějka, V., Fu, Z., Kukutschová, J., Qi, S., Jiang, S., Zhang, X., ... & Lu, Y. Jute fibers and powderized hazelnut shells as natural fillers in non-asbestos organic non-metallic friction composites. **Materials & Design**, v. 51, p. 847-853, 2013.

Menapace, C., Mancini, A., Federici, M., Straffelini, G., & Gialanella, S. Characterization of airborne wear debris produced by brake pads pressed against HVOF-coated discs. **Friction**, v. 8, p. 421-432, 2020.

Ministério da agricultura, pecuária e abastecimento (mapa). **Brasil projeções do agronegócio 2019/2020 a 2029/2030**. Disponível em: <<https://www.gov.br/agricultura/pt-br/assuntos/politica-agricola/todas-publicacoes-de-politica-agricola/projecoes-do->

agronegocio/projecoes-do-agronegocio\_2019\_20-a-2029\_30.pdf>. Acessado em: 9 de maio de 2023.

Morais, M. R., Seye, O., & Freitas, K. T. D. Obtenção de briquetes de carvão vegetal de cascas de arroz utilizando baixa pressão de compactação. **Proceedings of the 6. Encontro de Energia no Meio Rural**, 2006.

Mutlu, I. Investigation of tribological properties of brake pads by using Rice Straw and Rice Husk Dust. **Journal of Applied sciences**, v. 9, n. 2, p. 377-381, 2009.

Mutlu, I., Keskin, A. Wear behavior of rice straw powder in automotive brake pads. **Materials Testing**, v. 63, n. 5, p. 458-461, 2021.

Mwaikambo, L. Y., & Ansell, M. P. The determination of porosity and cellulose content of plant fibers by density methods. **Journal of materials science letters**, v. 20, n. 23, p. 2095-2096, 2001.

Neis, P. D., Ferreira, N. F., Fekete, G., Matozo, L. T., & Masotti, D. Towards a better understanding of the structures existing on the surface of brake pads. **Tribology International**, v. 105, p. 135-147, 2017.

Neis, P. D., Ferreira, N. F., & Poletto, J. C. A comparative analysis of original and aftermarket brake pads sold in the Brazilian market. **Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering**, v. 38, p. 1935-1945, 2016.

Neis, P.D. Projeto e construção de um tribômetro com controle independente da temperatura do disco. Universidade Federal do Rio Grande do Sul (Brasil) e Universidade de Ghent (Bélgica). 2012.

Neis, P.D., Ferreira, N.F., Sukuraman, J., Beats, P.D., Andó, M., Matozo, L.T., Masotti, D. Characterization of surface morphology and its correlation with friction performance of brake pads. **Sustainable construction & design**, vol. 6, ed.1. 2015.

Nirmal, U., Hashim, J., & Ahmad, M. M. A review on tribological performance of natural fibre polymeric composites. **Tribology International**, v. 83, p. 77-104, 2015.

Nogueira, A. P. G., da Silva Gehlen, G., Neis, P. D., Ferreira, N. F., Gialanella, S., & Straffelini, G. Rice husk as a natural ingredient for brake friction material: A pin-on-disc investigation. **Wear**, v. 494, p. 204272, 2022.

Nogueira, A. P. G. Particulate Matter Emission Issues in Brake Systems. 2022.

Oberdörster, G., Maynard, A., Donaldson, K., Castranova, V., Fitzpatrick, J., Ausman, K., ... & Yang, H. Principles for characterizing the potential human health effects from exposure to nanomaterials: elements of a screening strategy. **Particle and fibre toxicology**, v. 2, n. 1, p. 1-35, 2005.

Omatola, K. M., & Onojah, A. D. Elemental analysis of rice husk ash using X-ray fluorescence technique. **International journal of physical sciences**, v. 4, n. 4, p. 189-193, 2009.

Omrani, E., Menezes, P. L., & Rohatgi, P. K. State of the art on tribological behavior of polymer matrix composites reinforced with natural fibers in the green materials world. **Engineering Science and Technology, an International Journal**, v. 19, n. 2, p. 717-736, 2016.

Österle, W., Urban, I. Third body formation on brake pads and rotors. **Tribology International**, v. 39, n. 5, p. 401-408, 2006.

Ostermeyer, G.P. On the dynamics of the friction coefficient. **Wear**, vol. 254, ed.9, pp.852–858. 2003.

Ostermeyer, G.P., Wilkening, L. Experimental Investigations of the Topography Dynamics in Brake Pads. **SAE International Journal of Passenger Cars - Mechanical Systems**, vol. 6, ed.3, pp.2013-01–2027. 2013.

Otsu, N. A Threshold Selection Method from Gray-Level Histograms. **IEEE Transactions on Systems, Man, and Cybernetics**, vol. 9, ed.1, pp.62–66. 1979.

Öztürk, B. Ü. L. E. N. T., & Mutlu, T. U. R. G. A. Y. Effects of zinc borate and fly ash on the mechanical and tribological characteristics of brake friction materials. **Tribology Transactions**, v. 59, n. 4, p. 622-631, 2016.

Paramasivam, K., Jayaraj, J. J., Ramar, K., Subramani, Y., Ajithkumar, K., & Kabilan, N. Evaluation of natural fibers for the production of automotive brake pads replacement for asbestos brake pad. In: **AIP Conference Proceedings**. AIP Publishing LLC, 2020. p. 040005.

Pavlak, R.P., Neis, P.D., Poletto, J.C., De Barros, L.Y., Ferreira, N.F. Wear, Friction and NVH Characterization Using a Laboratory-Scale Tribometer. **SAE Technical Papers**, vol. Part F1298, ed.May, pp.1–7. 2017.

Poletto, J.C., Barros, L.Y., Neis, P.D., Ferreira, N.F. Analysis of the error in the estimation of the morphology of contact plateaus existing on the surface of brake pads. **Tribology International**, vol. 126, pp.297–306. 2018.

Pope III, C. Arden et al. Lung cancer, cardiopulmonary mortality, and long-term exposure to fine particulate air pollution. **Jama**, v. 287, n. 9, p. 1132-1141, 2002.

Pouey, M. T. F. Beneficiamentos da cinza de casca de arroz residual com vistas à produção de cimento composto e/ou pozolânico. 2006.

Prasad, D. S., Krishna, A. R. Tribological properties of A356. 2/RHA composites. **Journal of Materials Science & Technology**, v. 28, n. 4, p. 367-372, 2012.

Prasad, D. S., Krishna, A. R. Tribological properties of A356. 2/RHA composites. **Journal of Materials Science & Technology**, v. 28, n. 4, p. 367-372, 2012.

Primaningtyas, W. E., Sakura, R. R., Syafi'i, I., & Adhyaksa, A. A. G. A. D. Asbestos-free brake pad using composite polymer strengthened with rice husk powder. In: **IOP Conference Series: Materials Science and Engineering**. IOP Publishing, 2019. p. 012015.

Qi, H. S., Day, A. J. Investigation of disc/pad interface temperatures in friction braking. **Wear**, v. 262, n. 5-6, p. 505-513, 2007.

Rajan, R., Tyagi, Y. K., Pruncu, C. I., Kulshreshtha, S., Ranakoti, L., & Singh, T. Tribological performance evaluation of slag waste filled phenolic composites for automotive braking applications. **Polymer Composites**, v. 43, n. 10, p. 7118-7129, 2022.

Razo, D. A. S., & Persoon, F. Bio-Soluble Chemical Composition for Complementary Mineral Fibres: An Enhanced Tribologic Effect and Its Influence on Disc Wear. **SAE International Journal of Materials and Manufacturing**, v. 10, n. 1, p. 1-18, 2017.

Reghunadhan, A., Datta, J., Jaroszewski, M., Kalarikkal, N., & Thomas, S. Polyurethane glycolysate from industrial waste recycling to develop low dielectric constant, thermally stable materials suitable for the electronics. **Arabian Journal of Chemistry**, v. 13, n. 1, p. 2110-2120, 2020.

Riediker, M., Devlin, R. B., Griggs, T. R., Herbst, M. C., Bromberg, P. A., Williams, R. W., & Cascio, W. E. Cardiovascular effects in patrol officers are associated with fine particulate matter from brake wear and engine emissions. **Particle and Fibre Toxicology**, v. 1, n. 1, p. 1-10, 2004.

Rumble, J. (Ed.). CRC handbook of chemistry and physics. 2017.

Samet, J. M., Dominici, F., Curriero, F. C., Coursac, I., & Zeger, S. L. Fine particulate air pollution and mortality in 20 US cities, 1987–1994. **New England journal of medicine**, v. 343, n. 24, p. 1742-1749, 2000.

Sanders, P.G., Dalka, T.M., Basch, R.H. A reduced-scale brake dynamometer for friction characterization. **Tribology International**, vol. 34, ed.9, pp.609–615. 2001.

Satapathy, B. K., & Bijwe, J. Composite friction materials based on organic fibres: Sensitivity of friction and wear to operating variables. **Composites Part A: applied science and manufacturing**, v. 37, n. 10, p. 1557-1567, 2006.

Satapathy, B. K., & Bijwe, J. Performance of friction materials based on variation in nature of organic fibres: Part I. Fade and recovery behaviour. **Wear**, v. 257, n. 5-6, p. 573-584, 2004.

Shen, H., Forssberg, E. An overview of recovery of metals from slags. **Waste management**, v. 23, n. 10, p. 933-949, 2003.

Shutterstock. <https://www.shutterstock.com/pt/image-vector/hydraulic-drum-brake464241068>. Acessado em 20 de abril de 2023.

Singaravelu, D. L., Vijay, R., & Filip, P. Influence of various cashew friction dusts on the fade and recovery characteristics of non-asbestos copper free brake friction composites. **Wear**, v. 426, p. 1129-1141, 2019.

Singh, B. Rice husk ash. In: **Waste and supplementary cementitious materials in concrete**. Woodhead Publishing, 2018. p. 417-460.

Singh, T., Rathi, M. K., Patnaik, A., Chauhan, R., Ali, S., & Fekete, G. Application of waste tire rubber particles in non-asbestos organic brake friction composite materials. **Materials Research Express**, v. 6, n. 3, p. 035703, 2018.

Singh, T., Pruncu, C. I., Gangil, B., Singh, V., & Fekete, G. Comparative performance assessment of pineapple and Kevlar fibers based friction composites. **Journal of materials research and technology**, v. 9, n. 2, p. 1491-1499, 2020.

Singh, T., Tiwari, A., Patnaik, A., Chauhan, R., & Ali, S. Influence of wollastonite shape and amount on tribo-performance of non-asbestos organic brake friction composites. **Wear**, v. 386, p. 157-164, 2017.

Singh, T., Singh, V., Ranakoti, L., & Kumar, S. Optimization on tribological properties of natural fiber reinforced brake friction composite materials: Effect of objective and subjective weighting methods. **Polymer Testing**, v. 117, p. 107873, 2023.

Singh, T. Comparative performance of barium sulphate and cement by-pass dust on tribological properties of automotive brake friction composites. **Alexandria Engineering Journal**, v. 72, p. 339-349, 2023.

Singh, T. Utilization of cement bypass dust in the development of sustainable automotive brake friction composite materials. **Arabian Journal of Chemistry**, v. 14, n. 9, p. 103324, 2021.

Song, W., Park, J., Choi, J., Lee, J. J., & Jang, H. Effects of reinforcing fibers on airborne particle emissions from brake pads. **Wear**, v. 484, p. 203996, 2021.

Straif, K., Benbrahim-Tallaa, L., Baan, R., Grosse, Y., Secretan, B., El Ghissassi, F., ... & Coglianò, V. A review of human carcinogens—part C: metals, arsenic, dusts, and fibres. **The lancet oncology**, v. 10, n. 5, p. 453-454, 2009.

Sugita, S. On the economical production of large quantities of highly reactive rice husk ash. In: **Proceedings of the International Symposium on Innovative World of Concrete (ICI-IWC'93)**. 1993. p. 2.

Terra de arroz. [https://www.ufrgs.br/alimentus1/terraearroz/grao/gr\\_divisao.htm](https://www.ufrgs.br/alimentus1/terraearroz/grao/gr_divisao.htm). Acessado em 14 de abril de 2023.

Vieira, A. C., de Souza, S. N. M., Bariccatti, R. A., Siqueira, J. A. C., & Nogueira, C. E. C. Caracterização da casca de arroz para geração de energia. **Varia scientia agrárias**, v. 3, n. 1, p. 51-57, 2013.

Vincent, D. Airborne particulate matter and their health effects. **Encyclopédie de l'environnement**, p. 1-11, 2019.

Wahlström, J., Matejka, V., Lyu, Y., & Söderberg, A. Contact pressure and sliding velocity maps of the friction, wear and emission from a low-metallic/cast-iron disc brake contact pair. **Tribology in Industry**, v. 39, n. 4, p. 460, 2017.

Wang, Z., Hou, G., Yang, Z., Jiang, Q., Zhang, F., Xie, M., & Yao, Z. Influence of slag weight fraction on mechanical, thermal and tribological properties of polymer based friction materials. **Materials & Design**, v. 90, p. 76-83, 2016.

Wu, S., Zhuang, J., Wu, Q., Qi, H., Zhao, J., & Guo, M. Investigation of tribological, physicochemical, and morphological properties of resin-based friction materials reinforced with *Agave americana* waste. **Materials Research Express**, v. 8, n. 7, p. 075308, 2021.

Xin, X., Xu, C. G., & Qing, L. F. Friction properties of sisal fibre reinforced resin brake composites. **Wear**, v. 262, n. 5-6, p. 736-741, 2007.

Xu, X., Liu, K., Yu, B., Zhang, L., Wang, X., Dong, Y., ... & Pan, Z. Occupational health risk assessment of silicosis caused by silica dust exposure in non-ferrous metal mines in 7 provinces from 2019 to 2020. **Wei Sheng yan jiu= Journal of Hygiene Research**, v. 51, n. 6, p. 890-897, 2022.

Yoon, S.W., Shin, M.W., Lee, W.G., Jang, H. Effect of surface contact conditions on the stick-slip behavior of brake friction material. **Wear**, vol. 294–295, pp.305–312. 2012.

Yun, R., Filip, P., & Lu, Y. Performance and evaluation of eco-friendly brake friction materials. **Tribology International**, v. 43, n. 11, 2010.

Zaquen, N., Tegels, D., Kerssemakers, A., & Persoon, F. Establishing a Correlation Between Friction Performance and Tribolayer Formation Using Engineered Mineral Fibers. **Journal of Tribology**, v. 143, n. 10, 2021.

## ANEXO

Com relação à produção de emissões, a Figura A. 1 mostra os gráficos típicos que descrevem o desenvolvimento da concentração total de partículas desgastadas aéreas para cada formulação estudada. Percebe-se que a formulação com casca de arroz (F-RH) apresentou o menor valor médio de emissões, enquanto que a formulação com cinzas de casca de arroz (F-RHA) obteve o maior valor.

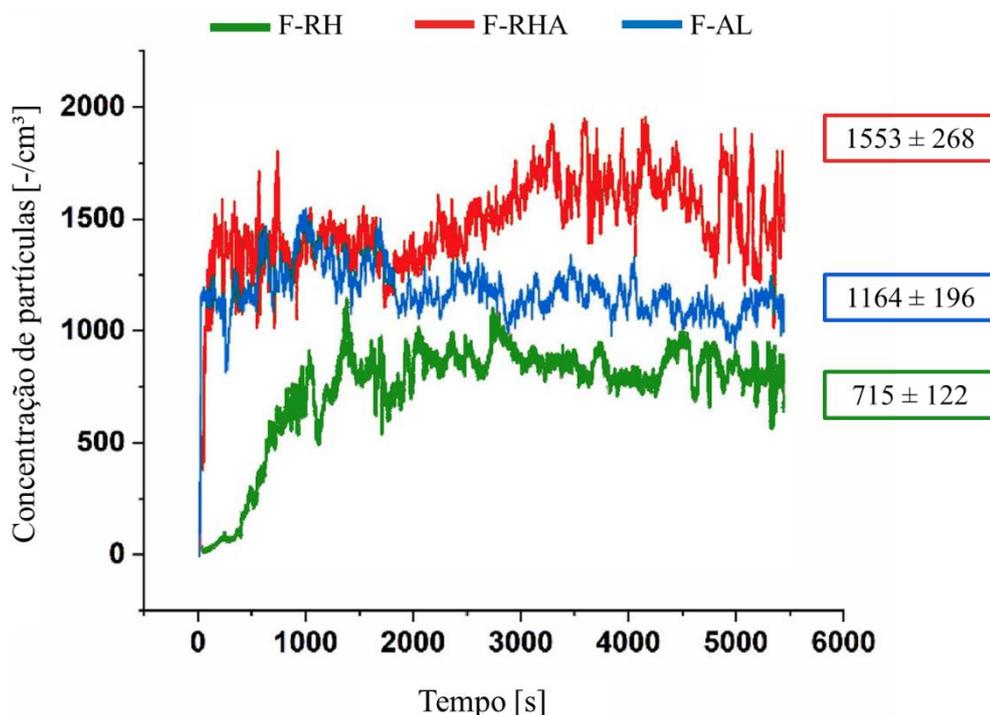


Figura A. 1 - Evolução da concentração de partículas para cada formulação obtidas no teste simplificado, com os valores médios nas caixas de texto. Adaptado de Nogueira et al., 2022.

As características dos platôs de contato presentes nas superfícies desgastadas dos materiais de fricção são apresentadas na Figura A. 2. As setas vermelhas são utilizadas para indicar a direção de deslizamento. Com base na Figura A. 2-b,e, percebe-se que a formulação F-RHA consegue formar uma maior quantidade de platôs de contato secundários, exibindo uma fração maior da superfície coberta por regiões de detritos compactados em comparação com os outros materiais F-RH e a F-AL (Figura A. 2-a,c). Outra observação importante no caso da formulação F-RHA diz respeito à formação dos platôs secundários sem a contribuição das fibras de aço como platôs primários para sustentá-los (indicados pelas setas amarelas na Figura A. 2-

e). Apenas algumas regiões pequenas com esse tipo de platô podem ser vistas nos outros materiais F-RH e F-AL (setas amarelas na Figura A. 2-d,f). Além disso, nota-se que as fibras de casca de arroz na formulação F-RH (destacado por um círculo na Figura A. 2-a) não são capazes de atuar como platôs primários e acumular detritos em seu entorno.

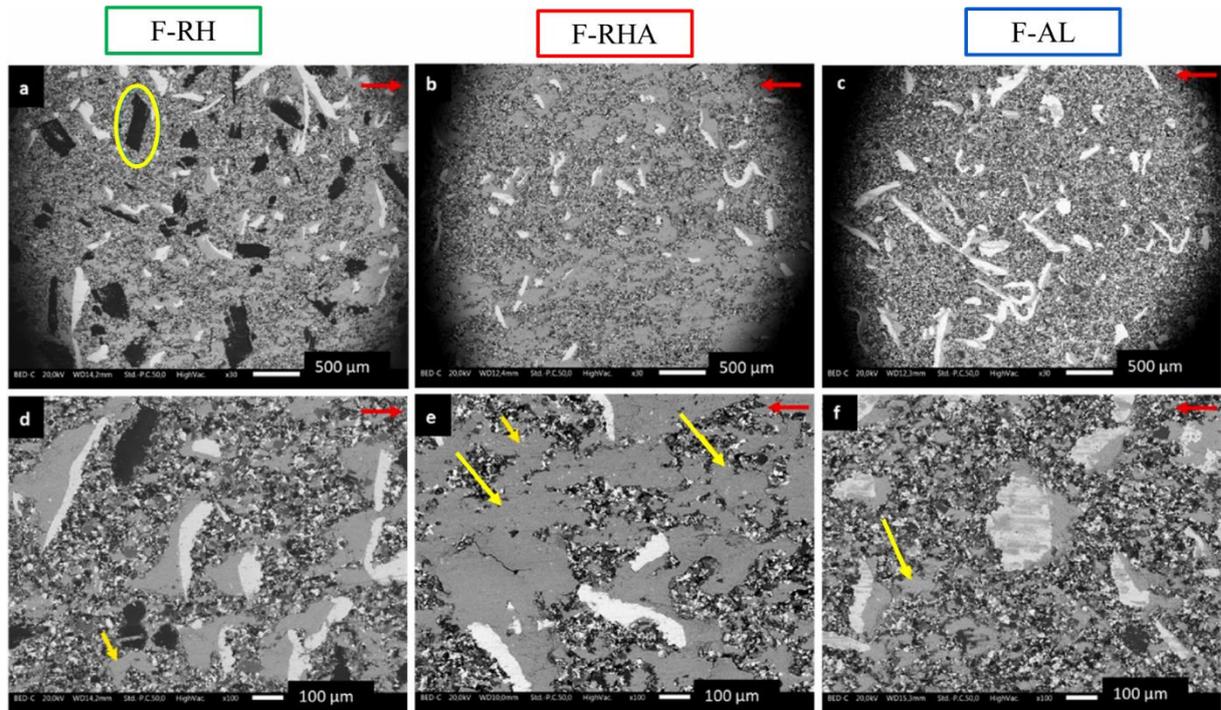


Figura A. 2 - Imagens de MEV da superfície desgastada para as amostras de (a,d) F-RH, (b,e) F-RHA e (c,f) F-AL. Adaptado de Nogueira et al., 2022.

Na Tabela A. 1 é apresentada a composição elementar dos platôs secundários existentes na superfície das amostras de material de fricção. Os resultados são valores médios de três regiões distintas dos platôs secundários existentes em cada amostra.

Tabela A. 1 - Composição elementar, em porcentagem de peso, dos platôs secundários presentes na superfície para as formulações F-RH, F-RHA e F-AL. Adaptado de Nogueira et al., 2022.

<b>Elemento</b>	<b>F-RH</b>	<b>F-RHA</b>	<b>F-AL</b>
<b>O</b>	36,7	36,9	35,4
<b>Mg</b>	1,5	2,0	1,3
<b>Al</b>	(-)	(-)	2,3
<b>Si</b>	1,2	2,1	(-)
<b>S</b>	4,3	4,5	3,1
<b>Ca</b>	6,2	7,2	4,4
<b>Ba</b>	16,1	17,3	12,5
<b>Fe</b>	34,1	30,0	41,1

As imagens exibidas na Figura A. 3 mostram as seções transversais e os mapas EDS correspondentes das amostras desgastadas para todas as formulações de materiais de fricção. Considerando a direção de deslizamento, os platôs secundários são geralmente formados na frente das fibras de ferro (platôs primários), atuando como barreiras onde os resíduos de desgaste se acumulam e são compactados pela ação combinada de pressão e aquecimento por atrito. Esse é o caso dos materiais F-RH e F-AL, conforme observado na Figura A. 2-a,c e como confirmado pela Figura A. 3-a para o material F-RH. Partículas de alumina comparativamente grandes e, ocasionalmente, barita, também desempenharam um papel semelhante, como platôs primários no caso do material F-AL (Figura A. 3-c).

No caso do material F-RHA, o quadro é diferente, pois vários platôs secundários não se formam perto dos platôs primários (conforme visto na Figura A. 2-e). A inspeção das seções transversais revelou que a maioria dos platôs secundários foi formado na parte superior das partículas de cinza de casca de arroz, que são formadas principalmente por sílica (Figura A. 3-b). A sílica originada das cinzas de casca de arroz aparece abaixo dos platôs secundários, atuando como suporte para esse tipo de estrutura, facilitando sua formação.

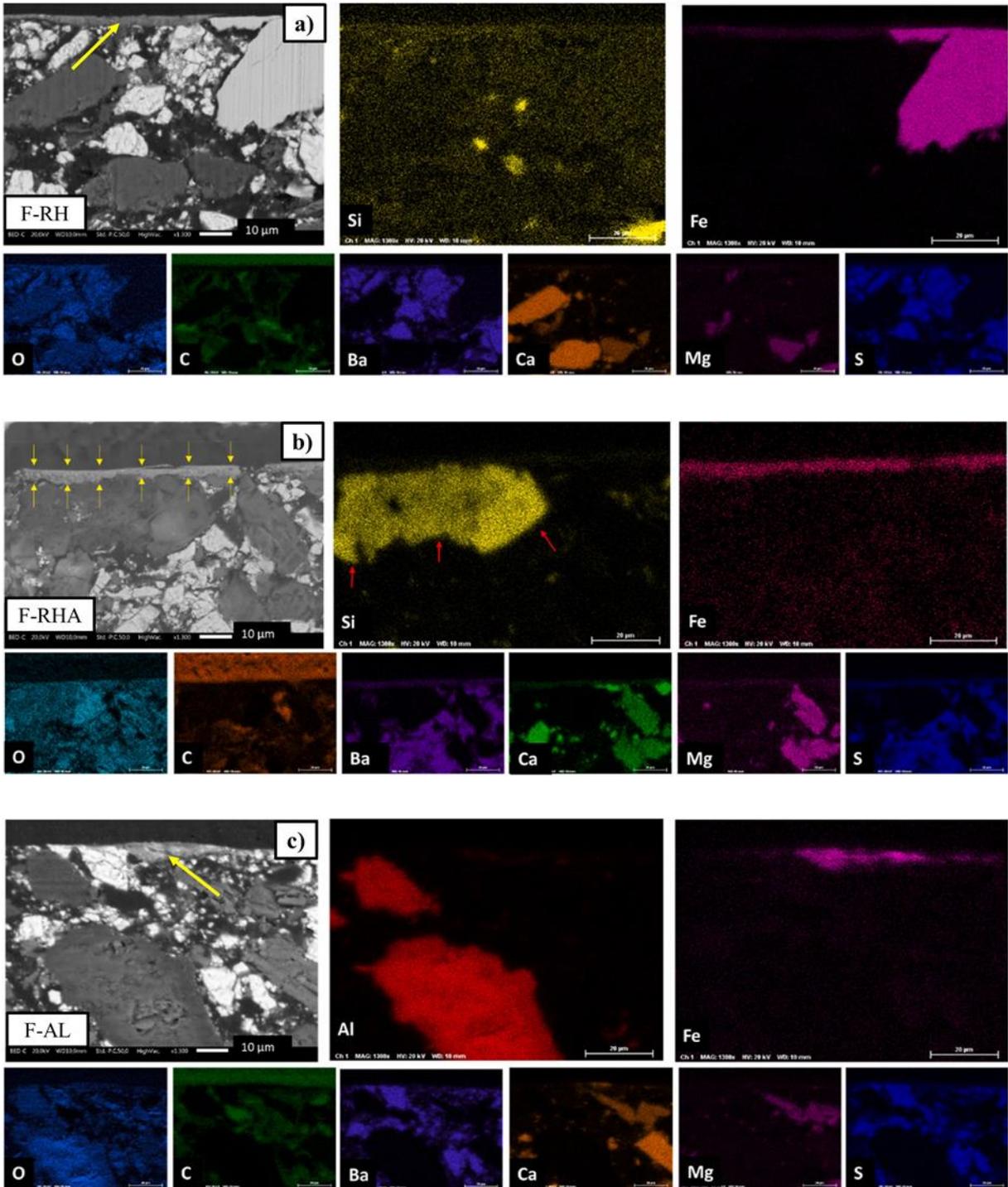


Figura A. 3 - Imagem MEV e mapas elementares EDS correspondentes da seção transversal das amostras das formulações: (a) F-RH, (b) F-RHA e (c) F-AL. Adaptado de Nogueira et al., 2022.

A Tabela A. 2 lista a composição elementar dos platôs secundários da seção transversal para as três formulações. Os resultados são valores médios obtidos de três regiões distintas dos platôs secundários apresentados em cada amostra. Para os materiais F-RH e F-AL, em comparação com a composição elementar dos platôs secundários na superfície (Tabela A. 1), nota-se um maior teor de ferro e um correspondente baixo teor de oxigênio na seção transversal dos platôs secundários. Já a formulação F-RHA exibiu um teor de Fe comparativamente menor do que o teor de Fe nos platôs secundários da camada superior, além de teores de bário (Ba) e cálcio (Ca) maiores, indicando que os platôs secundários têm uma quantidade maior dos ingredientes de preenchimento.

Tabela A. 2 - Composição elementar, em porcentagem de peso, dos platôs secundários da seção transversal das amostras para as formulações F-RH, F-RHA e F-AL. Adaptado de Nogueira et al., 2022.

<b>Elemento</b>	<b>F-RH</b>	<b>F-RHA</b>	<b>F-AL</b>
<b>O</b>	25,4	29,3	23,3
<b>Mg</b>	1,4	2,4	1,9
<b>Al</b>	(-)	(-)	3,4
<b>Si</b>	0,8	2,7	(-)
<b>S</b>	2,8	4,9	2,9
<b>Ca</b>	8,2	11,4	4,1
<b>Ba</b>	18,9	26,7	13,0
<b>Fe</b>	42,6	22,8	51,6