

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM MATERIAIS PARA ENGENHARIA**

**ESTUDO DA VIABILIDADE DA REUTILIZAÇÃO DE RESÍDUOS SÓLIDOS  
PROVENIENTES DA RETIFICAÇÃO DE ANÉIS DE PISTÃO POR METALURGIA  
DO PÓ**

**JOSÉ MAURÍCIO PEREIRA DOS SANTOS**

Itajubá, Julho de 2018.

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM MATERIAIS PARA ENGENHARIA**

**José Maurício Pereira dos Santos**

**ESTUDO DA VIABILIDADE DA REUTILIZAÇÃO DE RESÍDUOS SÓLIDOS  
PROVENIENTES DA RETIFICAÇÃO DE ANÉIS DE PISTÃO POR METALURGIA  
DO PÓ**

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais como parte dos requisitos para obtenção do Título de Mestre em Ciências em Materiais para Engenharia.

**Área de Concentração:** Metais

**Orientadora:** Prof.<sup>a</sup> Dra. Mírian de Lourdes Noronha Motta Melo

**Coorientador:** Prof. Dr. Gilbert Silva

Itajubá, Julho de 2018.

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM MATERIAIS PARA ENGENHARIA**

**José Maurício Pereira dos Santos**

**ESTUDO DA VIABILIDADE DA REUTILIZAÇÃO DE RESÍDUOS SÓLIDOS  
PROVENIENTES DA RETIFICAÇÃO DE ANÉIS DE PISTÃO POR METALURGIA  
DO PÓ**

Dissertação aprovada por banca examinadora em 04 de Julho de 2018, conferindo ao autor o título de *Mestre em Ciências em Materiais para Engenharia*

**Área de Concentração:** Metais

**Banca examinadora:**

Profa. Dra. Mírian de Lourdes Noronha Motta Melo  
(Orientadora)

Prof. Dr. Gilbert Silva (Coorientador)

Prof. Dr. Antônio Augusto Araújo Pinto da Silva

Prof. Dr. Leopoldo Uberto Ribeiro Junior

Itajubá, Julho de 2018

## DEDICATÓRIA

*Ao meu filho e amigo Henrique*

## **AGRADECIMENTOS**

A minha orientadora, Profa. Dra. Mírian de Lourdes Noronha Motta Melo pela oportunidade, amizade e apoio.

Ao meu coorientador, Prof. Dr. Gilbert Silva pelo imenso apoio e amizade.

Ao Prof. Ms. Luiz Fernando Barca pela ajuda com o Planejamento de Experimentos.

Aos funcionários do Laboratório de Metalurgia e Materiais do IEM da UNIFEI: Jonas, Marcos e Claudemiro pela ajuda prestada.

Aos funcionários da PRPPG pela paciência e boa vontade em ajudar.

Aos colegas da pós-graduação, em especial, Jonas, Claudemiro, Leonardo e Claudinei pela disponibilidade em ajudar sempre que foi preciso.

À minha mãe que está sempre ao meu lado.

À Aline, pelo carinho, companheirismo e pelo suporte nos momentos difíceis.

A CAPES, através do programa de bolsas, pelo apoio financeiro.

E a todos que direta ou indiretamente me auxiliaram neste trabalho.

*“O futuro pertence àqueles que se preparam hoje para ele”*

(Malcolm X)

## RESUMO

SANTOS, J. M. P. **Estudo da viabilidade da reutilização de resíduos sólidos provenientes da retificação de anéis de pistão por metalurgia do pó.** Itajubá. 2018. 71p. Dissertação (Mestrado em Materiais Para Engenharia). Universidade Federal de Itajubá, Itajubá – MG, 2018.

Os resíduos gerados no processo de produção das indústrias são um dos maiores problemas ambientais e tem levado as indústrias a procurarem alternativas que agridam menos o meio ambiente, propondo assim a reciclagem, o reuso, a redução ou até eliminação dos resíduos gerados. A operação de retificação de anéis de pistão metálicos gera um subproduto formado por resíduos metálicos, particulados provenientes dos rebolos resinoides e óleo solúvel em água, que é utilizado para a refrigeração das ferramentas de corte. Neste trabalho, optou-se pela rota da metalurgia do pó para realizar o reaproveitamento deste material. Realizaram-se etapas de moagem em um moinho planetário de alta energia, para obtenção dos pós e realizou-se a otimização dos parâmetros dos processos de compactação e sinterização através do planejamento de experimentos (DOE) com auxílio do *software Minitab*. As análises da morfologia e granulometria dos pós em diferentes tempos de moagem e composições foram realizadas através dos ensaios de microscopia eletrônica de varredura e análise de tamanho de partículas. Para a avaliação da microestrutura e da resistência mecânica das amostras sinterizadas, foram realizadas análises por microscopia ótica e ensaios de microdureza e compressão. Os resultados mostraram que com 10 horas de moagem obteve-se o maior volume de partículas com menor granulometria (70,6% de partículas com diâmetro médio de 9,92 $\mu$ m). A temperatura de sinterização e a rampa de aquecimento na sinterização foram as variáveis que tiveram maior influência na densificação do material. Apesar dos resultados terem mostrado que é possível a produção de um corpo sólido a partir do resíduo sólido oriundo da retífica de anéis de pistão, o material obtido apresentou alta porosidade, baixa densidade (4,3 g/cm<sup>3</sup>), baixa dureza e baixa resistência à compressão, além de apresentar heterogeneidade no comportamento mecânico, possivelmente devido à presença de diferentes materiais na composição das amostras.

**Palavras-chave:** anéis de pistão; resíduos sólidos; moagem de alta energia; sinterização; planejamento de experimentos.

## ABSTRACT

SANTOS, J. M. P. **Study on the feasibility of reuse of solid waste from of the rectification of piston rings by powder metallurgy.** Itajubá. 2018. 71p. Dissertation (Materials Engineering) – Institute of Physics and Chemistry, Federal University of Itajubá.

The waste generated in the production process of the are one of the biggest environmental problems and has led the industries to look for alternatives less harmful to the environment, thus proposing the recycling, reuse, reduction or even elimination of waste generated. The grinding operation of metal piston rings generates a by-product formed by metallic waste, particulates from the resinoids grinding wheels and water-soluble oil, which is used for cooling the cutting tools. In this work, we opted for the route of the powder metallurgy to carry out the reuse of this material. Milling steps were performed in a high energy planetary mill to obtain the powders and it was realized the optimization of the parameters of the compaction and sintering processes through the design of experiments (DOE) using Minitab software. The analyzes of the morphology and granulometry of the powders in different milling times and compositions were carried out through scanning electron microscopy and particle size analysis. For the evaluation of the microstructure and the mechanical strength of the sintered samples, optical microscopy and microhardness and compression tests were performed. The results showed that with 10 hours of milling the highest volume of particles with lower particle size was obtained (70.6% of particles with a mean diameter of 9.92 $\mu\text{m}$ ). The sintering temperature and the heating ramp in the sintering were the variables that had the greatest influence on the densification of the material. Although the results have shown that it is possible to produce a solid body from the solid residue originating from the grinding of piston rings, the material obtained presented high porosity, low density (4.4998 g / cm<sup>3</sup>), low hardness and low compressive strength, besides showing heterogeneity in the mechanical behavior, possibly due to the presence of different materials in the sample composition.

**Keywords:** piston rings, solid waste, high energy grinding; sintering, design of experiments.



## LISTA DE FIGURAS

|   |    |
|---|----|
| Figura 2.1: Representação esquemática dos tipos de anéis e sua posição no pistão.-----                  | 17 |
| Figura 2.2: Exemplos de perfis de anéis de compressão. -----  | 18 |
| Figura 2.3: Exemplos de perfis de anel raspador.-----   | 18 |
| Figura 2.4: Tipos de anéis de óleo. -----   | 18 |
| Figura 2.5: Diferentes formas dos anéis de pistão. -----  | 19 |
| Figura 2.6: Dimensões de um anel de pistão. -----   | 19 |
| Figura 2.7: Representação esquemática da colisão entre as esferas e o pó.-----                          | 31 |
| Figura 3.1: Material como recebido. -----   | 40 |
| Figura 3.2: Fluxograma do procedimento experimental. -----  | 41 |
| Figura 3.3: Analisador de tamanho de partículas Microtrac, S3500. -----                                 | 43 |
| Figura 3.4: Microscópio eletrônico de varredura da marca Zeiss, modelo EVO MA15.-----                   | 44 |
| Figura 3.5: Matriz utilizada para compactação dos pós. -----  | 47 |
| Figura 3.6: Forno elétrico EDG 3000 3P adaptado com um sistema de vácuo. -----                          | 48 |
| Figura 3.7: Diagrama esquemático do processo de sinterização. -----                                     | 49 |
| Figura 4.1: Micrografia obtida por MEV do material após limpeza. -----                                  | 51 |
| Figura 4.2: Espectro de dispersão de energia (EDS) do material como recebido após limpeza.<br>-----     | 52 |
| Figura 4.3: Micrografias dos pós obtidos após MAE em diferentes tempos. -----                           | 53 |
| Figura 4.4: Tamanho e fração volumétrica das partículas, encontrados para cada tempo de<br>moagem.----- | 54 |
| Figura 4.5: Gráfico de Pareto dos efeitos padronizados.-----  | 58 |
| Figura 4.6: Gráfico dos efeitos principais para a densidade final. -----                                | 59 |
| Figura 4.7: Gráfico de interação para densidade final. -----  | 59 |
| Figura 4.8: Ponto de máxima densidade. -----  | 60 |
| Figura 4.9: Micrografia da amostra sinterizada evidenciando a distribuição dos poros. -----             | 62 |
| Figura 4.10: Quantidade de porosidade superficial encontrada na amostra. -----                          | 63 |
| Figura 4.11: Curvas tensão x deformação das cinco amostras ensaiadas. -----                             | 64 |

## LISTA DE TABELAS

|   |    |
|---|----|
| Tabela 2.1: Composição típica dos ferros fundidos comuns.-----  | 22 |
| Tabela 3.1: Parâmetros utilizados na moagem da borra após limpeza.-----   | 42 |
| Tabela 3.2: Variáveis de entrada e níveis de trabalho. -----  | 45 |
| Tabela 3.3: Matriz de experimentos gerada no <i>software Minitab® 18</i> .-----   | 46 |
| Tabela 4.1: Matriz de experimentos gerada através do <i>software Minitab® 18</i> com os resultados experimentais.-----    | 56 |
| Tabela 4.2: Resultado da análise de variância.-----   | 57 |
| Tabela 4.3: Resultado da análise de variância da segunda análise.-----  | 58 |
| Tabela 4.4: Predição para rampa de aquecimento na sinterização de 1 °C/min e temperatura de sinterização de 1100 °C.----- | 60 |
| Tabela 4.5: Resultado dos ensaios de validação.-----  | 61 |
| Tabela 4.6: Parâmetros otimizados para os processos de moagem, compactação e sinterização.-----                           | 61 |
| Tabela 4.7: Resultados da percentagem de poros superficiais da amostra sinterizada.-----                                  | 62 |
| Tabela 4.8: Dureza Brinell e resistência à compressão dos ferros fundidos cinzento e nodular.-----                        | 64 |

## LISTA DE QUADROS

|   |    |
|---|----|
| Quadro 2.1: Resumo sobre os tipos de microestruturas encontradas nos ferros fundidos comuns.----- | 22 |
| Quadro 2.2: Variáveis que afetam o processo de sinterização.-----                                 | 36 |
| Quadro 2.3: Características das principais técnicas utilizadas no DOE.-----                       | 39 |

## LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS e SÍMBOLOS

|        |  |
|--------|--|
| ABNT   | Associação Brasileira de Normas Técnicas   |
| ACP    | Agentes Controladores De Processo  |
| ANOVA  | Análise de Variância   |
| BSE    | <i>Back scattering electron</i> (elétron retroespalhado)                                       |
| CBN    | Nitreto cúbico de boro   |
| CSN    | Companhia Siderúrgica Nacional   |
| DOE    | <i>Design of Experiments</i> (Projeto e Análise de Experimentos)                               |
| EDS    | <i>Energy Dispersive x-ray Spectrometer</i> (Espectroscopia de Raios-x por Energia Dispersiva) |
| HB     | <i>Brinell Hardness</i> (Dureza Brinell)   |
| LCE    | Laboratório de Caracterização Estrutural   |
| LMM    | Laboratório de Metalurgia e Materiais  |
| MAE    | Moagem de alta energia   |
| MEV    | Microscopia eletrônica de varredura  |
| MMC    | Composto de matriz metálica  |
| MO     | Microscopia ótica  |
| MP     | Metalurgia do pó   |
| PNRS   | Política Nacional de Resíduos Sólidos  |
| rpm    | Rotações por minuto  |
| UNIFEI | Universidade Federal de Itajubá  |

## SUMÁRIO

|          |  |           |
|----------|--|-----------|
| <b>1</b> | <b>INTRODUÇÃO .....</b>  | <b>15</b> |
| 1.1      | OBJETIVOS .....  | 16        |
| 1.1.1    | <i>Objetivo Geral.....</i>   | <i>16</i> |
| 1.1.2    | <i>Objetivos específicos .....</i>   | <i>16</i> |
| <b>2</b> | <b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>   | <b>17</b> |
| 2.1      | ANÉIS DE PISTÃO .....  | 17        |
| 2.2      | FERRO FUNDIDO.....   | 21        |
| 2.3      | PROCESSOS DE USINAGEM .....  | 23        |
| 2.3.1    | <i>Retificação .....</i>   | <i>24</i> |
| 2.4      | RESÍDUOS SÓLIDOS INDUSTRIAIS .....   | 25        |
| 2.4.1    | <i>Resíduos sólidos gerados no processo de usinagem.....</i>   | <i>27</i> |
| 2.5      | METALURGIA DO PÓ.....  | 29        |
| 2.5.1    | <i>Obtenção dos pós .....</i>  | <i>30</i> |
| 2.5.1.1  | <i>Moagem de Alta Energia.....</i>   | <i>30</i> |
| 2.5.2    | <i>Compactação .....</i>   | <i>33</i> |
| 2.5.3    | <i>Sinterização .....</i>  | <i>34</i> |
| 2.6      | PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS .....   | 37        |
| <b>3</b> | <b>MATERIAIS E MÉTODOS.....</b>  | <b>40</b> |
| 3.1      | MATERIAL.....  | 40        |
| 3.2      | MÉTODOS.....   | 40        |
| 3.2.1    | <i>Limpeza e caracterização do material como recebido (1ª etapa) .....</i>                             | <i>41</i> |
| 3.2.2    | <i>Determinação do melhor tempo de moagem (2ª etapa) .....</i>   | <i>42</i> |
| 3.2.2.1  | <i>Moagem de alta energia.....</i>   | <i>42</i> |
| 3.2.2.2  | <i>Análise do tamanho de partículas .....</i>  | <i>42</i> |
| 3.2.3    | <i>Microscopia eletrônica de varredura.....</i>  | <i>43</i> |
| 3.2.4    | <i>Tratamento térmico (3ª etapa).....</i>  | <i>44</i> |
| 3.2.5    | <i>Otimização dos processos de compactação e sinterização através de DOE</i><br><i>(4ª etapa).....</i> | <i>44</i> |
| 3.2.5.1  | <i>Projeto e análise de experimentos .....</i>   | <i>45</i> |
| 3.2.5.2  | <i>Compactação.....</i>  | <i>47</i> |

|          |   |           |
|----------|---|-----------|
| 3.2.5.3  | Medidas de densidade à verde .....  | 47        |
| 3.2.5.4  | Sinterização.....   | 48        |
| 3.2.5.5  | Medida da densidade das amostras sinterizadas .....                                   | 49        |
| 3.2.6    | <i>Caracterização das amostras sinterizadas</i> .....                                 | 49        |
| 3.2.6.1  | Porosidade.....   | 50        |
| 3.2.6.2  | Caracterização mecânica .....   | 50        |
| <b>4</b> | <b>RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....   | <b>51</b> |
| 4.1      | CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL COMO RECEBIDO (1ª ETAPA).....                              | 51        |
| 4.2      | DETERMINAÇÃO DO MELHOR TEMPO DE MOAGEM (2ª ETAPA) .....                               | 52        |
| 4.3      | OTIMIZAÇÃO DOS PROCESSOS DE COMPACTAÇÃO E SINTERIZAÇÃO ATRAVÉS DE DOE (4ª ETAPA)..... | 55        |
| 4.4      | CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS SINTERIZADAS .....  | 61        |
| 4.4.1    | <i>Porosidade</i> .....   | 61        |
| 4.4.2    | <i>Caracterização Mecânica</i> .....  | 63        |
| 4.4.3    | <i>Densidade</i> .....  | 65        |
| <b>5</b> | <b>CONCLUSÃO</b> .....  | <b>66</b> |
| <b>6</b> | <b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b> .....   | <b>67</b> |

# 1 INTRODUÇÃO

Um dos maiores problemas ambientais mundiais é a produção de resíduos. Assim, muitas indústrias estão buscando alternativas para os resíduos gerados em seus processos de produção, principalmente no intuito de diminuir o envio destes para aterros. Neste contexto, cada vez mais são observados o desenvolvimento de questões relacionadas à preocupação ambiental por parte das indústrias, não só pela questão da exigência legal, mas também pela consciência ambiental que este setor vem buscando (CRUZ-SPINDLER; HUPFFER; JAHNO, 2016; VIEIRA; BELTRAME, 2017).

As atividades industriais geram resíduos sólidos, de diferentes características e quantidades, que precisam ser gerenciados adequadamente para não causar poluição ambiental e danos à saúde do homem. Por muito tempo o gerenciamento dos resíduos consistia apenas em lançar os resíduos o mais longe possível da fonte geradora sem preocupar-se com os efeitos decorrentes dessa ação. A partir da necessidade de um desenvolvimento sustentável, em vez de simplesmente dispor seus resíduos, o homem passou a procurar alternativas que agredissem menos o meio ambiente, propondo assim a reciclagem, reuso, redução ou até eliminação dos resíduos gerados (GOMES; LIMA; FRANCO, 2016; BARROS et al., 2017).

Na indústria, quase todos os produtos fabricados com o uso de material metálico adquirem uma geometria desejada através de vários processos de usinagem e como resultado desses processos há geração de uma grande quantidade de subprodutos ou resíduos, incluindo cavacos de metal, fluido de corte, pó metálico entre outros. Esses subprodutos podem ser reciclados por meio de vários métodos (HAIDER; HASHMI, 2014; ZHAOA; SHARMAB, 2014; ASLAN et al., 2015). A metalurgia do pó é um deles, pois se pode por seu intermédio transformar esses resíduos em pó, e a partir disso fabricar peças de grande interesse para a indústria automotiva, eletrônica e aeroespacial (DIAS; SOARES, 2011).

No processo de retificação dos anéis de pistão da empresa Mahle é gerado um resíduo sólido, denominado lama de retífica composto por resíduo metálico ferroso (ferro fundido cinzento e ferro fundido nodular), por particulado do rebolo e óleo solúvel em água.

Este trabalho apresenta uma alternativa para o reaproveitamento do resíduo sólido proveniente da retificação de anéis de pistão da empresa Mahle através da metalurgia do pó.

## **1.1 Objetivos**

### **1.1.1 Objetivo Geral**

O objetivo deste trabalho foi avaliar a viabilidade da reutilização de resíduos sólidos provenientes da retificação de anéis de pistão via metalurgia do pó.

### **1.1.2 Objetivos específicos**

- Encontrar o melhor tempo de moagem do resíduo sólido, utilizando moagem de alta energia.
- Otimização dos processos de compactação e sinterização através da técnica de planejamento de experimentos (DOE).
- Caracterizações microestrutural e mecânica do material sinterizado obtido.



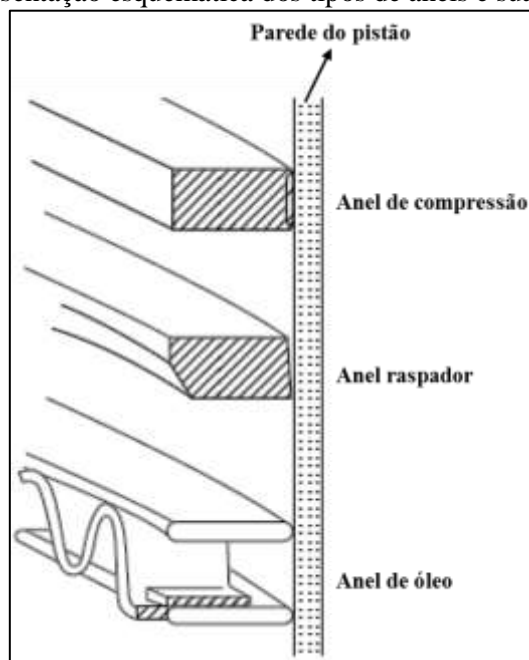
## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Anéis de pistão

Os anéis de pistão, ou anéis de segmento, têm um papel fundamental no funcionamento dos motores à combustão interna. São peças de metal que, quando instaladas nas canaletas dos pistões, dentro dos cilindros dos motores, tornam-se circulares e auto expansivas, proporcionando uma vedação móvel entre a câmara de combustão e o cárter do motor (AURORA, 2014; MAHLE, 2016).

Os anéis podem ser divididos em três tipos, de acordo com a função que desempenham: anel de compressão, anel raspador ou Napier e anel de óleo (ANDERSSON; TAMMINEN; SANDSTRÖM, 2002; MAHLE, 2016). Na Figura 2.1 pode ser observada uma representação esquemática dos tipos de anéis de pistão e sua posição no pistão.

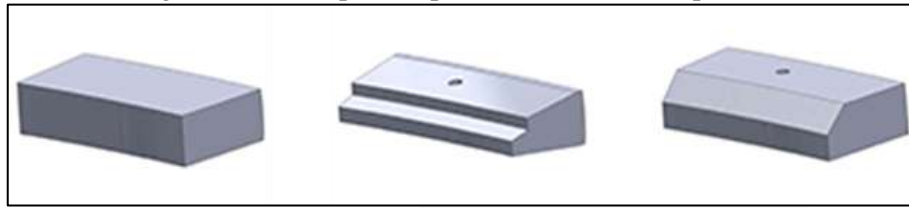
Figura 2.1: Representação esquemática dos tipos de anéis e sua posição no pistão.



Fonte: Adaptado de (MAHLE, 2014).

O anel de compressão, também chamado de anel corta-fogo, é o mais próximo da câmara de combustão, sendo responsável por efetuar a vedação da mesma, evitando assim a passagem de gases da combustão para o cárter. Este anel suporta elevadas pressões e temperaturas, geradas pela combustão, protegendo o anel raspador e o anel de óleo (MAHLE, 2016). Esses anéis podem apresentar diferentes perfis como apresentados na Figura 2.2.

Figura 2.2: Exemplos de perfis de anéis de compressão.



Fonte: Adaptado de (HASTINGS MANUFACTURING COMPANY, 2017).

O anel raspador ou Napier é responsável pela raspagem do excesso de óleo lubrificante existente na parede do cilindro e também auxilia na troca de calor (MAHLE, 2016). Exemplos de diferentes perfis de anel raspador estão apresentados na Figura 2.3.

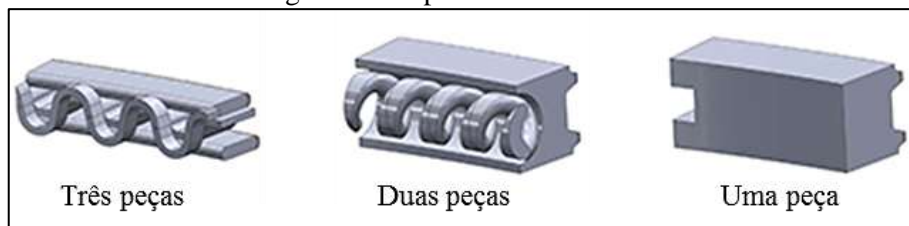
Figura 2.3: Exemplos de perfis de anel raspador.



Fonte: Adaptado de (HASTINGS MANUFACTURING COMPANY, 2017).

O anel de controle de óleo é responsável pelo controle do filme de óleo lubrificante na parede do cilindro. O óleo raspado é coletado na ranhura do anel de óleo e é transportado através do pistão de volta ao cárter. Os anéis de controle de óleo podem ser de três tipos, como apresentado na Figura 2.4 (ANDERSSON; TAMMINEN; SANDSTRÖM, 2002).

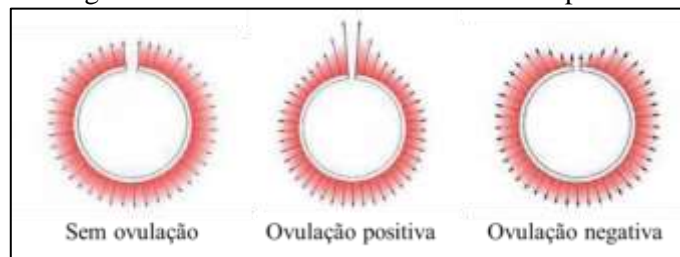
Figura 2.4: Tipos de anéis de óleo.



Fonte: Adaptado de (HASTINGS MANUFACTURING COMPANY, 2017).

A forma do anel é outra característica importante, pois é responsável pela distribuição de pressão na parede do cilindro. Tal forma é obtida no torneamento do diâmetro externo do anel, podendo ser feita de três maneiras diferentes, como apresentado na Figura 2.5 (MAHLE, 2016). Segundo Volci (2007) a distribuição de pressão dos anéis de um pistão deve ser adequada ao projeto do motor, de modo a garantir a pressão ideal para vedação dos gases sem comprometer em excesso o aumento de atrito com o cilindro.

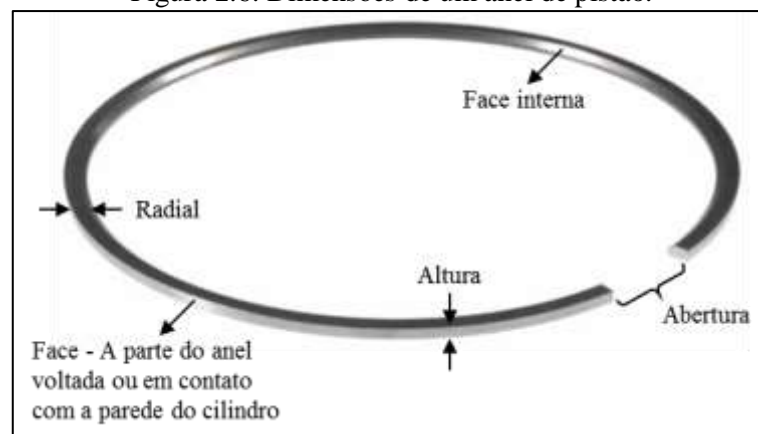
Figura 2.5: Diferentes formas dos anéis de pistão.



Fonte: Adaptado de (MAHLE, 2016).

Na Figura 2.6 são apresentadas as principais dimensões do anel. Essas dimensões são definidas de acordo com as dimensões do pistão e da camisa do cilindro.

Figura 2.6: Dimensões de um anel de pistão.



Fonte: Adaptado de (MAHLE, 2014).

O Diâmetro Nominal é o diâmetro externo do anel, “fechado” no diâmetro interno do cilindro para qual foi projetado (LAMOGLIA, 2017).

Altura é a distância entre as faces laterais do anel, medida normalmente em milímetros e em alguns casos em frações de polegadas (LAMOGLIA, 2017).

Radial (espessura) é a distância entre as faces externas e internas do anel tendo medidas sempre em milímetros (LAMOGLIA, 2017).

Face de contato é a parte externa do anel, ou seja, a face do anel que entra em contato com a camisa do cilindro, a face de contato do anel pode ser abaulada, paralela ou cônica dependendo da função do anel. A face de contato em alguns anéis sofre tratamentos superficiais visando à melhoria de características como resistência ao desgaste, dureza, resistência à oxidação, entre outras (LAMOGLIA, 2017).

Como visto, os anéis de pistão são estruturas complexas que apresentam diferentes formas e geometrias. Para a obtenção da geometria e secção transversal com as dimensões e

tolerâncias bem definidas, esses materiais são submetidos a uma série de operações de usinagem por desbaste e acabamento, como (LAMOGLIA, 2017):

- *Retífica de topo*. Essa operação é realizada para adequação da folga entre as pontas, é realizada tanto na fase bruta denominada retífica de topo bruta, quanto na fase final da peça, após o processo de Nitretação, denominada de retífica de topo acabada. Consiste em remover material das pontas do anel por ação dos discos de corte denominados por rebolos. Nesta operação também é gerado o chanfro da ponta.

- *Retífica lateral*. Operação de retificação realizada nos anéis por dois rebolos abrasivos que giram em sentidos contrários, e removem material simultaneamente das laterais do anel, a fim de ajustar a altura da peça a uma determinada medida especificada. Devido à grande quantidade de material a ser removido, é necessário realizar a operação em vários passes.

- *Retífica de perfil*. Esta operação é considerada uma das mais importantes do processo de fabricação do anel, pois é ela que define o perfil da face de contato, através da remoção de material na face externa do anel.

- *Retífica trapezoidal*. Operação de retificação unilateral que permite transformar um anel de seção retangular em um anel de seção trapezoidal. Esta geometria reduz o acúmulo de óleo carbonizado no alojamento do anel no pistão.

- *Rebaixo interno*. Operação que cria um chanfro de maior espessura na parte interna do anel com determinada angulação e permite que o anel torça durante seu funcionamento, reduzindo a passagem de gases e óleo.

Os anéis de pistão podem ser fabricados pelos seguintes materiais (MAHLE, 2016):

- *Ferro Fundido Cinzento*: obtido através do processo de fundição estática, possui elevada resistência ao desgaste, boa usinabilidade e baixo custo.

- *Ferro Fundido Nodular*: Obtido através do processo de fundição centrífuga, possui maior módulo de elasticidade e dureza se comparado ao ferro fundido cinzento. Geralmente, os anéis fabricados com este material requerem algum tipo de cobertura em sua face de trabalho, sendo o cromo e o molibdênio os mais usuais.

- *Aço*: Obtido através de processo de laminação, possui módulo de elasticidade maior que os ferros fundidos, sendo muito utilizado em anéis com altura reduzida. Os aços inoxidáveis recebem tratamento de nitretação e os aços carbonos recebem coberturas de cromo ou molibdênio na face de trabalho.

## 2.2 Ferro fundido

Ferros fundidos são ligas a base de ferro-carbono que se solidificam com reações eutéticas, e normalmente contém quantidades significativas de silício, manganês, fósforo, enxofre com traços de titânio, antimônio e estanho, e vários outros elementos de liga (ASM Handbook, 1992).

A primeira classificação de ferro fundido foi baseada em sua fratura. Inicialmente, foram reconhecidos dois tipos de ferros fundidos (ASM Handbook, 1997):

- *Ferro fundido branco*: apresenta superfície de fratura branca e cristalina, uma vez que a fratura ocorre ao longo das placas de carboneto de ferro;
- *Ferro fundido cinzento*: apresenta uma superfície de fratura cinza, pois a fratura ocorre ao longo das placas de grafita.

Com a ajuda da metalografia, o aumento do conhecimento com relação ao ferro fundido aumentou e outras classificações, baseadas em características microestruturais, tornaram-se possíveis. Assim o ferro fundido foi classificado com relação à forma da grafita em: grafita laminar (flocos), grafita esferoidal (nodular), grafita compactada (vermicular) e grafita temperada. E com relação à matriz em: ferrítica, perlítica, austenítica, martensítica, bainítica (austemperada). No entanto esta classificação é raramente utilizada. A terminologia mais utilizada é a comercial. Uma primeira divisão pode ser feita em duas categorias (ASM Handbook, 1997):

- *Ferro fundido comum*: para aplicações de uso geral, eles são não ligados ou de baixa liga.
- *Ferro fundido especial*: para aplicações especiais, geralmente de alta liga.

A maior diferença entre os ferros fundidos especiais e os ferros fundidos comuns baseia-se, principalmente, no maior teor de elementos de liga (> 3%) nos ferros fundidos especiais, que promovem microestruturas com propriedades especiais para aplicações em temperaturas elevadas, boa resistência à corrosão e ao desgaste. Para o ferro fundido comum, os principais elementos da composição química são o carbono e o silício. Eles podem ser divididos em: cinzento, vermicular, nodular, branco e maleável. A composição típica dos ferros fundidos comuns é apresentada na Tabela 2.1 (ASM Handbook, 1997).

Tabela 2.1: Composição típica dos ferros fundidos comuns.

| Tipo              | Composição (%) |         |          |           |           |
|-------------------|----------------|---------|----------|-----------|-----------|
|                   | C              | Si      | Mn       | P         | S         |
| <b>Cinzento</b>   | 2.5-4.0        | 1.0-3.0 | 0.2-1.0  | 0.002-1.0 | 0.02-0.25 |
| <b>Vermicular</b> | 2.5-4.0        | 1.0-3.0 | 0.2-1.0  | 0.01-0.1  | 0.01-0.03 |
| <b>Nodular</b>    | 3.0-4.0        | 1.8-2.8 | 0.1-1.0  | 0.01-0.1  | 0.01-0.03 |
| <b>Branco</b>     | 1.8-3.6        | 0.5-1.9 | 0.25-0.8 | 0.06-0.2  | 0.06-0.2  |
| <b>Maleável</b>   | 2.2-2.9        | 0.9-1.9 | 0.15-1.2 | 0.02-0.2  | 0.02-0.2  |

Fonte: Adaptado de (ASM Handbook, 1997).

Segundo Santos e Branco (1989) as propriedades dos ferros fundidos podem variar consideravelmente alterando a relação carbono-silício, adicionando elementos de liga metálicos e não metálicos, variando seu processamento e realizando tratamentos térmicos posteriores a solidificação. O Quadro 2.1 apresenta um resumo sobre os tipos de microestruturas encontradas nos ferros fundidos comuns.

Quadro 2.1: Resumo sobre os tipos de microestruturas encontradas nos ferros fundidos comuns.

| Ferro Fundido     | Microestrutura   |
|-------------------|--|
| <b>Branco</b>     | O carbono presente na liga encontra-se na forma de cementita ou outros carbonetos metálicos.   |
| <b>Cinzento</b>   | Na solidificação, são formadas as fases austenita e grafita, onde se obtém grafita em forma de veios.  |
| <b>Nodular</b>    | A grafita se apresenta na forma de nódulos no estado bruto de fusão.   |
| <b>Maleável</b>   | Solidificam como nos ferros fundidos brancos, sendo em seguida, submetidos a um tratamento térmico de maleabilização, onde a cementita se decompõe em grafita e austenita. |
| <b>Vermicular</b> | A chamada grafita vermicular é obtida no estado bruto de fusão, através da adição de elementos de liga.  |

Fonte: Adaptado de (SANTOS; BRANCO, 1989).

## 2.3 Processos de usinagem

A usinagem é um termo geral usado para descrever um grupo de processos que envolvem operações de corte que permitem remover (de forma controlada) excessos de um material bruto com auxílio de uma ferramenta até que este resulte em uma peça pronta (KALPAKJIAN; SCHMID, 2008).

A maioria das peças fundidas, forjadas ou pré-moldadas, muitas vezes requerem operações de usinagem para conferir ao material, características específicas antes que o mesmo esteja pronto para uso (KALPAKJIAN; SCHMID, 2008).

O processo de usinagem pode ser dividido em dois tipos (MACHADO et al., 2009):

- *Processos convencionais*: em que as operações de corte empregam energia mecânica na remoção do material, principalmente por cisalhamento, no contato físico da ferramenta com a peça, por exemplo, torneamento, furação e retificação.

- *Processos especiais (não convencionais)*: em que as operações se utilizam de outros tipos de energia de usinagem, por exemplo, laser (radiação), eletroerosão (elétrons) e plasma (gases quentes).

Os processos convencionais de usinagem ainda podem ser subdivididos em operações de corte com ferramentas de geometria definida (como torneamento, furação e fresamento) e operações de corte com ferramentas de geometria não definida (como retificação, brunimento e lapidação) (MACHADO et al., 2009).

Nas operações executadas com ferramentas de geometria não definida, também conhecida por usinagem por abrasão, o material da peça é removido por meio da ação de grãos abrasivos, que são partículas não metálicas, extremamente duras, com arestas que apresentam forma e orientação irregular. Exemplos típicos de operações abrasivas são: o lixamento, a retificação, a lapidação e o brunimento, entre outros (MACHADO et al., 2009).

A retificação merece destaque entre os processos abrasivos pela sua importância para a indústria metal-mecânica, pois é capaz de assegurar a produção de componentes com tolerâncias dimensionais e geométricas superiores às obtidas em operações que utilizam ferramentas de corte com geometria definida, como torneamento, fresamento, furação entre outros (MACHADO et al., 2009).

### 2.3.1 Retificação

A retificação caracteriza-se pela remoção de material de uma peça através da ação de grãos abrasivos presentes na ferramenta de corte. Os abrasivos são capazes de remover pequenas quantidades de material da superfície por um processo de corte que produz pequenos cavacos. É um processo geralmente utilizado para as operações de acabamento, que possibilita a obtenção de tolerâncias apertadas e baixas rugosidades. Muitas das peças usinadas têm a retificação como a última operação de uma ou várias de suas superfícies (DINIZ; MARCONDES; COPPINI, 1999; DEGARMO; BLACK; KOHSER, 2003; KALPAKJIAN; SCHMID, 2008).

A ferramenta de corte empregada na retificação é chamada rebolo. O rebolo é constituído de partículas duras (abrasivos) unidas por um material ligante (também chamado aglomerante). Além disso, o rebolo deve apresentar alguma porosidade, de modo a permitir o alojamento do fluido de corte e de cavacos, principalmente, em operações nas quais o comprimento de contato rebolo/peça é mais extenso (KALPAKJIAN; SCHMID, 2008; MACHADO et al., 2009).

Entre os principais materiais abrasivos empregados industrialmente destacam-se o óxido de alumínio ( $Al_2O_3$ ), o carboneto de silício (SiC), o diamante e o nitreto de boro cúbico (CBN). Os dois primeiros são considerados abrasivos convencionais, ao passo que os dois últimos são chamados superabrasivos (DINIZ; MARCONDES; COPPINI, 1999).

O óxido de alumínio é indicado para a retificação de materiais de alta resistência à tração, tais como aço carbono, ligas de aço, aço rápido e ferro fundido. O carbeto de silício é indicado para a retificação de materiais de alta dureza como ferro fundido cinzento, materiais não ferrosos (principalmente metal duro) e não metálicos. O diamante é utilizado para a retificação de materiais não ferrosos, como peças cerâmicas, porcelana, vidro e corte de pedras. Já o nitreto de boro cúbico é utilizado para materiais ferrosos, como ferros fundidos e aços de extrema dureza. (DINIZ; MARCONDES; COPPINI, 1999).

Em relação ao material ligante, existem basicamente quatro tipos (DEGARMO; BLACK; KOHSER, 2003; KALPAKJIAN; SCHMID, 2008; MACHADO et al., 2009):

- *Ligante vitrificado*: é o mais utilizado devido ao seu custo reduzido. Sua confecção se dá com argila ou feldspato, que são misturados ao abrasivo e prensados na forma de rebolo.



- *Ligante resinoide*: é composto por resina fenólica termo resistente. Rebolos resinoides são largamente empregados em operações de retificação de desbaste pesado devido à sua elevada resistência mecânica e da capacidade de suportar choques.

- *Aglomerante elástico*: é composto por borracha (natural ou sintética) vulcanizada. São largamente empregados em operações de corte e como rebolos de arraste na retificação sem centros.

- *Ligante metálico*: é empregado quase exclusivamente em rebolos de diamante e CBN. O ligante mais usado é o bronze produzido por metalurgia do pó. Ferro e níquel também são frequentemente usados.

## 2.4 Resíduos sólidos industriais

A geração de resíduos tem se tornado um desafio para a gestão de empresas, pois além de perder insumo o descarte ambientalmente correto se torna uma problemática devido aos altos custos e aos impactos ambientais associados (MORAES; SIMON; VARGAS, 2015). Além disso, o aumento dos custos da matéria-prima, usada nos processos de fabricação e o aumento dos custos de energia, verificados nos últimos anos, tem levado muitos pesquisadores a voltar sua atenção na recuperação e reciclagem dos resíduos sólidos gerados nas indústrias (COSTA; ZAPATA; PARUCKER, 2003).

Considerando a crescente preocupação da sociedade com relação às questões ambientais e ao desenvolvimento sustentável, a Associação Brasileira de Normas Técnicas - ABNT criou a CEET-00.01.34 - Comissão de Estudo Especial Temporária de Resíduos Sólidos, para revisar a ABNT NBR 10004:1987 - Resíduos sólidos - Classificação, visando aperfeiçoá-la e, desta forma, fornecer subsídios para o gerenciamento de resíduos sólidos.

De acordo com a ABNT NBR 10004:2004, resíduos que resultam das atividades de origem industrial, doméstica, hospitalar, comercial, de serviços e de varrição são classificados em:

*Classe I - Resíduos perigosos*: são aqueles que apresentam riscos à saúde pública e ao meio ambiente, exigindo tratamento e disposição especiais em função de suas características de inflamabilidade, corrosividade, reatividade, toxicidade e patogenicidade.

*Classe IIA - Resíduos não-inertes:* são os resíduos que não apresentam periculosidade, porém não são inertes; podem ter propriedades tais como: combustibilidade, biodegradabilidade ou solubilidade em água.

*Classe IIB - Resíduos inertes:* são aqueles que, ao serem submetidos aos testes de solubilização (NBR-10.007 da ABNT), não têm nenhum de seus constituintes solubilizados em concentrações superiores aos padrões de potabilidade da água. Isto significa que a água permanecerá potável quando em contato com o resíduo. Muitos destes resíduos são recicláveis. Estes resíduos não se degradam ou não se decompõem quando dispostos no solo (se degradam muito lentamente).

Uma importante regulamentação na área dos resíduos, recentemente instituída, foi a Política Nacional de Resíduos Sólidos (PNRS), Lei nº 12.305/2010. A PNRS define gerenciamento de resíduos sólidos como um “conjunto de ações exercidas, direta ou indiretamente, nas etapas de coleta, transporte, transbordo, tratamento e destinação final ambientalmente adequada dos resíduos sólidos e disposição final ambientalmente adequada dos rejeitos”. Além disso, entre seus principais objetivos estão a não geração, redução, reutilização, reciclagem e tratamento de resíduos sólidos. A PNRS ainda especifica que essas ações devem estar de acordo com o Plano de Gerenciamento de Resíduos Sólidos, que deve ser elaborado para determinadas atividades, dentre estas as industriais. Através de um plano estruturado com metas e prazos definidos as empresas podem se organizar para alcançar melhorias contínuas no gerenciamento dos resíduos (BARROS et al., 2017).

Assim, indústrias de vários segmentos tem buscado incorporar em seus processos de produção ações que busquem alcançar os objetivos propostos pela PNRS de não geração, redução, reutilização, reciclagem, tratamento de resíduos sólidos e até mesmo análise do ciclo de vida dos produtos e seu impacto sobre o meio ambiente (LUCAS; BENATTI, 2008; PEREIRA et al., 2016).

Um exemplo de indústria que buscou soluções para seus resíduos é a Companhia Siderúrgica Nacional (CSN), que de alguns anos pra cá, tem usado os resíduos gerados na produção do aço como uma nova proposta de negócios, que além de reduzir danos ambientais trouxe lucratividade para empresa (GOMES; FERREIRA, 2016). Uma das iniciativas tomadas pela empresa foi o desenvolvimento de uma metodologia para remover da lama do alto-forno a contaminação de zinco proveniente da siderurgia. Essa inovação permite que esse material, rico em ferro e carbono, seja reintegrado à produção, trazendo ganhos como a diminuição de compra de matérias-primas, menor gasto com descarte de resíduos e menor exposição a riscos

de *compliance* relacionados a aterros. Outras medidas tomadas pela empresa foram a utilização dos gases gerados a partir da produção siderúrgica na cogeração de energia termoelétrica e aproveitamento de 100 % da escória de alto-forno para produção de cimentos (COMPANHIA SIDERURGICA NACIONAL, 2015).

O surgimento do conceito de desenvolvimento sustentável deixou explícito que as questões ambientais e o desenvolvimento estão diretamente ligados. Assim as indústrias estão buscando controlar e minimizar os impactos ambientais e a geração de resíduos, aperfeiçoar a utilização dos recursos naturais, através da melhoria contínua de novos métodos, sistemas e processos de produção a fim de obter um melhor desempenho ambiental em todo o ciclo de vida do produto (GOMES; LIMA; FRANCO, 2016; PEREIRA et al., 2016).

Uma tecnologia que alcança este resultado é a implementação do conceito de produção mais limpa (*cleaner production*). Esse conceito refere-se à produção integrada à proteção ambiental de forma mais ampla, considerando todas as fases do processo produtivo e o ciclo de vida do produto final (ALVES; OLIVEIRA, 2007; BARROS et al., 2017).

As estratégias utilizadas visando a Produção mais Limpa e a minimização de resíduos incluem (ALVES; OLIVEIRA, 2007):

- Evitar a geração de resíduos e emissões (nível 1),
- Os resíduos que não podem ser evitados devem, preferencialmente, ser reintegrados ao processo de produção da empresa (nível 2),
- Na impossibilidade medidas de reciclagem fora da empresa podem ser utilizadas (nível 3).

As indústrias têm pela frente um grande desafio a ser enfrentado, que é o de compatibilizar o desenvolvimento tecnológico, industrial e comercial com o equilíbrio ambiental e a preservação dos recursos naturais (BARROS et al., 2017).

#### **2.4.1 Resíduos sólidos gerados no processo de usinagem**

Durante o processo de usinagem são produzidos muitos subprodutos ou resíduos, incluindo cavacos de metal, fluidos de corte e pó metálico, que também consomem recursos ou geram custo, mas sem gerar qualquer lucro ou benefício (AGRAWAL; KHARE, 2013). Esses resíduos podem ser classificados, de acordo com a ABNT NBR 10004:2004, como resíduo sólido Classe I e Classe IIA, ou seja, perigoso e não inerte.

Uma grande quantidade de cavacos é gerada no processo de usinagem representando muitas vezes uma alta porcentagem da quantidade do produto semiacabado, podendo chegar a ser até 50% do material bruto depois da usinagem, assim os cavacos provenientes dos processos de usinagem, são um exemplo de resíduo industrial que merece destaque (SHAIBANI; GHAMBARI, 2011).

Segundo Zhai e Yuan (2012) os cavacos gerados na indústria transformadora são significativos tanto em perspectivas econômicas como ambientais. Reciclar esses cavacos pode aumentar o lucro econômico e reduzir o impacto ambiental da indústria de transformação.

A reciclagem e reuso de cavacos oriundos dos processos de usinagem vêm sendo estudados por vários autores:

Parucker e Costa (2000) estudaram a viabilidade de utilização de pós de cavacos de ferro fundido cinzento na produção de peças estruturais, neste caso, mancais de ferro. Em seus resultados, as amostras com 100 % de pó de cavaco apresentaram ótimas propriedades mecânicas, porosidade interconectada, além da produção de uma peça estrutural com 100% de matéria-prima reciclada.

Delforge et al. (2007) avaliaram a reciclagem do aço inoxidável da série 316 misturado ao pó desse mesmo aço, via metalurgia do pó e concluíram que a utilização da mistura pó + cavaco do aço inoxidável da série 316 torna-se viável para certos tipos de peças e para algumas aplicações.

Shaibani, Eshraghi e Ghambari (2013) investigaram a reciclagem de cavacos de ferro fundido cinzento oriundos do processo de usinagem. Os cavacos do ferro fundido foram moídos pelo processo de *jet milling*. Os pós obtidos foram compactados sob uma pressão de 800 MPa e sinterizados em atmosfera de argônio nas temperaturas de 1025, 1100 e 1175 °C. O valor de dureza e a densidade para as amostras sinterizadas a 1175 °C foram de 96 HB e 6,1 g/cm<sup>3</sup> (cerca de 15 % de porosidade), respectivamente. De acordo com os autores, essas são propriedades promissoras para a fabricação de rolamentos auto lubrificantes e peças com propriedades deslizantes.

Laila, Nanko e Takeda (2014) estudaram a reciclagem de cavacos de ferro fundido para produção de materiais termoelétricos do tipo  $\beta$ -FeSi<sub>2</sub>. Neste estudo, amostras de  $\beta$ -FeSi<sub>2</sub> obtidos a partir de cavacos de ferro fundido foram preparados tanto na forma não dopada quanto dopadas com elementos de Al e Co. Os resultados mostraram um desempenho termoelétrico de aproximadamente 70 % em amostras do tipo-p e quase 90% em amostras de tipo-n em comparação com o  $\beta$ -FeSi<sub>2</sub> preparado a partir de ferro puro e outros estudos

publicados. Segundo os autores o uso de cavacos de ferro fundido para produção de  $\beta$ -FeSi<sub>2</sub> é uma alternativa de produção ecológica e econômica.

Fagundes Júnior, Ventrella e Gallego (2015) estudaram o reaproveitamento de cavacos de ligas de titânio para a formação de partículas duras no metal de solda, e encontraram resultados satisfatórios.

Aslan et al. (2015) estudaram a reciclagem de cavacos de ferro fundido de grafita esferoidal (GGG-40) e cavacos de estanho-bronze (CuSn<sub>10</sub>) por meio de prensagem a quente sob temperaturas e pressões específicas. Baseados em seus resultados, os autores concluíram que o MMC (composto de matriz metálica) produzido pode ser usado como um rolamento de fricção devido à sua porosidade e resistência. Além disso, pode ser usados como amortecedor de vibração ou para-choques.

Jassim (2016) estudou o processo de reciclagem direta com compressão a frio e extrusão, sem as etapas de refusão e aquecimento, de cavacos de Al-Zn e cavacos de cobre gerados em processo de usinagem. Os cavacos foram separados por peneiras e submetidos diretamente aos processos de compressão a frio e extrusão, com cargas de 10, 20 e 30 toneladas. Os resultados mostraram que as peças produzidas pelos autores, pelo método da reciclagem direta com compressão a frio e extrusão, possuíam densidade final de 95 % e 94 % da densidade de peças produzidas por métodos convencionais (fundição e laminação) para liga Al-Zn e Cobre, respectivamente, e dureza final igual a 98 % da dureza das peças obtidas por fundição e laminação.

Pelo exposto, nota-se que existem diferentes métodos de reciclagem de cavacos oriundos dos processos de usinagem. Dentre esses métodos a metalurgia do pó vem se destacando, devido às vantagens que oferece como menor consumo de energia, pois não há refusão dos cavacos e aproveitamento de praticamente 100 % do metal, ao contrário de processos que envolvem fusão, onde há muita perda de material. Além disso, em peças fabricadas por metalurgia do pó geralmente não há necessidade de operações de usinagem posteriores ou de qualquer outro tipo de acabamento, ou seja, não há menos geração de resíduos (TORKAR; LAMUT; MILLAKU, 2010; JASSIM, 2016).

## **2.5 Metalurgia do pó**

A Metalurgia do pó (MP) baseia-se na prensagem de pós em moldes metálicos e consolidação da peça por aquecimento controlado. O resultado é um produto com a forma

desejada, bom acabamento superficial, composição química e propriedades mecânicas controladas. O processo da metalurgia do pó envolve quatro etapas fundamentais: obtenção do pó, mistura, compactação e a sinterização (BRITO; MEDEIROS; LOURENÇO, 2007).

### 2.5.1 Obtenção dos pós

Existem vários métodos para produção dos pós, entre eles podemos citar processos químicos (decomposição térmica e redução de um composto em estado sólido), processos mecânicos (moagem de alta energia e cominuição de metais), processos eletroquímicos e atomização. Praticamente qualquer material pode ser transformado em pó por um ou mais dos métodos citados. A escolha do método depende das propriedades específicas do material (ASM Handbook, 1998; UPADHYAYA, 2002).

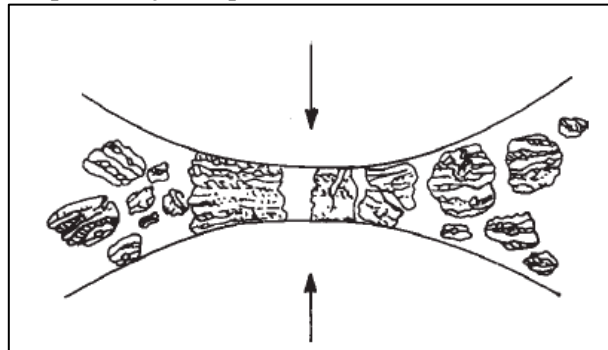
#### 2.5.1.1 Moagem de Alta Energia

A Moagem de Alta Energia (MAE) é uma técnica de processamento de pó para a produção de materiais homogêneos a partir do pó elementar misturado. A técnica de MAE compreende repetidos ciclos de deformação, soldagem a frio, fragmentação e re-soldagem a frio das partículas dos pós que foram moídos (SURYANARAYANA, 2001).

De acordo com Suryanarayana (2001) dois diferentes termos são comumente usados para caracterizar o processamento de partículas em moinhos de bolas de alta energia. Um deles é o *Mechanical Alloying (MA)*, que descreve o processo quando misturas de pós (de diferentes metais ou ligas/compostos) são moídos juntos e ocorre transferência de material, obtendo uma liga homogênea. O outro termo é o *Mechanical Milling (MM)*, que se refere ao processo onde ocorre a moagem de pós de composição uniformes (muitas vezes estequiométricas), tais como metais puros, intermetálicos ou pós pré-ligados, onde a transferência de material não é necessária para a homogeneização.

A moagem tanto na *Mechanical Alloying*, quanto na *Mechanical Milling* ocorre através da colisão entre os corpos moedores (esferas) e o pó. As partículas de pó são presas entre as esferas durante a moagem e sofrem processos de deformação e/ou fratura que definem a estrutura final do pó (MAURICE; COURTNEY, 1990; KOCH; WHITTENBERGER, 1996). Uma representação esquemática desse processo é apresentada na Figura 2.7.

Figura 2.7: Representação esquemática da colisão entre as esferas e o pó.



Fonte: Adaptado de (UPADHYAYA, 2002).

A moagem de alta energia pode ser realizada utilizando diferentes moinhos como: moinho attritor, moinho planetário ou moinho de bolas horizontal. Os princípios de moagem são iguais para todas as técnicas, ou seja, os pós são soldados a frio e fraturados, repetidamente, durante a moagem, variando apenas a capacidade volumétrica do jarro, energia de impacto entre os corpos moedores, sistemas de resfriamento, controle de atmosfera, tais itens irão definir a eficiência de moagem do equipamento (SURYANARAYANA, 2001; CAO, 2017).

Durante o processo de moagem em moinhos de bolas de alta energia, as partículas de pó são submetidas a um alto impacto energético. Microestruturalmente, esse processo pode ser dividido em quatro estágios (CAO, 2017):

- *Fase inicial de moagem*: nessa fase as partículas de pó são achatadas pelas forças de compressão devido à colisão das esferas. Ocorrem mudanças na forma das partículas individuais, ou aglomeração de partículas, sendo impactada repetidamente pelas esferas de moagem com alta energia cinética.
- *Fase intermediária*: nesse estágio ocorrem mudanças significativas em comparação com as da fase inicial. A soldagem a frio é agora significativa. A fragmentação e a soldagem a frio são os processos de moagem dominantes nesta fase. Embora possa ocorrer alguma dissolução, a composição química do pó ligado ainda não é homogênea.
- *Fase final*: nesta fase é evidente um refinamento considerável e redução do tamanho de partícula. A microestrutura da partícula também parece ser mais homogênea em escala microscópica do que na fase inicial e intermediária.
- *Fase de conclusão*: neste estágio as partículas de pó possuem uma estrutura extremamente deformada. Nesta fase, as lamelas não são mais resolvíveis por microscopia óptica. A liga com composição semelhante aos constituintes de partida é assim formada.

A MAE é um processo que envolve um amplo número de variáveis, onde se destacam o tipo de moinho (velocidade de rotação do prato e dimensões do moinho), a atmosfera de moagem (tipicamente um gás inerte para evitar a contaminação dos pós durante a moagem), o tipo e quantidade de agentes controladores de processo (ACP) para controle da soldagem a frio, a razão massa/esfera (razão entre as massas dos pós e a massa das esferas) e o tempo de moagem (ASM Handbook, 1998).

A velocidade de rotação está diretamente relacionada à energia transferida ao material a ser moído. No entanto, a velocidade de rotação não pode exceder a chamada de velocidade crítica, pois acima desta velocidade os corpos moedores aderem às paredes do recipiente e não exercem força de impacto no material. Assim, a velocidade máxima de trabalho deve ser próxima à velocidade crítica, para que os corpos moedores caiam da maior altura possível e produzam a máxima energia de impacto (ASM Handbook, 1998; SURYANARAYANA, 2001).

A atmosfera de moagem está diretamente ligada à contaminação dos materiais processados pela MAE. Sendo assim, pós são processados em jarros sob vácuo ou preenchidos com gases inertes como Ar ou He. O argônio é o gás inerte mais utilizado para evitar a oxidação e contaminação dos pós (SURYANARAYANA, 2001).

Uma vez que a moagem das partículas ocorre devido à força de impacto exercida sobre elas, é necessário que haja espaço suficiente para as esferas e o pó moverem-se livremente no recipiente de moagem. Se a quantidade de esferas e pó for muito pequena, a taxa de produção será muito baixa. Por outro lado, se a quantidade for grande, não haverá espaço suficiente e a energia de colisão será menor. Geralmente deve-se preencher um terço da capacidade do jarro com material, um terço com esferas e deixar um terço deste livre (SURYANARAYANA, 2001).

A razão massa/esfera (razão entre as massas dos pós e a massa das esferas) é uma variável importante no processo de moagem. De um modo geral, uma proporção de 1:10 é mais utilizado quando a moagem do pó é feita em um moinho de pequena capacidade (SURYANARAYANA, 2001).

Durante a moagem ocorre soldagem a frio entre as partículas do pó, principalmente se estas são dúcteis. A soldagem acontece por conta da deformação plástica provocada pela interação entre os corpos moedores na MAE. Um agente controlador de processo (ACP), neste caso um lubrificante, é adicionado ao material durante a moagem para diminuir os efeitos da soldagem a frio. Compostos orgânicos são utilizados como ACP, adsorvendo-se na superfície das partículas. Isso reduz a soldagem a frio que leva a sua aglomeração.



Normalmente, o ACP é utilizado em quantidades entre 1 e 5 % em peso sobre a quantidade de material a ser processado e entre eles estão o ácido esteárico, metanol, etanol e nitrogênio líquido (SURYANARAYANA, 2001).

Ao longo do processo de MAE, as partículas são continuamente achatadas, soldadas a frio, fraturadas e soldadas a frio novamente (ASM Handbook, 1998).

Segundo Suryanarayana (2001), entre as variáveis envolvidas no processo de moagem, o tempo de moagem é o parâmetro mais importante. Normalmente, o tempo é escolhido de modo a alcançar um estado estacionário entre a fragmentação e a soldagem a frio das partículas de pó. Os tempos requeridos variam de acordo com o tipo de moinho utilizado, a intensidade da moagem, a razão massa/bola e a temperatura da moagem. Esses tempos devem ser decididos para cada combinação desses parâmetros e para o pó específico.

Depois de um período de tempo estabelecido, um estado estacionário é atingido com a ocorrência de um balanço entre a taxa de soldagem (que tende a aumentar o tamanho das partículas) e taxa de fratura (que tende a diminuir o tamanho das partículas). Partículas pequenas conseguem suportar deformação sem que ocorra fratura, e tendem a soldar-se em partículas maiores, com uma tendência a formar partículas de tamanho intermediário após um determinado período de tempo. Neste ponto, cada partícula contém aproximadamente todos os componentes iniciais da mistura, na proporção em que foram misturados, e as partículas atingem uma elevada dureza devido ao acúmulo de deformação. A distribuição de tamanho de partículas nesta fase é estreita porque, ao mesmo tempo em que partículas grandes tendem a reduzir de tamanho, os fragmentos pequenos tendem a crescer por soldagem a frio (SURYANARAYANA, 2001).

### **2.5.2 Compactação**

A compactação é a primeira das operações de consolidação da metalurgia do pó e tem como objetivos principais: consolidar o pó no formato predeterminado, atingir nível de porosidade desejada, dar resistência mecânica adequada ao manuseio do compactado do pó, estabelecer tanto quanto possível as dimensões finais para diminuir efeitos de variação dimensional na sinterização (UPADHYAYA, 2002).

Os pós são compactados sob alta pressão por diferentes métodos como: compactação em matrizes rígidas, compactação isostática (a frio ou a quente), compactação por laminação (para produção de chapas ou tiras) e extrusão de pós. Dentre os métodos citados, o mais utilizado é a compactação uniaxial em matriz rígida (ASM Handbook, 1998).

Na prensagem axial, o pó é compactado em uma matriz rígida pela carga axial de punções. Quando a pressão é aplicada, a primeira resposta é o rearranjo das partículas. Grandes lacunas ou vazios são inicialmente preenchidos pelo rearranjo. O movimento relativo das partículas e seu rearranjo levam a um maior empacotamento diminuindo a porosidade. O aumento da pressão também melhora o empacotamento e diminui a porosidade. Sendo as áreas de contato inter-partículas pequenas, comparada a uma seção do pó, as tensões nos contatos podem causar deformações, fluxo plástico ou fratura no ponto local do contato (FURUKAVA et al., 2010).

Segundo Furukava et al. (2010) o processo de compactação pode ser subdividido em quatro estágios distintos em termos de variação de pressão e do modo predominante de densificação:

- *Estágio 1*: início do processo de compactação, caracterizado pelo escorregamento e rearranjo das partículas sem ocorrência de deformação plástica ou fratura;
- *Estágio 2*: início de deformações locais e fraturas das partículas nos pontos de contato.
- *Estágio 3*: ocorre nas pressões mais altas de compactação e é caracterizado pela compressão elástica do compacto como um todo;
- *Estágio 4*: caracterizado pela etapa de ejeção do compacto da matriz. Neste estágio, tensões residuais elásticas são relaxadas e as dimensões do compacto podem aumentar em torno de 0,5 %. Vários cuidados devem ser tomados neste estágio para evitar problemas de fratura e defeitos no compacto.

A compressão do pó é influenciada por fatores como: dureza inerente do metal ou liga em questão, forma de partículas, porosidade interna, distribuição de tamanho de partícula, presença de não metálicos, adição de elementos de liga ou lubrificantes sólidos (UPADHYAYA, 2002).

### **2.5.3 Sinterização**

A sinterização pode ser definida como um processo físico, termicamente ativado, que faz com que um conjunto de partículas de determinado material, inicialmente em contato mútuo, adquira resistência mecânica. A força motriz para a ocorrência da sinterização é a diminuição da energia livre superficial das partículas. Esta diminuição ocorre através do

desaparecimento da interface material/poro, que é substituída pela interface material/material, quando a porosidade desaparece (SILVA; ALVES JUNIOR, 1998; KANG, 2005).

Durante a sinterização, a porosidade da estrutura é fechada através do deslocamento de material para preencher os espaços vazios. O modo como este material se desloca indica o tipo de sinterização. Existem dois tipos básicos de sinterização: a sinterização por fase sólida e a sinterização por fase líquida. Estes dois tipos básicos de sinterização são capazes de densificar total ou parcialmente a estrutura. Na sinterização por fase sólida é possível obter uma estrutura com porosidade controlada, enquanto que o fechamento total da porosidade é mais facilmente obtido através da sinterização por fase líquida (UPADHYAYA, 2002; KANG, 2005; BRITO; MEDEIROS; LOURENÇO, 2007).

Na sinterização por fase sólida, material é transportado sem que exista qualquer tipo de líquido na estrutura. Existem diversas formas de transporte de material: por fluxo viscoso (caso dos vidros, materiais amorfos e também cristalinos, submetidos à pressão), por difusão atômica (os cristais) ou por transporte de vapor (materiais com alta pressão de vapor). Em todos estes casos, material é transferido para a região de contato entre partículas vizinhas. Outras formas de transporte, até mais eficientes do que estas citadas, devem ser consideradas porque envolvem deslocamento de partículas inteiras, como deslizamento e rotação de partículas, e não deslocamento de átomos individuais. Independentemente do tipo de transporte, rigidez e densificação são obtidas pelo aumento da área de contato entre as partículas (SILVA; ALVES JUNIOR, 1998).

A sinterização por fase líquida acontece devido à formação de líquido na estrutura. Este líquido pode ser formado pela fusão de um dos componentes do sistema ou pode ser o resultado de uma reação entre, pelo menos, dois dos componentes do sistema. A presença deste líquido é a maior diferença entre os dois tipos básicos de sinterização, e tem papel decisivo na determinação dos mecanismos de sinterização e do aspecto final da estrutura sinterizada. Em termos gerais, pode-se dizer que, em comparação à sinterização por fase sólida, este tipo de sinterização é mais rápido e fecha a estrutura mais facilmente (SILVA; ALVES JUNIOR, 1998).

O processo de sinterização é afetado por diferentes variáveis, que podem ser divididas em duas categorias: variáveis do material e variáveis de processo (Quadro 2.2). As variáveis relacionadas às matérias-primas (variáveis do material) influenciam a compressibilidade e sinterabilidade do pó (densificação e crescimento de grão). As variáveis de processo são principalmente variáveis termodinâmicas, tais como temperatura, tempo, taxa de aquecimento e resfriamento (KANG, 2005).

Quadro 2.2: Variáveis que afetam o processo de sinterização.

| Variáveis do material   | Variáveis de processo  |
|---|--|
| <ul style="list-style-type: none"> <li>- Forma do pó,</li> <li>- Tamanho e distribuição granulométrica dos pós,</li> <li>- Composição,</li> <li>- Impureza,</li> <li>- Homogeneidade, etc.</li> </ul> | <ul style="list-style-type: none"> <li>- Temperatura,</li> <li>- Tempo,</li> <li>- Pressão,</li> <li>- Atmosfera de sinterização,</li> <li>- Taxa de aquecimento,</li> <li>- Taxa de resfriamento, etc.</li> </ul> |

Fonte: Adaptado de (KANG, 2005).

O tempo e temperatura de sinterização são as variáveis de processo mais significativas de uma perspectiva prática, sendo a temperatura a variável mais importante. O tamanho das partículas, a porosidade do compacto e o tipo de pó (misturado, pré-aliado e de liga de difusão) são as variáveis mais significativas do material na sinterização (ASM Handbook, 1998; UPADHYAYA, 2002).

Um aumento na temperatura de sinterização aumenta consideravelmente a taxa e a magnitude de quaisquer alterações que ocorram durante a sinterização. Quanto maior a temperatura de sinterização, menor é o tempo de sinterização necessário para atingir um grau desejado de ligação entre as partículas do pó. O grau de sinterização também aumenta com o aumento do tempo, no entanto, o efeito é pequeno em comparação com a influência da temperatura. Do ponto de vista da eficiência de produção seria interessante realizar a sinterização por tempos de sinterização mais curtos e temperaturas correspondentemente mais altas. Entretanto, os custos de manutenção e o consumo de energia de um forno aumentam quando a temperatura de operação é aumentada (UPADHYAYA, 2002; HÖGANÄS, 2013).

O objetivo principal das atmosferas de sinterização é proteger os compactos da oxidação durante a sinterização e reduzir os óxidos residuais de superfície para melhorar o contato entre as partículas de pó adjacentes. Atmosferas controladas de sinterização também são utilizadas para proteger os compactos contendo carbono da descarbonização (HÖGANÄS, 2013). As atmosferas de forno amplamente utilizadas incluem gás endotérmico, gás exotérmico, amônia dissociada (DA), hidrogênio, misturas de hidrogênio-nitrogênio e vácuo (ASM Handbook, 1998).

A diminuição do tamanho de partícula leva ao aumento da sinterização. Partículas de menor tamanho tem uma área interfacial de poro/sólido maior, produzindo uma maior força motriz para sinterização. (UPADHYAYA, 2002).

Em determinadas condições de sinterização, em pós compostos de partículas finas ou partículas de alta porosidade interna (grande superfície específica), a sinterização é mais rápida que em pós consistindo em partículas compactas grosseiras. No entanto, pós finos geralmente são mais difíceis de compactar do que os pós grosseiros e os compactos feitos de pó fino apresentam maior contração durante a sinterização do que os compactos feitos de pó grosseiro (HÖGANÄS, 2013).

No decorrer do processo de sinterização ocorrem algumas mudanças nas características do sinterizado quando comparado com a peça compactada. O lubrificante adicionado no processo de moagem será eliminado durante a sinterização devido às altas temperaturas empregadas e, assim, como consequência ocorrerá perda de massa. Também podem ser observadas mudanças no volume, devido às transformações de fases e reações químicas entre os elementos que constituem a liga, ou ainda, com os gases da atmosfera de sinterização (GRUPO SETORIAL DE METALURGIA DO PÓ, 2009).

## **2.6 Planejamento de experimentos**

O Projeto e Análise de Experimentos (*Design of Experiments – DOE*) pode ser definido como um processo de planejamento dos experimentos para que os dados apropriados possam ser coletados e em seguida analisados por métodos estatísticos resultando em conclusões adequadas e objetivas. Desta forma, qualquer problema experimental tem dois aspectos: o projeto dos experimentos e a análise estatística dos dados (MONTGOMERY, 2001).

Experimentos são realizados por pesquisadores em praticamente todos os campos de pesquisa, geralmente para descobrir algo sobre um determinado processo ou sistema. Um experimento pode ser definido como um teste ou uma série de testes em que mudanças intencionais são realizadas nas variáveis de entrada de um processo ou sistema, para que se possa observar e identificar como essas alterações influenciam as respostas desse processo (MONTGOMERY, 2001).

Os processos de fabricação geralmente possuem diversas variáveis de entrada com diferentes níveis (valores), no entanto, nem todos tem a mesma influência na resposta de interesse. Além disso, as variáveis podem influenciar a resposta individualmente ou em conjunto (interação). Deste modo a execução de experimentos planejados e analisados

estatisticamente permite identificar as variáveis e/ou a combinação das variáveis que mais influenciam na resposta de interesse (MASON; GUNST; HESS, 2003).

Segundo Montgomery (2001) o emprego do Projeto e Análise de Experimentos deve seguir algumas etapas:

1. Definição do problema. O experimentador deve ter o máximo de informação sobre o problema a ser estudado e uma definição clara dos objetivos do experimento.
2. Escolha das variáveis de entrada e níveis de estudo. É necessário planejar muito bem quais são variáveis que serão analisados no experimento, de maneira a não excluir variáveis relevantes e também, não testar um número muito grande de variáveis, uma vez que o número de experimentos a serem realizados é função direta da quantidade de variáveis e níveis de trabalho escolhidos.
3. Variáveis de saída (resposta). A(s) resposta(s) escolhida devem fornecer informações suficientes para solucionar o problema estudado.
4. Escolha do planejamento experimental. O tipo de análise é escolhido considerando-se o tempo, o custo, a dificuldade dos experimentos e os objetivos pretendidos.
5. Execução dos experimentos. Os experimentos são realizados de acordo com o planejamento experimental definido na etapa anterior. É realizada a coleta de dados é realizada de maneira cuidadosa para evitar possíveis erros experimentais.
6. Análise estatística dos dados. Métodos estatísticos devem ser usados na avaliação dos dados, de modo que os resultados e conclusões sejam objetivos e não de opinião. Atualmente, estas análises são auxiliadas por softwares estatísticos como MINITAB, STATISTICA, EXCEL, DOE PRO, que realizam cálculos estatísticos, geram relatórios e gráficos para a realização das análises.
7. Conclusões e recomendações. O experimento deve resultar em conclusões práticas sobre os resultados e recomendar um curso de ação. Os gráficos gerados pelos softwares de estatística ajudam bastante nesta fase de interpretação dos resultados.

Técnicas de planejamento de experimentos vêm sendo utilizadas como uma ferramenta para verificar o funcionamento de sistemas ou processos produtivos, permitindo a melhorias destes, como a redução na variabilidade e conformidade próximas do resultado desejado, além de diminuição no tempo de processo e, conseqüentemente, nos custos operacionais (MONTGOMERY, 2001).

O Quadro 2.3 apresenta, resumidamente, as características das principais técnicas utilizadas no projeto e análise de experimentos.

Quadro 2.3: Características das principais técnicas utilizadas no DOE.

| <b>TÉCNICA</b>                        | <b>APLICAÇÕES</b>   |
|---------------------------------------|---|
| Fatorial Completo                     | Utilizada em processos onde se tem um prévio conhecimento e onde a realização das corridas não necessita de tempos longos e altos custos.                           |
| Fatorial Fracionado                   | Em processos onde se deseja um pré-conhecimento e onde a literatura é limitada ou para corridas que demandam maior tempo ou custo.                                  |
| Taguchi                               | Em processos onde há pouco ou quase nenhum conhecimento prévio de comportamento, para processos com alta dispersão ou que as corridas demandem alto custo ou tempo. |
| Metodologia de Superfície de Resposta | Otimização de processos, principalmente bem conhecidos e com baixa dispersão.   |

Fonte: Adaptado de Nilo Júnior (2003).

Dentre as técnicas citadas no Quadro 2.3, neste trabalho utilizou-se a técnica do planejamento fatorial completo.

Experimentos fatoriais são aqueles em que os fatores são variados em conjunto, em vez de um por vez (MONTGOMERY, 2001). Segundo Peixoto (2012) essa técnica é largamente utilizada por ser uma das técnicas mais simples. É comumente utilizado para triagem ou quando há um grande número de fatores (variáveis) possíveis a serem analisados. Nesta última abordagem, os efeitos dos fatores isolados (e das interações entre eles) sobre a resposta podem ser analisados de forma simultânea, tornando esta técnica bastante recomendada para a otimização de experimentos.

## 3 MATERIAIS E MÉTODOS

### 3.1 Material

O material de partida para a realização deste trabalho foi a borra ou lama de retífica (Figura 3.1), gerada no processo de retificação de anéis de pistão da empresa MAHLE Metal Leve S.A/Itajubá. A borra é composta pelos seguintes materiais (TEIXEIRA, 2007).

- Resíduo metálico ferroso, proveniente do metal removido da peça (anel de pistão). Neste trabalho o resíduo metálico ferroso é composto de ferro fundido cinzento e ferro fundido nodular.
- Particulado do rebolo, gerado em função do desgaste do rebolo ao remover o metal da peça. O rebolo utilizado na retificação dos anéis, cujos resíduos estão sendo estudados neste trabalho, foi o rebolo de óxidos de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ).
- Óleo lubrificante, que é utilizado para refrigerar a ferramenta de corte.

Figura 3.1: Material como recebido.



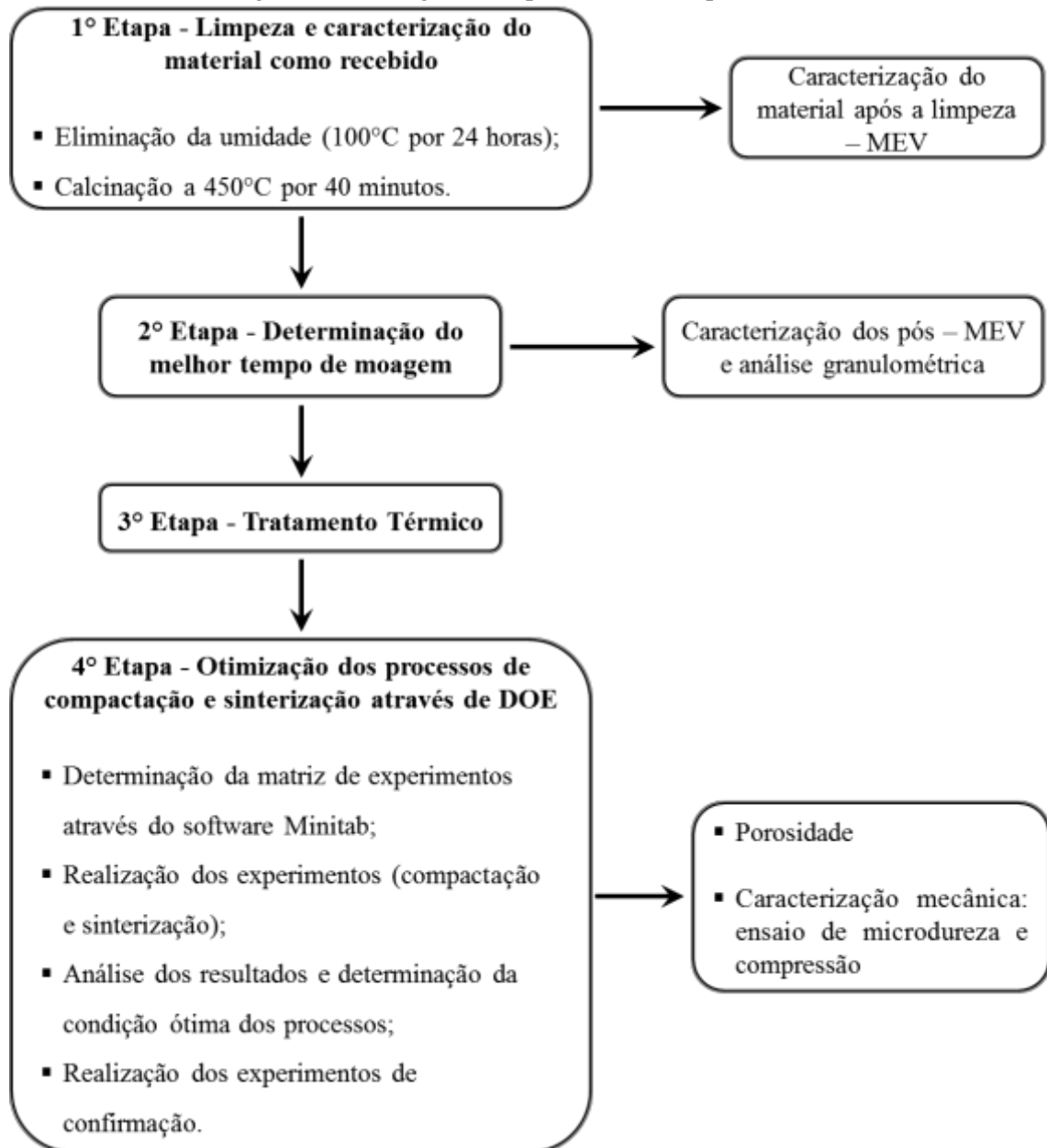
Fonte: Próprio autor.

### 3.2 Métodos

O procedimento experimental foi dividido em quatro etapas que estão apresentadas no fluxograma da Figura 3.2.



Figura 3.2: Fluxograma do procedimento experimental.



Fonte: Próprio autor.

### 3.2.1 Limpeza e caracterização do material como recebido (1ª etapa)

O material como recebido (borra) foi inicialmente colocado em uma estufa QUIMIS a 100 °C por 24 horas para eliminar a umidade. Em seguida o material foi calcinado a 450 °C por 40 minutos para remoção do óleo, em um forno elétrico EDG 3000 3P do Laboratório de Metalurgia e Materiais (LMM) da UNIFEI. Após a limpeza o material foi caracterizado por MEV.

### 3.2.2 Determinação do melhor tempo de moagem (2ª etapa)

A segunda etapa do procedimento experimental teve como objetivo a determinação do melhor tempo de moagem. Para tanto, o material obtido após a limpeza foi submetido à moagem de alta energia por diferentes tempos. O melhor tempo de moagem encontrado será empregado para a produção dos pós que serão utilizados nas etapas seguintes do trabalho.

#### 3.2.2.1 Moagem de alta energia

Para a moagem de alta energia (MAE) foi utilizado o moinho Noah-Nuoya, modelo NQM 0,2L, do Laboratório de Metalurgia e Materiais (LMM) da UNIFEI. Em cada jarro do moinho foram colocadas 30 gramas de material. A esse material foi adicionado 1% de ácido esteárico, para lubrificação e para evitar aderência do material no jarro durante a moagem. A Tabela 3.1 apresenta os parâmetros de moagem utilizados.

Tabela 3.1: Parâmetros utilizados na moagem da borra após limpeza.

| Parâmetros            | Valores adotados         |
|-----------------------|--------------------------|
| Velocidade de rotação | 350 rpm                  |
| Tempo de moagem       | 4, 10, 20, 30 e 40 horas |
| Relação massa/esfera  | 1:10                     |

Fonte: Próprio autor.

#### 3.2.2.2 Análise do tamanho de partículas

A determinação da distribuição granulométrica dos pós obtidos após a moagem, foi realizada por meio do ensaio de análise de tamanho de partículas no equipamento da marca Microtrac, S3500 (Figura 3.3), instalado no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE) da UNIFEI. As medidas foram realizadas com as amostras diluídas em água destilada.

Figura 3.3: Analisador de tamanho de partículas Microtrac, S3500.



Fonte: Próprio autor.

### 3.2.3 Microscopia eletrônica de varredura

A técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi utilizada para caracterização do material como recebido no modo de elétrons retro espalhados (BSE) e com o detector de energia dispersiva de raios-X por espectroscopia (EDS) foi possível confirmar a presença e distribuição dos elementos químicos presentes no material.

Para a análise morfológica e análise do tamanho médio das partículas após a moagem foram obtidas imagens no modo elétron secundário (SE).

As análises de MEV foram realizadas em um microscópio eletrônico de varredura da marca Zeiss, modelo EVO MA15, com detector de espectroscopia por dispersão de energia (EDS) da marca Bruker, modelo xFlash (Figura 3.4) instalado no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE) da UNIFEI.

Figura 3.4: Microscópio eletrônico de varredura da marca Zeiss, modelo EVO MA15.



Fonte: Próprio autor.

### 3.2.4 Tratamento térmico (3ª etapa)

Durante a MAE, gera-se grande tensão interna nas partículas do pó. Essa tensão atrapalha o processo subsequente de compactação, assim após a MAE os pós foram submetidos ao tratamento térmico para alívio de tensões a 600 °C por 40 minutos. O tratamento térmico foi realizado em um forno elétrico EDG 3000 3P do Laboratório de Metalurgia e Materiais (LMM) da UNIFEI.

### 3.2.5 Otimização dos processos de compactação e sinterização através de DOE (4ª etapa)

A terceira etapa do procedimento experimental teve como objetivo a otimização dos processos de compactação e sinterização através do projeto e análise de experimentos (*Design of Experiments* - DOE), com o auxílio do *software Minitab® 18*. O pó utilizado para realização desta etapa do trabalho foi obtido como descrito no item 3.2.2.1, utilizando o melhor tempo de moagem encontrado. Também foi submetido ao tratamento térmico de alívio de tensões, como descrito no item 3.2.4.

### 3.2.5.1 Projeto e análise de experimentos

Entre os métodos disponíveis no DOE, para a realização deste trabalho foi utilizado o *Fatorial Completo Geral*. Foram definidos como variáveis de entrada: a pressão de compactação, a rampa de aquecimento na sinterização e a temperatura de sinterização. A densidade das amostras sinterizadas foi definida como variáveis de saída (resposta). A Tabela 3.2 apresenta as variáveis de entrada analisadas e os níveis de trabalho definidos.

Tabela 3.2: Variáveis de entrada e níveis de trabalho.

| Variáveis de entrada             | Níveis de trabalho |      |    |
|----------------------------------|--------------------|------|----|
| Carga de compressão (toneladas)  | 1,5                | 2    | 3  |
| Rampa de aquecimento (°C/min)    | 1                  | 5    | 10 |
| Temperatura de sinterização (°C) | 1000               | 1100 |    |

Fonte: Próprio autor.

A matriz de delineamento dos experimentos com os níveis de cada parâmetro, bem como suas combinações, foi criada no *software Minitab® 18* e está apresentada na Tabela 3.3.

Tabela 3.3: Matriz de experimentos gerada no *software Minitab® 18*.

| <b>Experimento</b> | <b>Carga de compressão (toneladas)</b> | <b>Rampa de aquecimento (°C/min)</b> | <b>Temperatura de sinterização (°C)</b> |
|--------------------|--|--------------------------------------|---|
| 1                  | 1,5                                    | 1                                    | 1000                                    |
| 2                  | 1,5                                    | 1                                    | 1100                                    |
| 3                  | 1,5                                    | 5                                    | 1000                                    |
| 4                  | 1,5                                    | 5                                    | 1100                                    |
| 5                  | 1,5                                    | 10                                   | 1000                                    |
| 6                  | 1,5                                    | 10                                   | 1100                                    |
| 7                  | 2                                      | 1                                    | 1000                                    |
| 8                  | 2                                      | 1                                    | 1100                                    |
| 9                  | 2                                      | 5                                    | 1000                                    |
| 10                 | 2                                      | 5                                    | 1100                                    |
| 11                 | 2                                      | 10                                   | 1000                                    |
| 12                 | 2                                      | 10                                   | 1100                                    |
| 13                 | 3                                      | 1                                    | 1000                                    |
| 14                 | 3                                      | 1                                    | 1100                                    |
| 15                 | 3                                      | 5                                    | 1000                                    |
| 16                 | 3                                      | 5                                    | 1100                                    |
| 17                 | 3                                      | 10                                   | 1000                                    |
| 18                 | 3                                      | 10                                   | 1100                                    |

Fonte: Próprio autor.

Com a realização dos experimentos e medição da resposta de interesse foi possível, através do *software Minitab® 18*, avaliar a influência das variáveis de entrada na resposta analisada e realizar a otimização dos processos de compactação e sinterização. Após a definição da condição ótima, foram realizados experimentos de confirmação para validar os valores obtidos para as variáveis do processo. Dessa forma foram realizados três experimentos empregando a combinação ótima das variáveis.

### 3.2.5.2 Compactação

Para a compactação foram utilizadas aproximadamente 5 g do pó, ao qual foram adicionados aproximadamente 3 % de estearato de zinco. O estearato de zinco foi utilizado para auxiliar na prensagem evitando a delaminação.

Antes da compactação foi aplicada uma fina camada de ácido esteárico no interior da matriz e nas faces das punções (faces de contato com pó) para lubrificá-los e evitar aderência do pó na matriz durante a compactação.

As cargas utilizadas na compactação foram 1,5; 2 e 3 toneladas, como apresentado na Tabela 3.2. Durante a compactação a carga era mantida por 5 minutos e em seguida aliviada. Este procedimento foi realizado 3 vezes visando melhor acomodação das partículas do material e conseqüentemente melhor compactação do pó.

A compactação dos pós foi realizada utilizando-se uma matriz cilíndrica com diâmetro interno de 12 mm (Figura 3.5) e uma prensa hidráulica uniaxial manual com capacidade de 15 toneladas da marca SCHULZ, do Laboratório de Metalurgia e Materiais (LMM) da UNIFEI.

Figura 3.5: Matriz utilizada para compactação dos pós.



Fonte: Próprio autor.

### 3.2.5.3 Medidas de densidade à verde

As medidas de densidade à verde foram realizadas nas pastilhas obtidas logo após a compactação. A densidade à verde foi determinada pela relação entre a massa das pastilhas e o seu volume, utilizando a Equação (3.1):

$$\rho = \frac{m}{V} \quad \text{Equação (3.1)}$$

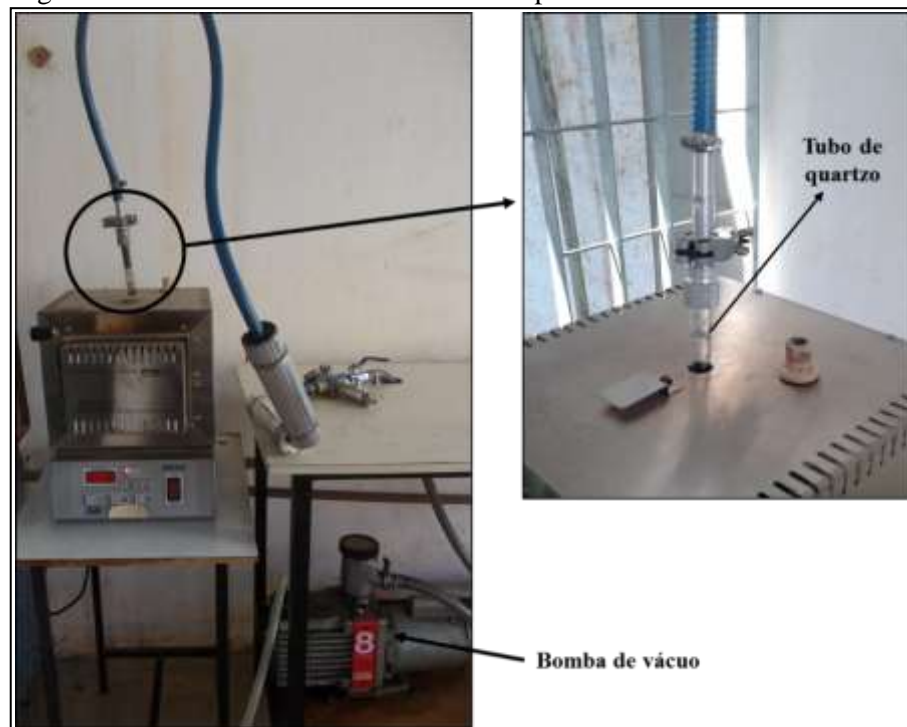
Onde:  $\rho$  = Densidade da amostra (g/cm<sup>3</sup>),  $m$  = massa da amostra (g) e  $V$  = volume (cm<sup>3</sup>).

A massa das amostras foi medida em uma balança Shimadzu modelo AUY220 com precisão de 4 casas decimais, pertencente ao Laboratório de Metalurgia e Materiais (LMM) da UNIFEI. As medidas dimensionais foram realizadas através de um paquímetro da marca Mitutoyo com resolução de 0,05 mm.

### 3.2.5.4 Sinterização

A sinterização foi realizada em um forno elétrico EDG 3000 3P adaptado com um sistema de vácuo (Figura 3.6) do Laboratório de Metalurgia e Materiais (LMM) da UNIFEI.

Figura 3.6: Forno elétrico EDG 3000 3P adaptado com um sistema de vácuo.



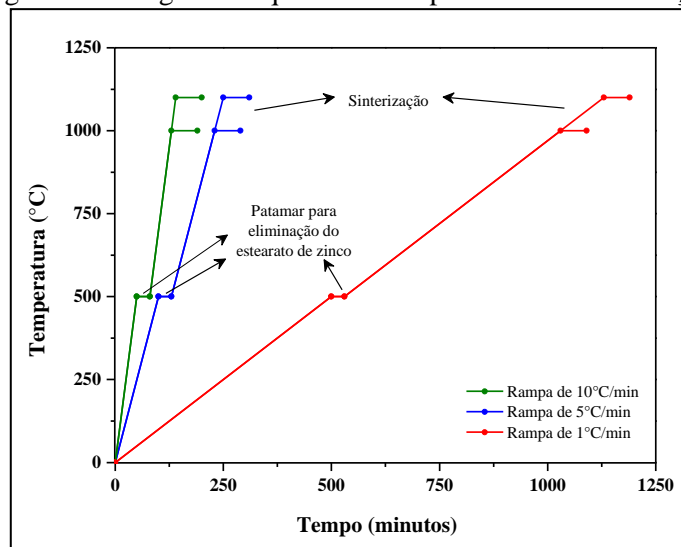
Fonte: Próprio autor.

As amostras foram colocadas em tubo de quartzo de 15 mm de diâmetro, sob vácuo, para que não ocorresse oxidação. Em seguida o tubo de quartzo contendo as amostras foi inserido no forno e aquecido até 500 °C, mantendo este patamar por 30 minutos, com a



finalidade de eliminar todo o estearato de zinco da amostra. Decorridos 30 minutos nesta temperatura, o material foi aquecido até a temperatura de sinterização, permanecendo nesta temperatura por 60 minutos. Após o término da sinterização, as amostras foram resfriadas dentro do forno. A Figura 3.7 apresenta um diagrama esquemático do processo de sinterização. As rampas de aquecimento utilizadas foram de 1, 5 e 10 °C/min e as temperaturas de sinterização foram 1000 °C e 1100 °C, como apresentados na Tabela 3.2.

Figura 3.7: Diagrama esquemático do processo de sinterização.



Fonte: Próprio autor.

### 3.2.5.5 Medida da densidade das amostras sinterizadas

A densidade das amostras sinterizadas foi determinada pelo método de Arquimedes, conforme norma ASTM B962-15, utilizando uma balança Shimadzu modelo AUY220 com precisão de 4 casas decimais, pertencente ao Laboratório de Metalurgia e Materiais (LMM) da UNIFEI.

### 3.2.6 Caracterização das amostras sinterizadas

Na quarta etapa do procedimento experimental foi realizada a caracterização mecânica e a análise da porosidade das amostras sinterizadas. Também foi realizada a medida da densidade aparente, pelo método de Arquimedes descrito no item 3.2.5.5. As amostras utilizadas para caracterização foram produzidas nas condições otimizadas das etapas anteriores.

### 3.2.6.1 Porosidade

A avaliação da porosidade da amostra sinterizada foi realizada em um microscópio óptico da marca Olympus modelo BX41M pertencente ao Laboratório de Metalurgia e Materiais (LMM) da UNIFEI. Foram analisados 4 campos distintos da amostra utilizando o software computacional *Stream Basics*.

### 3.2.6.2 Caracterização mecânica

A caracterização mecânica das amostras sinterizadas foi realizada através de ensaios de microdureza e ensaios de compressão. Posteriormente, as amostras foram embutidas em resina termofixa utilizando a embutidora da marca Arotec, modelo PRE30, na sequência lixados, com lixas nas granas 220, 320, 400, 600 e 1200 utilizando a máquina politriz da marca Arotec, modelo Aropol 2V. O polimento foi realizado utilizando alumina com granulometria 0,05  $\mu\text{m}$ .

Para as medidas de microdureza utilizou-se um Microdurômetro da marca TIME modelo TH 712, pertencente ao Laboratório de Metalurgia e Materiais (LMM) da UNIFEI. Realizou-se 10 medidas na amostra com carga de 1 kg.

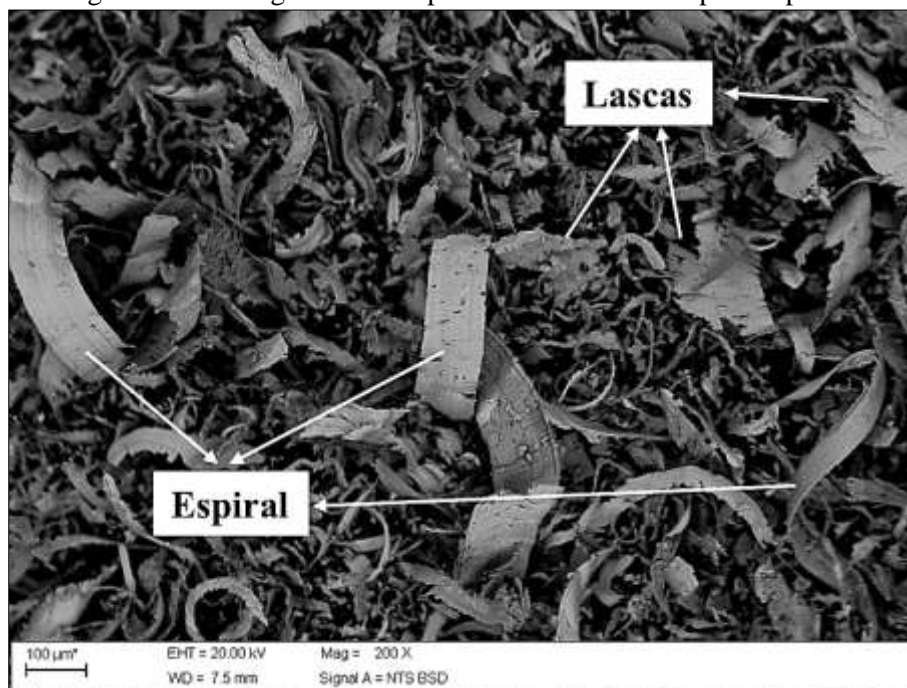
O ensaio de compressão foi realizado em uma máquina universal de ensaio da marca Instron modelo 8801 com célula de carga de 10t do Laboratório de Ensaios Destrutivos e Não Destrutivos da UNIFEI. Foram ensaiadas 5 amostras determinando uma média entre os resultados.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 Caracterização do material como recebido (1ª etapa)

A Figura 4.1 apresenta a micrografia obtida por MEV do material como recebido, após limpeza. Nota-se a presença de cavacos de diferentes formas, alguns em formato de espiral e alguns pedaços e lascas, com tamanhos variando de aproximadamente 10 $\mu$ m a 300 $\mu$ m.

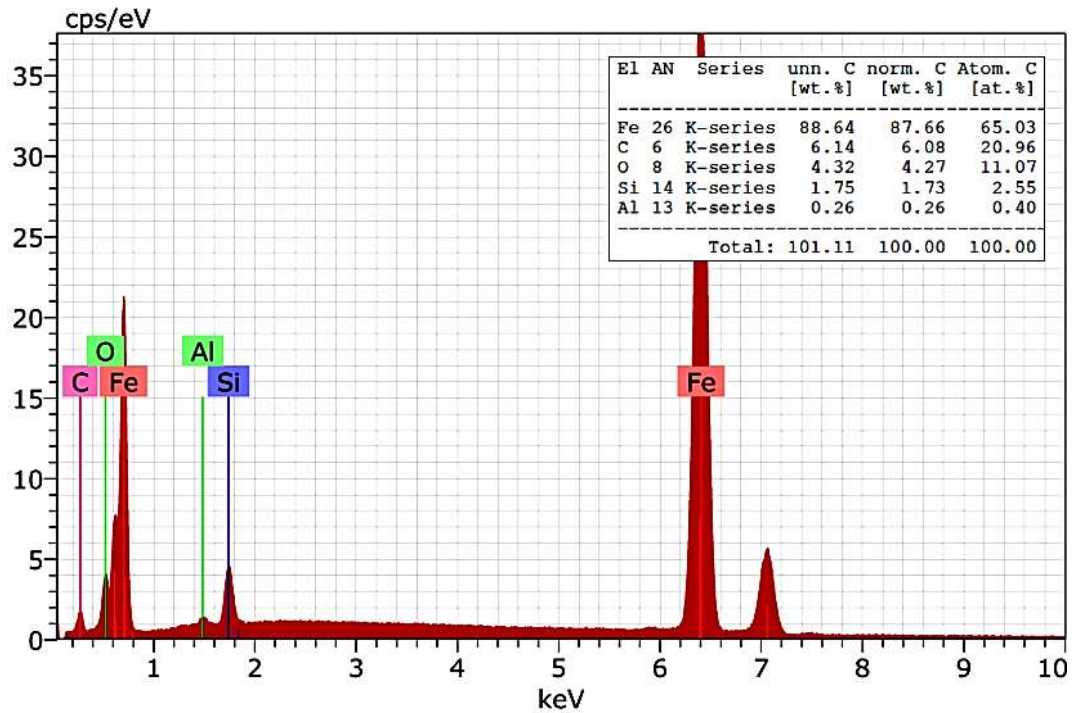
Figura 4.1: Micrografia obtida por MEV do material após limpeza.



Fonte: Próprio autor.

A Figura 4.2 apresenta o espectro do material como recebido e a concentração em peso e atômica dos elementos encontrados. Observa-se os picos dos elementos químicos Fe, C e Si, que fazem parte da composição química do ferro fundido e os picos dos elementos químicos Al e O que fazem parte da composição química do rebolo. É necessário ressaltar que as medidas de concentração dos elementos químicos C e O obtidas por esta técnica não são confiáveis, devido a uma delimitação da técnica.

Figura 4.2: Espectro de dispersão de energia (EDS) do material como recebido após limpeza.



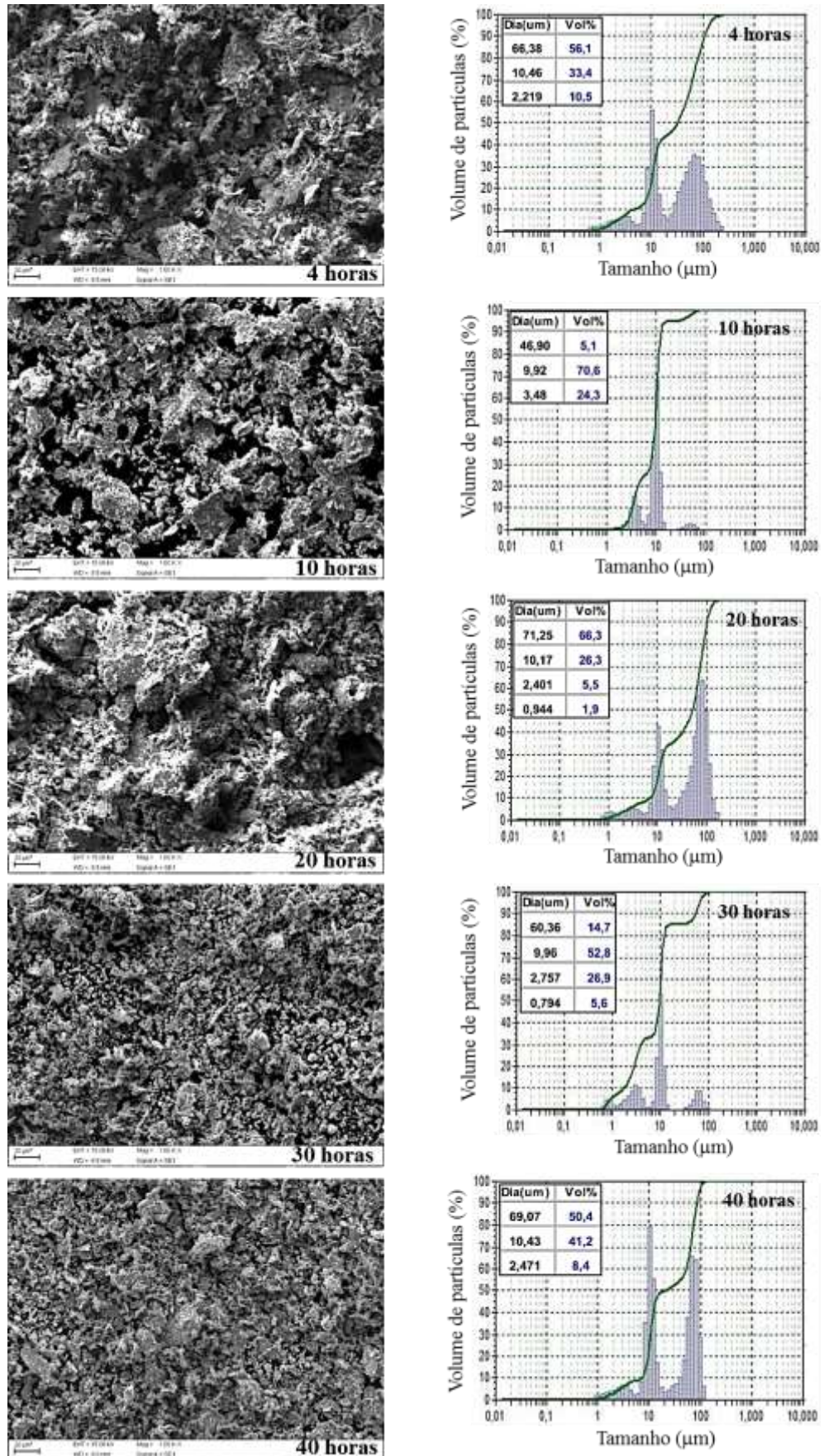
Fonte: Próprio autor.

## 4.2 Determinação do melhor tempo de moagem (2ª etapa)

Para determinação do melhor tempo de moagem foi realizada a análise do tamanho das partículas do pó obtido, após MAE, através das técnicas de análise granulométrica e microscopia eletrônica de varredura.

A Figura 4.3 apresenta as micrografias (obtidas por MEV) e o resultado da análise granulométrica dos pós obtidos na MAE nos tempos de 4, 10, 20, 30 e 40 horas. Verifica-se que com 4 horas de moagem não ocorreu redução significativa no tamanho das partículas. Aumentando o tempo de moagem para 10 horas, é notória a diminuição da granulometria das partículas, que apresentam formato irregular. A partir de 20 horas de moagem, é possível notar a formação de aglomerados.

Figura 4.3: Micrografias dos pós obtidos após MAE em diferentes tempos.



Fonte: Próprio autor.

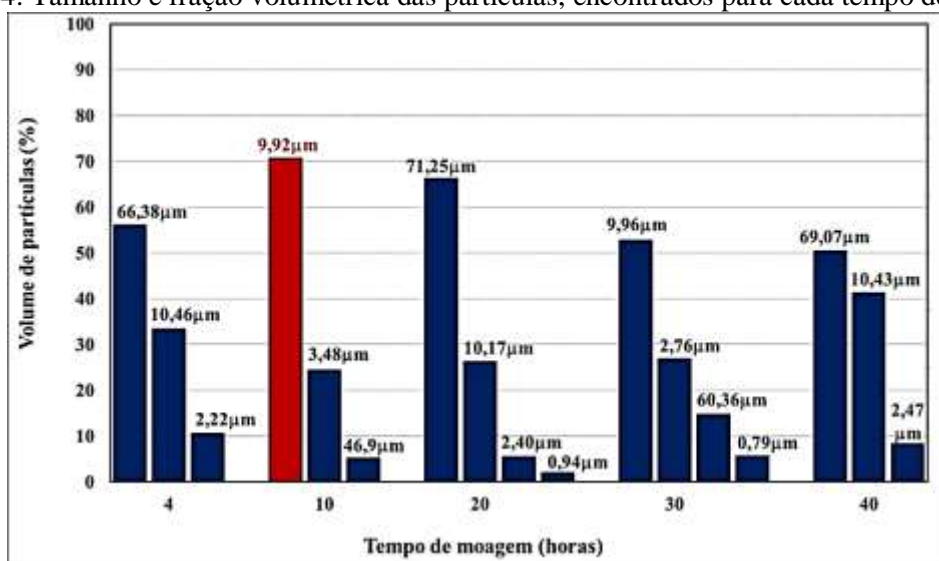
O material submetido à moagem por 10 horas apresentou o maior volume de partículas com menor granulometria (70,6% de partículas com diâmetro médio de  $9,92\mu\text{m}$ ). Também é possível observar que a partir da moagem de 20 horas ocorre, ora um aumento no diâmetro médio das partículas, ora uma diminuição, possivelmente causado pela soldagem (aglomeração), fragmentação e re-soldagem dos pós.

A amostra é composta de diferentes materiais que diminuem de tamanho durante a moagem de formas distintas, criando na amostra certas regiões onde o tamanho de partícula fica constante e certas regiões onde o tamanho de partícula não fica constante. Isso gera uma distribuição granulométrica de forma trimodal, como pode ser observado na Figura 4.3.

Nota-se que o material de partida para o processo de moagem estava na forma de cavacos, e estes durante a moagem são encruados até ocorrer a ruptura. Inicialmente partes do cavaco vão cisalhando e assim, durante o processo de moagem vão surgindo partículas de granulometria elevada e granulometria baixa, observando-se, portanto, que com o tempo de 10 horas de moagem não há partículas com granulometria na faixa de 20 e  $30\mu\text{m}$ .

Com base nos resultados da análise granulométrica e da microscopia eletrônica de varredura concluiu-se que 10 horas é o melhor tempo de moagem, pois apresentou o maior volume de partículas com a menor granulometria (70,6% de partículas com diâmetro médio de  $9,92\mu\text{m}$ ), como apresentado na Figura 4.4. Esse tempo foi empregado para produção dos pós utilizados nas etapas seguintes do trabalho.

Figura 4.4: Tamanho e fração volumétrica das partículas, encontrados para cada tempo de moagem.



Fonte: Próprio autor.

### **4.3 Otimização dos processos de compactação e sinterização através de DOE (4ª etapa)**

Como visto no Capítulo 3, foi utilizado o planejamento de experimentos (DOE) para a otimização dos processos da compactação e da sinterização.

A seguir serão apresentados os resultados experimentais do DOE bem como a análise da influência das variáveis de entrada (carga de compressão, rampa de aquecimento na sinterização e temperatura de sinterização) e suas interações na resposta de interesse (densidade final).

A Tabela 4.1 mostra a matriz de experimentos gerada através do *software Minitab® 18*, onde estão apresentadas as variáveis de entrada, com os níveis de cada variável, suas combinações e o resultado experimental obtido para a densidade final.

Tabela 4.1: Matriz de experimentos gerada através do *software Minitab® 18* com os resultados experimentais.

| Experimento | Variáveis de entrada            |                               |                                  | Resposta                             |
|-------------|---------------------------------|-------------------------------|----------------------------------|--------------------------------------|
|             | Carga de compressão (toneladas) | Rampa de aquecimento (°C/min) | Temperatura de sinterização (°C) | Densidade final (g/cm <sup>3</sup> ) |
| 1           | 1,5                             | 1                             | 1000                             | 3,9478                               |
| 2           | 1,5                             | 1                             | 1100                             | 4,3221                               |
| 3           | 1,5                             | 5                             | 1000                             | 3,9958                               |
| 4           | 1,5                             | 5                             | 1100                             | 3,9350                               |
| 5           | 1,5                             | 10                            | 1000                             | 4,0941                               |
| 6           | 1,5                             | 10                            | 1100                             | 3,9415                               |
| 7           | 2                               | 1                             | 1000                             | 3,9799                               |
| 8           | 2                               | 1                             | 1100                             | 4,3163                               |
| 9           | 2                               | 5                             | 1000                             | 4,0221                               |
| 10          | 2                               | 5                             | 1100                             | 3,9250                               |
| 11          | 2                               | 10                            | 1000                             | 4,0389                               |
| 12          | 2                               | 10                            | 1100                             | 3,9998                               |
| 13          | 3                               | 1                             | 1000                             | 4,0245                               |
| 14          | 3                               | 1                             | 1100                             | 4,4998                               |
| 15          | 3                               | 5                             | 1000                             | 4,0951                               |
| 16          | 3                               | 5                             | 1100                             | 3,9838                               |
| 17          | 3                               | 10                            | 1000                             | 4,0000                               |
| 18          | 3                               | 10                            | 1100                             | 4,0885                               |

Fonte: Próprio autor.

Com os resultados obtidos foi realizada a análise para identificação da influência das variáveis de entrada (carga de compressão, rampa de aquecimento, temperatura de sinterização e suas interações) sobre a densidade final das amostras sinterizadas. Para tanto, através do *software Minitab® 18* foi realizada a análise de variância (ANOVA), cujos resultados são apresentados na Tabela 4.2.



Tabela 4.2: Resultado da análise de variância.

| <b>Fator</b>                                     | <b>GL</b> | <b>SQ (Aj.)</b> | <b>QM (Aj.)</b> | <b>Valor-F</b> | <b>Valor-P</b> |
|--|-----------|-----------------|-----------------|----------------|----------------|
| Carga de compressão                              | 2         | 0,020963        | 0,010481        | 3,48           | <b>0,133</b>   |
| Rampa de aquecimento                             | 2         | 0,121551        | 0,060776        | 20,20          | <b>0,008</b>   |
| Temperatura de sinterização                      | 1         | 0,036775        | 0,036775        | 12,22          | <b>0,025</b>   |
| Carga de compressão*Rampa de aquecimento         | 4         | 0,006087        | 0,001522        | 0,51           | <b>0,737</b>   |
| Carga de compressão*Temperatura de sinterização  | 2         | 0,008346        | 0,004173        | 1,39           | <b>0,349</b>   |
| Rampa de aquecimento*Temperatura de sinterização | 2         | 0,211511        | 0,105756        | 35,15          | <b>0,003</b>   |
| <b>R<sup>2</sup> = 41,59 %</b>                   |           |                 |                 |                |                |

Fonte: Próprio autor.

Com base nos dados da análise de variância apresentados, nota-se que as variáveis de entrada rampa de aquecimento e temperatura de sinterização, bem como a interação entre eles, são estatisticamente significativas, uma vez que apresentam valor de  $P$  ( $p$  value) menor do que o nível de significância adotado de 5 % (0,05), considerando um intervalo de confiança de 95 %. Já a variável carga de compressão e as suas interações com os outros fatores apresentaram um valor de  $P$  ( $p$  value) maior que 0,05, não sendo, portanto, estatisticamente significativos.

O coeficiente de determinação ajustado  $R^2(\text{adj.})$  possui valor de 41,59 % indicando que o modelo não apresenta bom ajuste, o ideal seria um valor acima de 70%. Sendo assim, realizou-se uma segunda análise, eliminando a carga de compressão e suas interações, uma vez que essas não foram significativas.

O resultado da ANOVA da segunda análise está apresentado na Tabela 4.3 onde se observa que o coeficiente de determinação ajustado  $R^2(\text{adj.})$  aumentou após a remoção dos termos não significativos, ou seja, a decisão de remover do estudo a variável carga de compressão e suas interações foi adequada. O novo valor do coeficiente de determinação ajustado  $R^2(\text{adj.})$  foi de 74,42 %, superior a 70 %, o que indica um bom ajuste do modelo.

Tabela 4.3: Resultado da análise de variância da segunda análise.

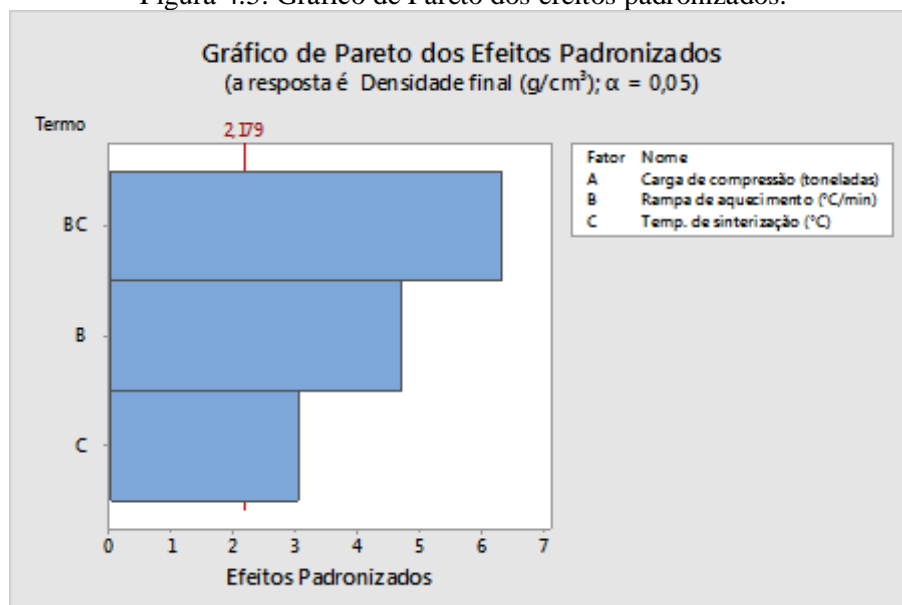
| Fator  | GL | SQ (Aj.) | QM (Aj.) | Valor-F | Valor-P      |
|--|----|----------|----------|---------|--------------|
| Rampa de aquecimento                             | 2  | 0,12155  | 0,060776 | 15,38   | <b>0,000</b> |
| Temperatura de sinterização                      | 1  | 0,03677  | 0,036775 | 9,30    | <b>0,010</b> |
| Rampa de aquecimento*Temperatura de sinterização | 2  | 0,21151  | 0,105756 | 26,76   | <b>0,000</b> |

**R<sup>2</sup> = 74,42 %**

Fonte: Próprio autor.

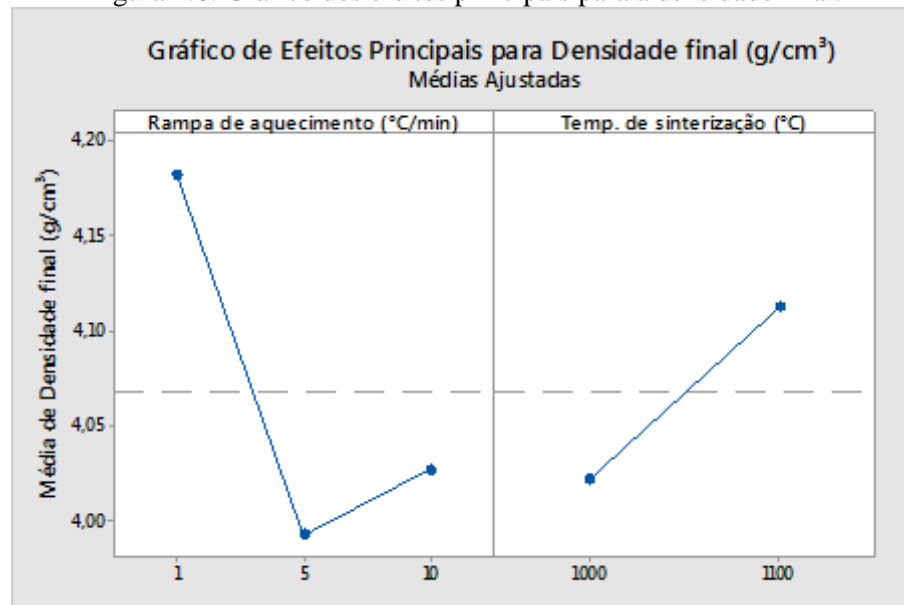
O gráfico de Pareto, para os efeitos das variáveis, está apresentado na Figura 4.5. A linha de corte (denominada linha de *Lenth*) revela os efeitos significativos. Assim como visto análise de variância (ANOVA), aqui também a interação das variáveis rampa de aquecimento e temperatura de sinterização é o fator de maior influência na densidade final das amostras sinterizadas, seguido pela rampa de aquecimento e temperatura de sinterização. Este fato reforça a significância estatística desses fatores.

Figura 4.5: Gráfico de Pareto dos efeitos padronizados.



A Figura 4.6 apresenta a análise dos efeitos principais para a densidade final. Nota-se que o aumento de temperatura na sinterização, de 1000 °C para 1100 °C, aumenta a eficiência do processo e proporciona maior densidade ao material. E um aumento na rampa de aquecimento provoca uma queda na densidade do material.

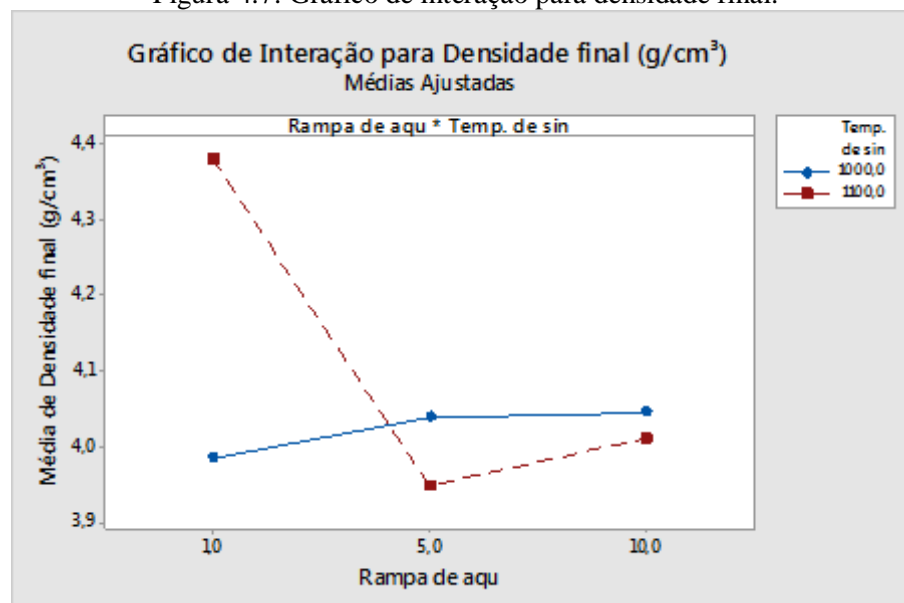
Figura 4.6: Gráfico dos efeitos principais para a densidade final.



Fonte: Próprio autor.

Na Figura 4.7 a interação das variáveis pode ser analisada. Observa-se que há interseção entre as linhas, indicando que o efeito da interação é significativo sobre a resposta como já foi discutido anteriormente.

Figura 4.7: Gráfico de interação para densidade final.



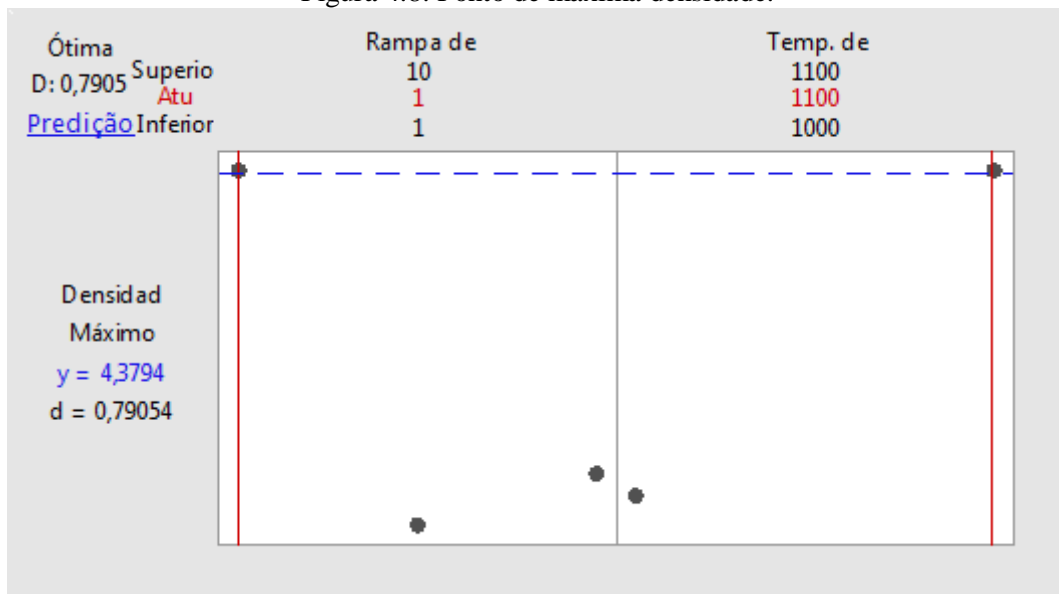
Fonte: Próprio autor.

A solução otimizada para maximizar a densidade das amostras sinterizadas foi obtida utilizando a função para otimização de resposta do *software Minitab® 18* e o resultado obtido está apresentado na Figura 4.8 e na Tabela 4.4. Observa-se que a *desirability* prevista foi de

0,79054 (onde o valor de 1 representa um perfeito ponto de ótimo) e os níveis ótimos das variáveis de entrada que promoveram a maior densidade final são: rampa de aquecimento na sinterização de 1 °C/min e temperatura de sinterização de 1100 °C. Com esses parâmetros o programa estima a obtenção de uma densidade final de 4,38 g/cm<sup>3</sup>.

Maiores temperaturas de sinterização favorecem a difusão e consequentemente favorecem a densificação.

Figura 4.8: Ponto de máxima densidade.



Fonte: Próprio autor.

Tabela 4.4: Predição para rampa de aquecimento na sinterização de 1 °C/min e temperatura de sinterização de 1100 °C.

| Ajuste | EP do Ajustado | IC de 95 % | IP de 95 %        |
|--------|----------------|------------|-------------------|
| 4,4    | 0,0362982      | (4,3; 4,5) | <b>(4,2; 4,5)</b> |

Fonte: Próprio autor.

Definida a condição ótima para a sinterização que promovesse a maior densidade final das amostras, foram realizados ensaios de validação para avaliar a confiança nos resultados matemáticos, repetindo-se a condição ótima 3 vezes, conforme Tabela 4.5. Nota-se que os valores para densidade final obtidos na validação se encontram muito próximos ao valor mínimo do intervalo IP de 95 % apresentado na Tabela 4.4, o que valida o modelo encontrado para este experimento.

Tabela 4.5: Resultado dos ensaios de validação.

| <b>Carga de compressão (toneladas)</b> | <b>Rampa de aquecimento (°C/min)</b> | <b>Temperatura de sinterização (°C)</b> | <b>Densidade Arquimedes (g/cm<sup>3</sup>)</b> |
|--|--------------------------------------|---|--|
| 3                                      | 1                                    | 1100                                    | 4,1  |
| 3                                      | 1                                    | 1100                                    | 4,2  |
| 3                                      | 1                                    | 1100                                    | 4,2  |

Fonte: Próprio autor.

## 4.4 Caracterização das amostras sinterizadas

As amostras utilizadas para caracterização mecânica microestrutural foram produzidas com os parâmetros otimizados das etapas anteriores. Estes parâmetros estão apresentados na Tabela 4.6.

Tabela 4.6: Parâmetros otimizados para os processos de moagem, compactação e sinterização.

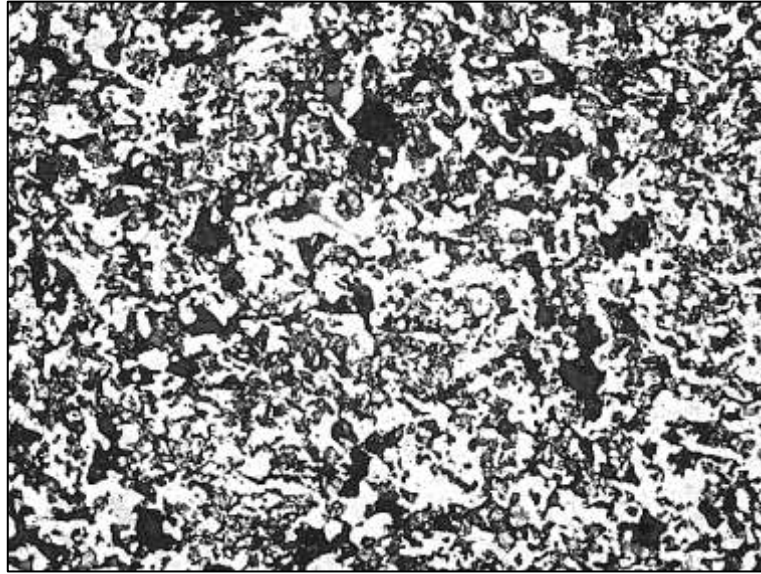
| <b>Processo</b>     | <b>Parâmetros</b>           | <b>Valores</b> |
|---------------------|-----------------------------|----------------|
| <b>Moagem</b>       | Velocidade de rotação       | 350 rpm        |
|                     | Tempo de moagem             | 10 horas       |
|                     | Relação massa/esfera        | 1:10           |
| <b>Compactação</b>  | Carga de Compactação        | 3 toneladas    |
| <b>Sinterização</b> | Rampa de aquecimento        | 1°C por minuto |
|                     | Temperatura de sinterização | 1100°C         |

Fonte: Próprio autor.

### 4.4.1 Porosidade

A Figura 4.9 apresenta a microestrutura da amostra sinterizada (sem ataque). Nota-se um grande número de poros, heterogeneamente espalhados pela amostra. Os poros apresentam formas e tamanhos distintos.

Figura 4.9: Micrografia da amostra sinterizada evidenciando a distribuição dos poros.



Fonte: Próprio autor.

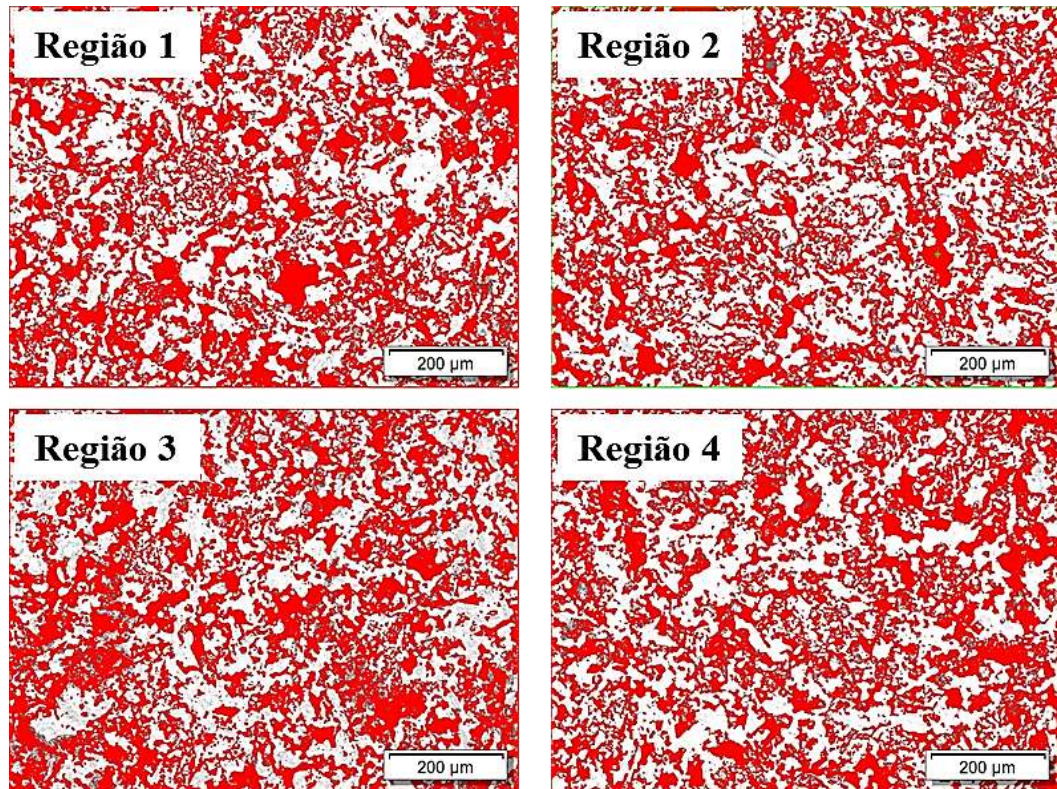
A Tabela 4.7 e a Figura 4.10 apresentam o resultado da análise da porosidade superficial da amostra após a sinterização. As regiões vermelhas apresentadas na Figura 4.10 representam a porosidade que o material possui em sua superfície e, as regiões claras, representam sua matriz. A elevada porosidade apresentada pelo material pode ser ocasionada pela interferência do material cerâmico do rebolo, pois este impede a difusão atômica entre o metal.

Tabela 4.7: Resultados da percentagem de poros superficiais da amostra sinterizada.

| <b>Região</b> | <b>% porosidade</b> |
|---------------|---------------------|
| 1             | 43,30               |
| 2             | 41,34               |
| 3             | 43,11               |
| 4             | 43,53               |
| <b>Média</b>  | <b>42,82 ± 1,00</b> |

Fonte: Próprio autor.

Figura 4.10: Quantidade de porosidade superficial encontrada na amostra.

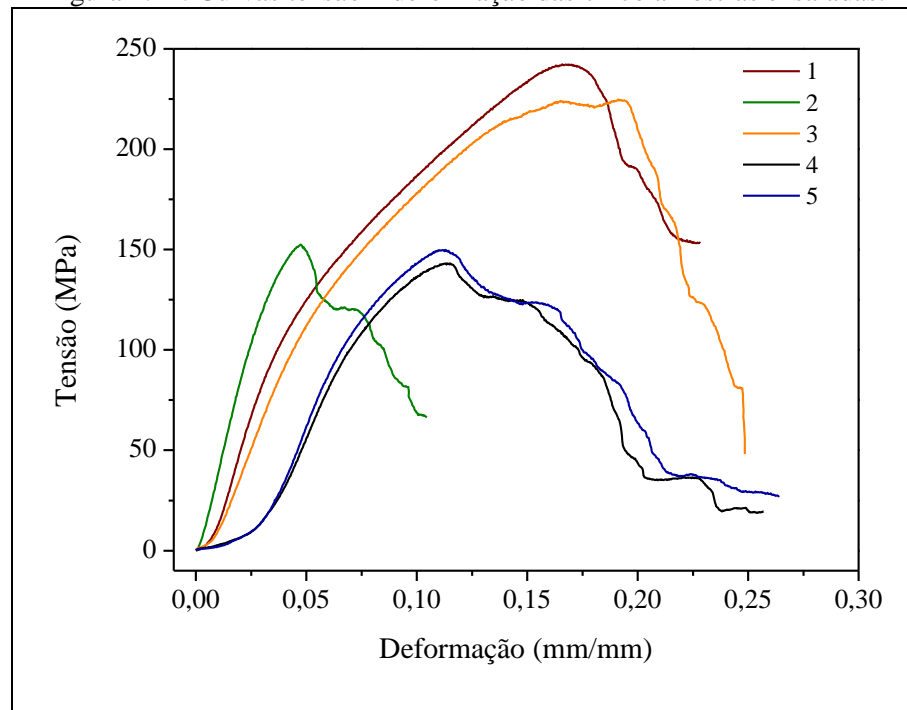


Fonte: Próprio autor.

#### 4.4.2 Caracterização Mecânica

A Figura 4.11 apresenta a curva tensão x deformação das amostras sinterizadas. Observa-se que as amostras apresentam curvas de tensão x deformação muito distintas, apesar de terem sido produzidas da mesma maneira. Esse comportamento heterogêneo das amostras provavelmente ocorre devido à presença de diferentes materiais na composição das amostras.

Figura 4.11: Curvas tensão x deformação das cinco amostras ensaiadas.



Fonte: Próprio autor.

A Tabela 4.8 apresenta os valores da dureza Brinell e da resistência à compressão dos ferros fundidos cinzento e nodular encontrados na literatura. Também estão apresentados na Tabela 4.4 os valores da dureza Brinell e da resistência à compressão encontrados para as amostras sinterizadas. A dureza Brinell apresentada na Tabela 4.8 para a amostra sinterizada foi encontrada a partir da conversão da microdureza Vickers medida como descrito no item 3.2.4.2. Observa-se que os valores das propriedades mecânicas do material sinterizado são inferiores aos valores encontrados na literatura, possivelmente devido à grande quantidade de poros presentes na amostra.

Tabela 4.8: Dureza Brinell e resistência à compressão dos ferros fundidos cinzento e nodular.

| <b>Material</b>        | <b>Dureza Brinell (HB)</b> | <b>Resistência à compressão (MPa)</b> | <b>Referências</b>  |
|------------------------|----------------------------|---------------------------------------|---------------------|
| Ferro fundido cinzento | 130 - 290                  | 490 - 1380                            | ASM Handbook, 1997. |
| Ferro fundido nodular  | 143 - 302                  | 800 - 1100                            | ASM Handbook, 1997. |
| Amostra sinterizada    | $75 \pm 9$                 | $182,5 \pm 47,2$                      | Dados do autor      |

Fonte: Próprio autor.



### 4.4.3 Densidade

A densidade média do material após a sinterização foi de  $4,3 \pm 0,15$  g/cm<sup>3</sup>. Este valor é inferior aos valores de densidade do ferro fundido cinzento e nodular, encontrados na literatura, que variam entre 6,8 e 7,4 g/cm<sup>3</sup> (ASM Handbook, 1997). A baixa densidade do material sinterizado pode ser atribuída à grande presença de poros na amostra ( $42,82 \pm 1,00$ ), como mostrado na Tabela 4.7.

## 5 CONCLUSÃO

Para as condições estudadas neste trabalho podem ser extraídas as seguintes conclusões:

- Dos tempos empregados para a moagem de 4, 10, 20, 30 e 40 horas, o tempo de 10 horas obteve o melhor resultado na redução do tamanho de partículas, pois apresentou o maior volume de partículas com a menor granulometria.
- A otimização dos processos de compactação e sinterização através da técnica de planejamento de experimentos (DOE) resultou nos seguintes parâmetros: Carga de compressão de 3 toneladas, rampa de aquecimento na sinterização de 1°C/min e temperatura de sinterização 1100°C.
- Foi possível a produção de um corpo sólido a partir do resíduo sólido oriundo da retífica de anéis de pistão, no entanto, este material apresentou alta porosidade, baixa densidade, baixa dureza e baixa resistência à compressão, além da heterogeneidade no comportamento mecânico, possivelmente devido à presença de diferentes materiais na composição das amostras.

## 6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABNT, NBR. 10004: 2004. **Resíduos sólidos: Classificação. Associação Brasileira de Normas**, 2004.

AGRAWAL, G.; KHARE, M. K. Material and Energy Wastes Minimization in a Machining System: A Review. **J. Mater. Environ. Sci**, v. 4, n. 2, p. 251-256, 2013.

ALVES, S. M.; OLIVEIRA, J. F. G. Adequação ambiental dos processos usinagem utilizando Produção mais Limpa como estratégia de gestão ambiental. **Produção (São Paulo. Impresso)**, v. 17, n. 1, p. 129-138, 2007.

ANDERSSON, P.; TAMMINEN, J.; SANDSTRÖM, C. E. Piston ring tribology. **A literature survey. VTT Tiedotteita-Research Notes**, v. 2178, n. 1, 2002.

ASLAN, A. et al. A New Method for Recycling of Metal Chips. **Journal of Selçuk University Natural and Applied Science**, v. 4, n. 1, p. 1-12, 2015.

ASM. **ASM Handbook: Casting**. ASM International, vol. 15, 1992.

ASM. **ASM handbook: Properties and Selection Iron**. ASM International, vol. 1, 1997.

ASM. **ASM Handbook: Powder Metal Technologies and Applications**. ASM International, vol. 7, 1998.

AURORA, S. **Piston ring**. Mechanical Division, p. 188-194, 2014. Disponível em: <[http://msmedinewdelhi.gov.in/PDF2014-15/Project%20Profile%202014-15/Updated\\_PP/Mech\\_Piston%20Ring\\_Sunil.pdf](http://msmedinewdelhi.gov.in/PDF2014-15/Project%20Profile%202014-15/Updated_PP/Mech_Piston%20Ring_Sunil.pdf)>. Acesso em: 18 nov. 2017.

BARROS, A. J. et al. Gestão de tratamentos resíduos de usinagem: proposta viável para mitigações ambientais. **Integrada – Revista Científica FACOL/ISEOL**, v.4, n.1, p.130-167, 2017.

BRITO, F. I. G.; MEDEIROS, K. F.; LOURENÇO, J. M. Um estudo teórico sobre a sinterização na metalurgia do pó. **Holos**, v. 3, p. 204-211, 2007.

CAO, W. Synthesis of Nanomaterials by High Energy Ball Milling. **Skyspring Nanomaterials Inc**. Disponível em: <<http://www.understandingnano.com/nanomaterial-synthesis-ball-milling.html>>. Acesso em: 11 out. 2017.

COMPANHIA SIDERURGICA NACIONAL. **Relatório anual 2015**. Disponível em: <[www.mzweb.com.br/csn2016inst/web/download\\_arquivos.asp?id\\_arquivo.pdf](http://www.mzweb.com.br/csn2016inst/web/download_arquivos.asp?id_arquivo.pdf)>. Acesso em: 03 jun. 2017.

COSTA, C. E.; ZAPATA, W. C.; PARUCKER, M. L. Characterization of casting iron powder from recycled swarf. **Journal of Materials Processing Tech**. n. 143-144, p. 138-143, 2003.

CRUZ-SPINDLER, S.; HUPFFER, H. M.; JAHNO, V. D. Destinação final de resíduos sólidos industriais: panorama do coprocessamento no Brasil. In: **Fórum Internacional de Resíduos Sólidos-Anais**. 2016.

DEGARMO, E. P.; BLACK, J. T.; KOHSER, R. A. **Materials and Processes in Manufacturing**. John Wiley, 9ª edição, 2003, 1154 p.

DELFORGE, D. Y. M. et al. Sinterização de uma mistura de cavaco de aço inoxidável com pó do mesmo material: uma nova tecnologia para a reciclagem de metais? **Rem: Revista Escola de Minas**, v. 60, n. 1, p. 95-100, 2007.

DIAS, E. K.; SOARES, S. R. S. Efeito da Alta Pressão na Sinterização de Metais Ferrosos Reciclados. In: **XVIII CREEM - congresso nacional de estudantes de engenharia mecânica e v semana acadêmica do curso de engenharia mecânica**, 2011, Erechim – Rio Grande do Sul.

DINIZ, A. E.; MARCONDES, F. C.; COPPINI, N. L. **Tecnologia da usinagem dos materiais**. Artliber Editora, 1ª edição, 1999, 242p.

FAGUNDES JUNIOR, J. G.; VENTRELLA, V. A.; GALLEGO, J. Reciclagem de cavacos de titânio para a deposição de revestimentos duros por soldagem. **Soldagem & Inspeção**, v. 20, n. 1, p. 117-127, 2015.

FURUKAVA, M. et al. Estudo da influência da vibração na metalurgia do pó para a obtenção de aços sinterizados com distribuição homogênea de densidade. In: **VI Congresso Nacional de Engenharia Mecânica**, 2010, Campina Grande – Paraíba.

GOMES, G. M. L.; FERREIRA, P. S. Modelos de negócios e sustentabilidade ambiental – A ecologia industrial na siderurgia no Brasil. In: XII CNEG – Congresso Nacional de Excelência em Gestão & III Inovarse, 2016, Rio de Janeiro. XII CNEG & III INOVARSE, 2016. V. 001.

GOMES, L. D.; LIMA, L. B.; FRANCO, E. A. P. Gestão ambiental corporativa: análise da aplicação da metodologia de produção mais limpa (P + L). **e-Xacta**, v. 9, n. 2, p. 83-100, 2016.

GRUPO SETORIAL DE METALURGIA DO PÓ. **A Metalurgia do Pó: alternativa econômica com menor impacto ambiental**. São Paulo: Metallum Eventos Técnicos e Científicos, 2009.

HAIDER, J.; HASHMI, M. S. J. **Health and Environmental Impacts in Metal Machining Processes**. In: Comprehensive Materials Processing, 2014.

HASTINGS MANUFACTURING COMPANY. **Piston Rings**. Disponível em: <https://www.hastingspistonrings.com/piston-rings>. Acesso em: 21 nov. 2017.

HÖGANÄS. Production of Sintered Components. **Höganäs Handbook for Sintered Components**, 2013.

JASSIM, A. K. Using Sustainable Manufacturing Process to Produce Solid Shaft from Al-Zn Alloys Chips and Copper Chips without Melting. **Procedia CIRP**, v. 40, p. 13-17, 2016.

KALPAKJIAN, S.; SCHMID, S. R. **Manufacturing Processes for Engineering Materials**. Pearson Education, 5ª edição, 2008, 1018p.

KANG, S. L. **Sintering: densification, grain growth and microstructure**. Oxford: Elsevier Butterworth-Heinemann, 2005.

KOCH, C. C.; WHITTENBERGER, J. D. Mechanical milling/alloying of intermetallics. **Intermetallics**, v. 4, n. 5, p. 339-355, 1996.

LAILA, A.; NANKO, M.; TAKEDA, M. Upgrade Recycling of Cast Iron Scrap Chips towards  $\beta$ -FeSi<sub>2</sub> Thermoelectric Materials. **Materials**, v. 7, n. 9, p. 6304-6316, 2014.

LAMOGLIA, Marcela Silva. Desenvolvimento dos parâmetros do processo de “Recozimento para alívio de tensões” e de “Nitretação Gasosa” na produção de anéis de pistão em Aço AISI 420. 2017.

LUCAS, D.; BENATTI, C. T. Utilização de resíduos industriais para a produção de artefatos cimentícios e argilosos empregados na construção civil. **Revista em Agronegócio e Meio Ambiente**, v. 1, n. 3, p. 405-418, 2008.

MACHADO, A. R., et al. **Teoria da usinagem dos metais**. Editora Edgard Blucher, 1ª edição, 2009, 384p.

MAHLE Aftermarket. **Original Performance Piston Ring Catalog - No. PR-40-14**, 2014.

MAHLE Aftermarket. **Manual Técnico – Curso Mahle Metal Leve Motores de Combustão Interna**, 2016.

MASON, R. L.; GUNST, R. F.; HESS, J. L. **Statistical design and analysis of experiments: with applications to engineering and science**. John Wiley & Sons, 2003.

MAURICE, D. R.; COURTNEY, T. H. The physics of mechanical alloying: a first report. **Metallurgical Transactions A**, v. 21, n. 1, p. 289-303, 1990.

MONTGOMERY, Douglas C. **Design and analysis of experiments**. John Wiley & Sons, 2001.

MORAES, C. A. M.; SIMON, L.; VARGAS, M. Análise de Métodos de Reaproveitamento de Cavaco Metálico Contaminado Considerando Abordagens de Ecoeficiência e Ecoefetividade. **Integrating cleaner production into sustainability strategies**, v. 5, p. 1-8, 2015.

NILO JÚNIOR, L. P. **Otimização de um processo de solda MIG/MAG para aplicação na indústria automobilística através da utilização da técnica do projeto e análise de experimentos**. Dissertação (Mestrado) – Universidade federal de Itajubá, Itajubá, 2003.

PARUCKER, M. L.; COSTA, C. E. **Estudo preliminar da utilização de pós de cavacos de ferro fundido na fabricação de mancais**. Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 14. 2000, São Pedro – SP

PEIXOTO, I. N. **Otimização experimental e estudos da distorção não-planar de N-piridilporfirinas precursoras de moduladores redox de estresse oxidativo**. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2012.

PEREIRA, A. J. et al. Justiça ambiental e o problema dos resíduos industriais. **Semioses**, v. 9, n. 1, p. 67-76, 2016.

SANTOS, A. B. S.; BRANCO, C. H. C. **Metalurgia dos ferros fundidos cinzentos e nodulares**. São Paulo: IPT, 1989.

SHAIBANI, M. E.; GHAMBARI, M. Characterization and comparison of gray cast iron powder produced by target jet milling and high energy ball milling of machining scraps. **Powder technology**, v. 212, n. 1, p. 278-283, 2011.

SHAIBANI, M. E.; ESHRAGHI, N.; GHAMBARI, M. Sintering of grey cast iron powder recycled via jet milling. **Materials & Design**, v. 47, p. 174-178, 2013.

SILVA, A. G. P.; ALVES JÚNIOR, C. Rapid sintering its application, analysis and relation with the innovative sintering techniques. **Cerâmica**, v. 44, n. 290, p. 225-232, 1998.

SURYANARAYANA, C. Mechanical alloying and milling. **Progress in materials science**, v. 46, n. 1, p. 1-184, 2001.

TEIXEIRA, AMAURI. **Caracterização e aproveitamento de cavacos dos processos de retificação de anéis de pistão**. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Itajubá, 2007.

TORKAR, M.; LAMUT, M.; MILLAKU, A. Recycling of steel chips. **Materials and technology**, v. 44, n. 5, p. 289-292, 2010.

UPADHYAYA, G. S. **Powder metallurgy technology**. Cambridge Int Science Publishing, 2002, 170p.

VIEIRA, P. L.; BELTRAME, L. T. C. Educação ambiental: a resposta para o problema de resíduos sólidos urbanos. In: **Fórum Internacional de Resíduos Sólidos - FIRS**, 2017, Curitiba. 8º Fórum Internacional de Resíduos Sólidos - FIRS, 2017.

VOLCI, G. A. **Comportamento tribológico do anel de primeiro canaleta em motores operando em sistemas flex fuel**. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2007.

ZHAI, Q.; YUAN, C. Separating Manufacturing Metal Chips for Recycling through a Combined Hydrodynamic and Electromagnetic Approach. **Leveraging Technology for a Sustainable World**, p. 167-172, 2012.

ZHAOA, F.; SHARMAB, A. **Environmentally Friendly Machining**. Handbook of Manufacturing Engineering and Technology, p. 1-25, 2014.