

DISSERTAÇÃO

PAULO HENRIQUE GUIMARÃES DE SOUZA

INFLUÊNCIA DE ARRANJO ESPACIAL DE LUBRIFICANTE SÓLIDO
NA CAPACIDADE DE AMORTECIMENTO MECÂNICO E
RESISTÊNCIA MECÂNICA DE COMPÓSITOS FE/HBN
SINTERIZADOS

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, como requisito parcial para a obtenção do grau de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Cristiano Binder
Coorientador: Prof. Dr. Aloisio Nelmo Klein

FLORIANÓPOLIS
2018

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor,
através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC.

de Souza, Paulo Henrique Guimarães
INFLUÊNCIA DE ARRANJO ESPACIAL DE LUBRIFICANTE
SÓLIDO NA CAPACIDADE DE AMORTECIMENTO MECÂNICO E
RESISTÊNCIA MECÂNICA DE COMPÓSITOS FE/HBN
SINTERIZADOS / Paulo Henrique Guimarães de Souza ;
orientador, Cristiano Binder, coorientador,
Aloisio Nelmo Klein, 2018.
75 p.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de
Santa Catarina, Centro Tecnológico, Programa de Pós
Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais,
Florianópolis, 2018.

Inclui referências.

1. Ciência e Engenharia de Materiais. 2.
metalurgia do pó. 3. hidamets. 4. amortecimento de
vibrações. 5. materiais funcionais. I. Binder,
Cristiano . II. Klein, Aloisio Nelmo. III.
Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de
Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais.
IV. Título.

INFLUÊNCIA DE ARRANJO ESPACIAL DE LUBRIFICANTE SÓLIDO NA CAPACIDADE DE AMORTECIMENTO MECÂNICO E RESISTÊNCIA MECÂNICA DE COMPÓSITOS FE/HBN SINTERIZADOS

Esta Dissertação foi julgada adequada para obtenção do Título de “Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais” e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais.

Florianópolis, 21 de Agosto de 2018.

Prof. Dr. Guilherme Mariz de Oliveira Barra
Coordenador do Curso

Prof. Dr. Eng. Cristiano Binder
Orientador

Prof. Dr. Ing. Aloisio Nelmo Klein
Coorientador

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Eng. Arcanjo Lenzi
Universidade Federal de Santa Catarina

Prof. Dr. Eng. Henrique Pavanati
Instituto Federal de Santa Catarina

À minha mãe, Maria Rita Guimarães Silva,
pelo exemplo diário de vida, e sobretudo, de
resiliência.

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais, que são as pessoas que me possibilitaram e incentivaram a estudar e ser capaz de desenvolver este trabalho.

Ao Prof. Dr. Eng. Cristiano Binder, por toda orientação e ensinamentos divididos ao longo deste trabalho, pelas oportunidades proporcionadas, e pelo zelo e dedicação em liderar o laboratório.

Ao Prof. Dr. Ing. Aloisio Nelmo Klein, por me abrir as portas para trabalhar no LabMat, por me influenciar a trabalhar com metalurgia do pó e pelo exemplo de profissional e pessoa que é.

Ao Doutorando Gustavo Paz, pela dedicação constante no desenvolvimento do projeto, por diversos ensinamentos e por me tornar um melhor profissional.

Aos companheiros de LabMat, Maurício Baesso, Lau, Thiago Santos, Letícia Anselmo, Daiany, Tobias, Bernardo, Letícia Machado, Sewin, Marcelo, Marcel, João, Daniel, Danieli, Ricardo, Priscila, Tercius, Francisco, Thiago Lamin, Paulo, Anderson, Tatiane, Giselle, Nicolas, Isadora, Keli, Nilda, Maisa, Alessandra, Alline, Cleber, Guilherme, Pedro, André, pelo convívio, pelas idéias divididas e auxílio neste trabalho.

À graduanda Amábile Rodrigues, pelo esforço e dedicação nas atividades propostas e necessárias para que este estudo fosse possível.

Aos amigos que fiz no LabMat, Ita, Leandro, Letícia Machado, Gustavo, Diego, Gabriel Borges, Gabriel Beltrame, Guilherme Mônico, João Dudy, Pedro Shioga, Fred, Diego, Renan e Guilherme Neves, meu obrigado pelo apoio diário, ensinamentos e pelos momentos de descontração, união e confraternização.

Aos amigos de Florianópolis, Ricardo, Gustavo, Ana, Emily, Carol, Fred, Tânia, Carlos, Luiza, Juliana, Vanessa e também aos confrades futebolistas do QDP e do Anabá, agradeço pelos momentos memoráveis, por contribuírem com minha evolução pessoal e por fazerem parte da minha vida ao longo de minha estadia na ilha da magia.

Ao PGMAT/UFSC, em especial aos professores pelas disciplinas ministradas e ao Rogério Antônio Campos, por todo o auxílio no decorrer de minha vida acadêmica na UFSC.

À empresa Whirlpool-Embraco, BNDES e Capes pelo financiamento desta pesquisa.

À todos aqueles que contribuíram direta ou indiretamente para o desenvolvimento deste trabalho, e que por um lapso de memória, tenha esquecido de citar.

“A maior recompensa para o trabalho do homem não é o que ele ganha com isso, mas o que ele se torna com isso.”
(John Ruskin)

“Mantenha-se afastado das pessoas que tentam depreciar sua ambição. Pessoas pequenas sempre fazem isso, mas as realmente grandes fazem você sentir que você, também, pode se tornar grande.”
(Mark Twain)

RESUMO

A utilização de materiais metálicos com elevada capacidade de amortecimento mecânico pode ser a única alternativa para redução de vibrações em determinados sistemas mecânicos. Os mecanismos microestruturais de dissipação de energia desta classe de materiais frequentemente estão atrelados com defeitos internos do material. Desta forma, maximizar o amortecimento mecânico invariavelmente resulta em redução de resistência mecânica. Este explora a metalurgia do pó, técnica de manufatura determinante para maximizar tais mecanismos microestruturais de forma racional, a fim de reduzir os impactos negativos na resistência mecânica e obter materiais funcionais com perspectiva para aplicação em sistemas reais de engenharia. Para tanto, diferentes compósitos sinterizados de matriz ferrosa, contendo partículas de nitreto hexagonal de boro (hBN) como segunda fase, foram manufaturados. A concentração volumétrica de hBN e o modo de organização de tal lubrificante sólido na matriz foram as principais variáveis exploradas. O desempenho do material foi avaliado por meio de diferentes critérios de resistência mecânica e capacidade de amortecimento mecânico, relacionados à microestrutura do material, devidamente caracterizada. Importantes lições foram retiradas e servirão para o aprimoramento destes materiais, de outras classes de materiais funcionais e ampliarão o parco conhecimento existente sobre compósitos Fe-hBN. Alguns dos materiais desenvolvidos apresentam propriedades próximas dos materiais de engenharia atualmente utilizados, com possibilidade de melhoria de desempenho e redução de custos, se novas iterações de estudo e desenvolvimento forem realizadas.

Palavras-chave: Amortecimento de vibrações. Atrito interno dependente da amplitude. Granulação. Metalurgia do pó. Ferro sinterizados. Nitreto de boro hexagonal.

ABSTRACT

The use of metallic materials with high damping capacity can be the only alternative for reducing vibrations on specific mechanical systems. The microstructural mechanisms that provide energy dissipation in metals are related to internal material defects. Therefore, improving the damping capacity of this class of materials usually leads to a reduction of its mechanical properties. This study explores powder metallurgy, as a manufacture technic, to enhance the microstructural mechanisms in a rational way, in order to minimize the negative effects on the mechanical strength and obtain functional materials with perspective to be applied on real engineering systems. Thereby, varieties of sintered iron-based composites containing hexagonal boron nitride (hBN) particles as a second phase were manufactured. The final concentration of hBN and the spatial organization of this solid lubricant in the matrix were the principal variables analyzed. The materials performance was evaluated through different criterions of mechanical strength and damping capacity, further correlated with the material microstructure, which was properly characterized. The important knowledge obtained will be useful for upgrading this class of materials, other types of functional materials and will increase the sparse existing knowledge about Fe – hBN composites. Some of the manufactured materials presents properties equivalentents to the engineering materials used nowadays, but with the possibility of increased performance and cost reduction if new iterations of research and development were carried out.

Key-words: Damping capacity. Amplitude-dependent internal friction. Powder metallurgy. Sintered iron. Hexagonal boron nitride.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 : Comportamento de tensão e deformação de um material não perfeitamente elástico quando solicitado ciclicamente.....	20
Figura 2 : Gráfico representativo de sistema com vibração livre amortecida.....	21
Figura 3 : Gráfico representativo do pico de ressonância e frequências utilizadas para determinar fator de qualidade.....	21
Figura 4 : Representação da estrutura cristalina do nitreto hexagonal de boro.	26
Figura 5 : Esquema representativo de manufatura por metalurgia do pó.	27
Figura 6 : Imagem de microscopia identificando porosidade residual e <i>necks</i> formados durante sinterização.	28
Figura 7 : Amortecimento mecânico em função de amplitude de deformação para aço multicamada com 4% em massa de hBN e materiais de comparação.....	29
Figura 8 : Gráfico contendo dados que explicam influência do aumento do teor de hBN em características microestruturais.....	29
Figura 9 : Micrografia de compósito Fe - 7,5% vol. hBN.....	30
Figura 10 : Gráfico de propriedades mecânicas para materiais com diferentes percentuais de porosidade e lubrificante sólido.	30
Figura 11 : Esquema de microestrutura projetada para organização de segunda fase em compósitos Fe/hBN.	31
Figura 12 : Micrografia em MEV de pós de hBN 6028 (à esquerda) e 6004 (à direita).	33
Figura 13 : Micrografia do pó AHC 100.29.	33
Figura 14 : Micrografia pó de ferro carbonila BM.....	34
Figura 15 : Esquema da geometria do corpo de prova utilizado em ensaios de tração.	38
Figura 16 : Imagens em MEV dos grânulos do lote A, antes e após mistura. a) Morfologia dos grânulos pré mistura. b) Organização das diferentes partículas que compõem o grânulo. c) Morfologia dos grânulos e pó de ferro AHC 100.29 após mistura. d) Organização das diferentes partículas constituintes do material.	40
Figura 17 : Imagens em MEV dos grânulos do lote B, antes e após mistura. a) Morfologia dos grânulos pré mistura. b) Organização das diferentes partículas que compõem o grânulo. c) Morfologia dos grânulos e pó de ferro AHC 100.29 após mistura. d) Organização das diferentes partículas após a mistura.....	41
Figura 18 : Imagens em MEV dos grânulos do lote C, antes e após mistura. a) Morfologia dos grânulos pré mistura. b) Organização das diferentes partículas que compõem o grânulo. c) Morfologia dos grânulos e pó de ferro AHC 100.29 após mistura. d) Organização das diferentes partículas após a mistura.....	42
Figura 19 : Percentual de poros residuais de materiais de acordo com percentual volumétrico de hBN 6028 dispersos diretamente na matriz.....	44
Figura 20 : Porosidade percentual de compósitos Fe-hBN granulados, do lote A	45
Figura 21 : Porosidade percentual de compósitos Fe-hBN granulados, do lote B.	46
Figura 22 : Porosidade percentual de compósitos Fe-hBN granulados, do lote C.	47
Figura 23 : Porosidade percentual de materiais compostos por ferro sinterizado.	48
Figura 24 : Porosidade de materiais com diferentes percentuais de hBN, granulado e disperso diretamente.	49
Figura 25 : Em sentido horário, a)Ferro puro, b)A1, c)A2 e d)A3.	50
Figura 26 : Imagem dos estoques de hBN. 2,5% vol., granulado à esquerda e disperso diretamente à direita.	51
Figura 27 : Microestrutura de material contendo 2,5% de hBN disperso diretamente.....	51
Figura 28 : Em sentido horário, a)Ferro puro, b)B1, c)B2 e d)B3. Sem ataque.	52
Figura 29 : Imagem dos estoques de hBN. 7,5% vol., granulado à esquerda e disperso diretamente à direita. Sem ataque.	53
Figura 30 : Microestrutura de materiais contendo 7,5% de hBN, granulado à esquerda e disperso diretamente à direita. Sem ataque.....	54
Figura 31 : Em sentido horário, a)Ferro puro, b)C1, c)C2 e d)C3. Sem ataque.	55
Figura 32 : Imagem dos estoques de hBN. 15% vol., granulado à esquerda e disperso diretamente à direita. Sem ataque.....	56
Figura 33 : Microestrutura de materiais contendo 15% de hBN, granulado à esquerda e disperso diretamente à direita. Sem ataque.....	56
Figura 34 : Gráfico de propriedades mecânicas de materiais do lote A e comparativos.	57
Figura 35 : Gráfico de propriedades mecânicas de materiais do lote B e comparativos.	58

Figura 36 : Gráfico de propriedades mecânicas de materiais do lote C e comparativos.	58
Figura 37 : Gráfico de propriedades mecânicas de materiais contendo 10% em volume de grânulos contendo 5,15 e 30% em volume de hBN.	59
Figura 38 : Gráfico de propriedades mecânicas de materiais contendo 30% em volume de grânulos contendo 5,15 e 30% em volume de hBN.	60
Figura 39 : Gráfico de propriedades mecânicas de materiais contendo 50% em volume de grânulos contendo 5,15 e 30% em volume de hBN.	60
Figura 40 : Gráfico de propriedades mecânicas de acordo com percentual volumétrico de hBN no material.	61
Figura 41 : Micrografia obtida em MEV das superfícies de fratura dos materiais A1, à esquerda, e C3, à direita.	62
Figura 42 : Micrografia obtida em MEV das superfícies de fratura do material A1. Análise por SE à esquerda e BSE à direita.	63
Figura 43 : Micrografia obtida em MEV das superfícies de fratura do material C3. Análise por SE à esquerda e BSE à direita.	64
Figura 44 : Gráfico de capacidade de amortecimento em diferentes amplitudes de deformação, para os materiais testados, ordenados de acordo com % vol. total de hBN.	66

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 : Características dos pós utilizados.....	33
Tabela 2 : Composição dos grânulos.....	34
Tabela 3 : Composição dos materiais manufaturados de acordo com percentual de hBN no grânulo e percentual de grânulo no material.	34
Tabela 4 : Composição de materiais com hBN disperso diretamente.....	35
Tabela 5 : Composição detalhada dos materiais contendo grânulos do tipo A.....	49
Tabela 6: Composição detalhada dos materiais contendo grânulos do tipo B.....	52
Tabela 7 : Composição detalhada dos materiais contendo grânulos do tipo C.....	54
Tabela 8 : Composição e Propriedades Mecânicas dos Materiais A1 e C3.....	61
Tabela 9 : Módulo de rigidez e percentual de descontinuidades de cada material.	67

LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIACÕES

- Φ : Ângulo de defasagem entre tensão e deformação
- ε : Deformação
- η : Fator de perda
- Q^{-1} : Inverso do fator de qualidade
- W : Energia mecânica armazenada pelo material em um ciclo
- ΔW : Energia mecânica dissipada pelo material em um ciclo
- Ψ : Capacidade específica de amortecimento
- ε_a : Deformação anelástica
- ε_e : Deformação elástica
- E' : Módulo de armazenamento
- E'' : Módulo de perda
- δ : Decaimento logarítmico

SUMÁRIO

1. Introdução	17
2. Objetivos	18
2.2. Objetivos específicos.....	18
3. Revisão Bibliográfica	19
3.1. Vibrações Mecânicas.....	19
3.2. Amortecimento de Vibrações.....	19
3.3. Mecanismos de Amortecimento Interno	22
3.3.1. Relaxação por movimentação de defeitos microestruturais	22
3.3.2. Relaxação termoelástica.....	22
3.3.3. Amortecimento interno causado por transformação de fase	23
3.3.4. Amortecimento interno por movimentação de discordâncias de elevada mobilidade	23
3.3.5. Amortecimento por movimentação de domínios magnéticos	23
3.4. HIDAMETS	23
3.5. Amortecimento em compósitos de matriz metálica.....	24
3.6. Influência de porosidade no amortecimento interno.....	25
3.7. Caracterização do amortecimento interno por análise dinâmico mecânica.....	25
3.8. Nitreto Hexagonal de Boro	26
3.9. Metalurgia do Pó	26
3.9.1. Produção de Pós	27
3.9.2. Seleção e Mistura de Pós	27
3.9.3. Granulação via úmida	27
3.9.4. Compactação	27
3.9.5. Sinterização	28
3.10. Compósitos sinterizados à base de Fe-hBN.....	28
4. Procedimento Experimental	31
4.1. Matérias primas e composições	33
4.1.1. Preparação das misturas de pós.....	35
4.1.2. Granulação	35
4.1.3. Compactação das misturas	36
4.1.4. Sinterização	36
4.1.5. Usinagem.....	36
4.2. Processos de Caracterização	37
4.2.1. Determinação da Densidade.....	37
4.2.2. Microscopia Eletrônica de Varredura	37
4.2.3. Caracterização Microestrutural	37
4.2.4. Ensaios de tração.....	37
4.2.5. Caracterização do amortecimento.....	38
5. Resultados e Discussão	39
5.1. Caracterização de grânulos.....	39
5.2. Densidade Geométrica	44
5.3. Análise Metalográfica	49
5.4. Resistência mecânica.....	56
5.5. Fractografias	61
5.6. Amortecimento Mecânico	65
5.7. Síntese de resultados	68
6. Conclusões	70
7. Sugestões Para Trabalhos Futuros	71
Referências	73

1. INTRODUÇÃO

Vibrações em sistemas mecânicos podem ser prejudiciais ao desempenho dos mesmos, já que podem ser a causa raiz de falhas prematuras, redução de eficiência energética, emissão de ruído, entre outras consequências indesejáveis. Dentre as formas de se minimizar a propagação destas vibrações, utilizar um material com alta capacidade de amortecimento, a fim de se dissipar tal energia mecânica na estrutura do material, pode ser a única solução dados determinados requisitos de projeto.

Daí se origina a busca por materiais com capacidade de amortecimento mecânico que satisfaça outras condições de contorno de operação do sistema de engenharia, como resistência mecânica, frequência de vibração, temperatura, dentre outros. Materiais poliméricos, metálicos, cerâmicos ou compósitos serão mais ou menos promissores, de acordo com as diferentes solicitações que devam atender. Materiais metálicos se sobressaem em situações que requerem maior resistência mecânica, amortecimento em ampla faixa de frequências de vibração ou em temperaturas inviáveis para polímeros, além de custo praticável.

Entretanto, mecanismos internos de dissipação de energia costumam estar relacionados com defeitos internos do material, que reduzem resistência mecânica do mesmo. Desta forma, há uma relação inversamente proporcional entre resistência mecânica do material e sua capacidade de amortecimento mecânico, o que torna desafiador o desenvolvimento de novos materiais metálicos que apresentem tais propriedades, em relevante magnitude, simultaneamente.

O processo de manufatura denominado “Metalurgia do Pó” vem sendo utilizado com sucesso para desenvolvimento de materiais funcionais, uma vez que as diferentes variáveis do processo possuem elevado grau de liberdade. A manipulação de tais variáveis possibilita projetar microestruturas de acordo com as propriedades que se deseja modificar, a fim de melhorar o desempenho do material em sua aplicação.

Este trabalho busca utilizar tal característica a fim de racionalizar a microestrutura de compósitos de matriz ferrosa contendo nitreto hexagonal de boro (hBN) como segunda fase, sólido lamelar, cuja propriedades de amortecimento tendem a ser similares a da grafita, presente nos ferros fundidos cinzentos. Compósitos de matriz ferrosa com hBN disperso diretamente na matriz tendem a possuir elevada capacidade de amortecimento com reduzida resistência mecânica. A modificação microestrutural proposta visa aumentar a resistência mecânica de tais materiais sem reduzir significativamente a capacidade de amortecimento.

2. OBJETIVOS

2.1. OBJETIVO GERAL

Este trabalho teve como objetivo principal observar como diferentes formas de organização de estoques de nitreto hexagonal de boro em compósitos de matriz metálica impactam em suas propriedades mecânicas e de amortecimento de vibrações.

2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Objetivos específicos deste estudo englobam:

I. Reduzir o efeito deletério na resistência mecânica de materiais metálicos sinterizados quando há introdução de hBN como segunda fase;

II. Observar se o aumento de interface entre Fe e hBN propicia melhor dissipação de energia mecânica por atrito interno;

III. Desenvolver novos materiais sinterizados com capacidade de amortecimento mecânico e resistência mecânica similar ao de materiais comerciais;

IV. Correlacionar às propriedades mecânicas finais dos materiais desenvolvidos com sua microestrutura.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Metalurgia do pó e materiais metálicos para amortecimento de vibração não são temas explorados usualmente. Desta forma, a revisão bibliográfica tem objetivo de apresentar brevemente conceitos fundamentais para que o leitor tenha melhor compreensão acerca do trabalho realizado. As referências bibliográficas apresentadas ao final da dissertação fornecem maior quantidade e profundidade de informação a respeito dos temas aqui tratados.

3.1. VIBRAÇÕES MECÂNICAS

Vibrações mecânicas podem ser entendidas como oscilações, em torno de um ponto de referência, que se repetem em determinado intervalo de tempo. Durante este ciclo, parte da energia cinética do sistema é transformada em energia potencial, e alternadamente, parte da energia potencial é transformada em cinética. Fontes de amortecimento podem dissipar parte da energia total a cada ciclo, o que é caracterizado como amortecimento mecânico (RAO, 2004).

Desta forma, o modelo teórico mais simples para representar tal definição é constituído de três elementos, um que armazene energia cinética, um que armazene energia potencial e que dissipe parte da energia do sistema. Invariavelmente, estes elementos são a mola, uma massa e um amortecedor, respectivamente (RAO, 2004).

As vibrações podem originar ruído, instabilidade estrutural, fadiga, ente outros efeitos indesejáveis; se não forem corretamente gerenciadas em sistemas de engenharia (CHUNG, 2001).

3.2. AMORTECIMENTO DE VIBRAÇÕES

O fenômeno de dissipação de parte da energia mecânica do sistema é chamado de amortecimento mecânico (BALACHANDRAN; MAGRAB, 2011).

Existem três fontes primárias, intrínsecas, de amortecimento em sistemas mecânicos. O primeiro deles é referente ao amortecimento interno, que ocorre na estrutura dos materiais, devido a processos macroscópicos e microscópicos. Um segundo tipo é chamado de amortecimento estrutural, resultante de movimentos relativos entre componentes estruturais próximos, através de pontos de contato entre si. Outro mecanismo é chamado de amortecimento viscoso, resultado da interação do sistema mecânico com fluídos (DE SILVA, 2007).

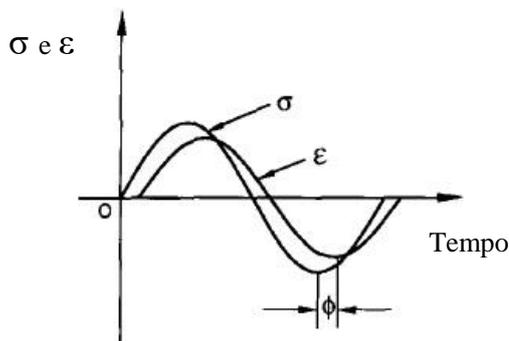
3.2.1. Amortecimento interno

A teoria da elasticidade em cristais ideais prevê que, no regime de deformação elástica, existe uma relação proporcional entre tensão aplicada e deformação resultante, como expresso na Lei de Hooke, indicando conservação de energia (ZHANG et al., 1994).

Entretanto, tal lei considera que a deformação ocorre instantaneamente à aplicação de carga, o que só é válido para taxas de carregamento extremamente baixas, a ponto de o processo de deformação ser considerado estático. O que ocorre na realidade é que uma parte da deformação não ocorre simultaneamente à aplicação da carga. Só é possível explicar este fato considerando que o comportamento dos materiais não é perfeitamente elástico, isto é, existe um componente viscoso, dependente do tempo, que colabora para a deformação total do material (ZHANG et al., 1994).

A Figura 1 demonstra graficamente o comportamento mecânico descrito acima. A defasagem entre tensão e deformação é avaliada pelo ângulo de perda, ϕ .

Figura 1 : Comportamento de tensão e deformação de um material não perfeitamente elástico quando solicitado ciclicamente.



Fonte: PAZ, (2016, p. 32, apud ZHANG, 1994, p. 380).

A existência de tal componente, em materiais metálicos implica na existência de comportamento dinâmico viscoelástico. Diversos modelos mecânicos foram criados a partir da combinação de molas (sólido perfeitamente elástico) e amortecedores (fluido viscoso newtoniano) para definir este comportamento (PALMOV, 1998).

Entende-se, portanto, nem toda energia mecânica armazenada elasticamente durante deformação é recuperada imediatamente após remoção dos esforços. Desta forma, em carregamentos cíclicos, há perdas energéticas após cada ciclo, tornando possível medir a viscosidade do material (BLANTER et al., 2007).

A palavra viscosidade, denotada por η , surge de estudos de mecânica do fluido e ciência dos materiais. No entanto, o mesmo fenômeno, quando observado sob a ótica da metalurgia física e de física do estado sólido é chamado de atrito interno, sendo denotado como Q^{-1} , que corresponde ao inverso do fator de qualidade (BLANTER et al., 2007).

Como já explicado, durante carregamento, há armazenamento de energia elástica, cujo valor é denotado por W , e absorção de energia, ΔW . A capacidade de amortecimento específica do material, Ψ , é a razão entre energia absorvida e energia armazenada durante o ciclo. O coeficiente de perda associado a este ciclo, por sua vez é obtido pela seguinte relação:

$$\Psi = \frac{\Delta W}{W} \quad (1)$$

De outra forma, observa-se pelo gráfico na Figura 1 que há aplicação de tensão e a consequente deformação estão defasadas, sendo ϕ o ângulo de defasagem (JONES, 2001).

Considera-se também que a deformação total (ϵ_t) é a soma das deformações elásticas (ϵ_e) e anelástica (ϵ_a).

$$\epsilon = \epsilon_e + \epsilon_a \quad (2)$$

A tensão σ e a deformação ϵ podem ser expressas pelas seguintes equações:

$$\sigma = \sigma_0 \exp(i\omega t) \quad (3)$$

$$\epsilon = \epsilon_0 [i(\omega t - \phi)] \quad (4)$$

As amplitudes de tensão e deformação são representadas por σ_0 e ϵ_0 , respectivamente. A frequência angular de vibração está indicada por ω , enquanto ϕ é o ângulo de defasagem entre deformação e tensão.

O módulo complexo \bar{E} pode ser obtido pela combinação das duas equações anteriores.

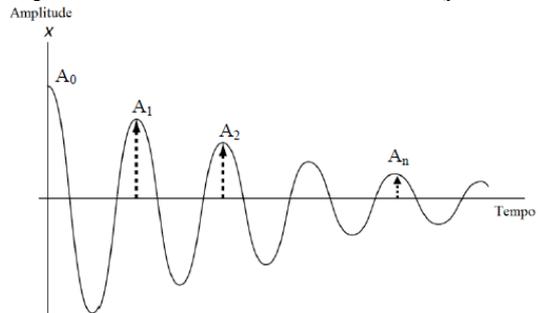
$$\bar{E} = \frac{\sigma}{\epsilon} = \frac{\sigma_0}{\epsilon_0} (\cos \phi + i \sin \phi) = E' + iE'' \quad (5)$$

E' é chamado de módulo de armazenamento e E'' é chamado de módulo de perda. Quando ϕ é igual a zero, o material apresenta apenas comportamento elástico, obedecendo a Lei de Hooke. Para outros casos, pode-se medir o amortecimento do material pela relação entre os diferentes módulos.

$$\tan \phi = \frac{E''}{E'} \quad (6)$$

Outro modo de observar o amortecimento de um material é por meio de análise de decaimento de amplitude de vibração quando em vibração livre, cujo comportamento é observado por meio do gráfico na Figura 2.

Figura 2 : Gráfico representativo de sistema com vibração livre amortecida.



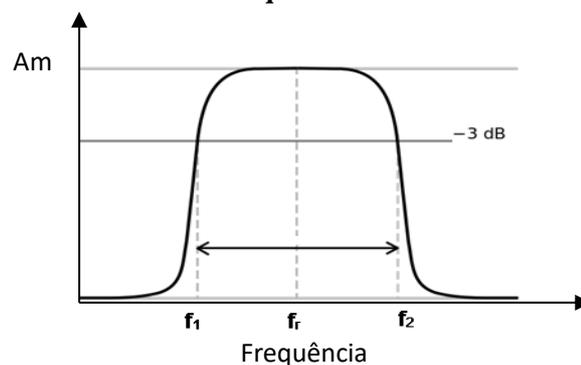
Fonte: Masotti, (2013).

Um material viscoelástico em vibração pode ser modelado por meio do modelo de Kelvin – Voigt, que consiste em uma massa de inércia, uma mola e um elemento amortecedor. Assim, o decaimento logarítmico, δ , é obtido por:

$$\delta = \frac{1}{n} \ln\left(\frac{A_i}{A_{i+n}}\right) \quad (7)$$

A_i e A_{i+n} são as amplitudes do ciclo i e do ciclo $i+n$, em diferentes tempos, após n períodos de oscilação (THORBY, D., 2008). Quando o material é excitado por vibração forçada, é possível obter o inverso do fator de qualidade, Q^{-1} , explicado anteriormente, por meio das frequências de meia potência de banda (f_1 e f_2) e da frequência de ressonância (f_r), observadas no gráfico da Figura 3, (BLANTER et al., 2007).

Figura 3 : Gráfico representativo do pico de ressonância e frequências utilizadas para determinar fator de qualidade.



Fonte: Paz, 2016.

O gráfico apresenta amplitude de vibração para determinadas frequências. As frequências definidas por f_1 e f_2 correspondem aquelas onde a amplitude é metade da amplitude máxima (ou 3dB menor), observada em f_r , de onde surge a nomenclatura “*frequências de meia potência de banda*”. O inverso do fator de qualidade pode ser obtido por meio da seguinte relação:

$$Q^{-1} = \frac{f_2 - f_1}{f_r} \quad (8)$$

Como reportado até aqui, existem diferentes maneiras de se entender e medir o amortecimento mecânico de materiais. Kinra e Wolfenden (1997) relacionam as diferentes formas de descrever o amortecimento mecânico da seguinte forma:

$$Q^{-1} = \frac{\Psi}{2\pi} = \frac{\Delta W}{2\pi W} = \eta = \frac{\delta}{\pi} = \tan \phi = \phi = \frac{E''}{E'} \quad (9)$$

Tal relação é válida para pequenos valores de amortecimento ($\tan \phi < 0.1$). Graesser e Wong (1991) apresentam uma visão mais completa sobre esta relação, em vista dos diferentes modelos lineares de sólidos anelásticos que podem ser utilizados para descrever comportamento real dos materiais de engenharia, incluindo outros não citados nesta revisão bibliográfica.

3.3. MECANISMOS DE AMORTECIMENTO INTERNO

O tópico anterior definiu o comportamento anelástico dos materiais, caracterizado pela dissipação de parte da energia elástica armazenada durante carregamentos cíclicos, sendo esta consequência da fricção interna. Diferentes mecanismos nos materiais contribuem para o amortecimento interno.

Tais mecanismos estão associados aos diferentes defeitos microestruturais, como átomos de impurezas, discordâncias e contornos de grão, efeito termoelásticos causado por esforços não uniformes, movimentos de cadeias poliméricas e de domínios magnéticos (CLARENCE, 2007).

De acordo com a referência bibliográfica que é consultada, diferentes mecanismos são listados. O amortecimento interno total é resultado da soma das contribuições de cada mecanismo (PUŠKÁR, 2001).

No entanto, esta diversidade pode ser organizada de acordo com a sua dependência ou independência da frequência de oscilação. Mecanismos dependentes da frequência promovem amortecimento viscoelástico, também chamado de histerese dinâmica. Quando não há tal dependência, os mecanismos são de histerese estática. (SCHALLER; FANTOZZI; GREMAUD, 2001).

3.3.1. Relaxação por movimentação de defeitos microestruturais

Anelasticidade pode ser resultante da movimentação de defeitos microestruturais quando é aplicada tensão, ainda em regime de deformação elástica. Materiais cristalinos e não cristalinos apresentam defeitos em sua estrutura, como átomos de impurezas em regiões intersticiais, assimetrias, entre outros. Estes defeitos se distribuem de modo a reduzir a energia interna do sistema. Quando uma tensão é aplicada, a distribuição que representa a menor energia para o sistema é modificada, resultando em força motriz para redistribuição dos defeitos (NOWICK; BERRY, 1972).

A movimentação de átomos intersticiais resulta da redistribuição de elementos de alta mobilidade, como H, de regiões sob tensão resultante compressiva para trativas. Isto envolve a difusão em distâncias consideradas grandes quando comparados com outros mecanismos, (ZENER, 1949).

Outro mecanismo está relacionado à reorientação de defeitos devido a tensões anisotrópicas, e tem maior representatividade, já que a difusão ocorre em distâncias atômicas. Átomos intersticiais de elementos como C, N e O ocupam posições octaedrais em cristais de elementos maiores, principalmente de arranjo cúbico de face centrada. Na ausência de cargas externas, as diferentes posições octaedrais no cristal são ocupadas homogeneamente. Quando há carregamento, diferentes posições se tornam preferenciais energeticamente, e os átomos intersticiais tendem a se difundir para estas posições (NOWICK; BERRY, 1972).

A movimentação de vacâncias, átomos substitucionais, entre outros que envolvem difusão devido a gradientes de tensão. A bibliografia apresenta extenso detalhamento sobre estes. No campo da espectroscopia mecânica, o estudo destes fenômenos é um dos temas mais explorados, porém, do ponto de vista de magnitude do amortecimento mecânico, estes mecanismos são pouco eficientes e dependentes de frequência de vibração.

3.3.2. Relaxação termoelástica

Os metais apresentam dependência entre sua estrutura mecânica e seu estado térmico, chamado de acoplamento termomecânico. Da mesma forma que variações de temperatura de ligas implicam em variações dimensionais, dilatação ou retração, diferentes campos de tensão na estrutura do material criam pequenas variações de temperatura, chamado de efeito termoelástico. Tais variações tendem a se equilibrar devido ao

fluxo irreversível de calor, conseqüentemente dissipando parte da energia mecânica, e caracterizam a chamada relaxação termoelástica ou amortecimento termoelástico (BLANTER et al., 2007).

A relaxação termoelástica se torna mais expressiva em materiais com heterogeneidades, como porosidades ou segunda fase. As descontinuidades presentes nestes materiais vão aumentar a faixa de frequências para as quais há amortecimento termoelástico, e também possibilitam a existência deste fenômeno em outros modos de deformação que não a flexão pura, além de aumentar os gradientes de temperatura alcançados na estrutura do material (GOLOVIN et al., 2004).

3.3.3. Amortecimento interno causado por transformação de fase

Transformações de fase em metais podem ter como conseqüências variações volumétricas ou deformações. Se tais transformações forem induzidas por tensões oscilatórias, podem originar deformações elásticas oscilatórias que se somam as existentes. Como tensão e deformação resultante não se encontram em fase, há perda de energia caracterizada como fricção interna (BLANTER et al., 2007).

A transformação martensítica termoelástica é a de maior importância em amortecimento interno, e também é a mais estudada por estar relacionada com ligas com memória de forma. Ligas a base de Cu-Zn, Cu-Al, Cu-Sn, Ni-Ti e Fe-Mn são as principais representantes deste mecanismo (YOSHIDA; ONO; ASAI, 2000).

Outros tipos de transformações, como as polimórficas, magnéticas e de precipitação ou dissolução geram diferentes mecanismos, que podem ser acompanhados em ensaios de espectroscopia mecânica, e ocorrem em faixas estreitas de frequências e temperatura (BLANTER et al., 2007).

3.3.4. Amortecimento interno por movimentação de discordâncias de elevada mobilidade

Em alguns materiais, a amplitude de vibração pode possibilitar a movimentação de discordâncias em longas distâncias e sua multiplicação, resultando em aumento da capacidade de amortecimento do material (TROJANOVA et al., 2017).

Em pequenas amplitudes de vibração, há um platô de amortecimento mecânico, excedido após certo valor de amplitude, que indica que um valor crítico de tensão é atingido, permitindo que as discordâncias se desprendam (TROJANOVA et al., 2017).

Diferentes componentes atuam para a dissipação de energia deste mecanismo, envolvendo arraste de elétrons e fônons na linha de discordância, arraste de obstáculos pontuais que interagem com a discordância e ciclo de mobilização e imobilização de discordâncias em obstáculos imóveis estão entre os principais fenômenos observados. (SCHALLER; FANTOZZI; GREMAUD, 2001).

As discordâncias também contribuem ao interferirem na propagação homogênea de deformação, aumentando a defasagem entre tensão e deformação que indica amortecimento de vibrações (ZHANG et al., 1994).

3.3.5. Amortecimento por movimentação de domínios magnéticos

Materiais ferromagnéticos apresentam variação em sua magnetização quando tensão é aplicada ao material, o que é chamado de acoplamento magneto-elástico ou magnetostricção. Na ocorrência deste fenômeno, há aparente redução no módulo de armazenamento do material, comparado ao valor no estado de saturação magnética, resultando em dissipação de energia devido às tensões cíclicas da vibração.

O amortecimento magneto mecânico é resultado de diversos submecanismos, como a geração de correntes parasitas devido à variação de campo magnético e deslocamento de paredes domínios magnéticos, conseqüência de tensões cíclicas. A movimentação de paredes de domínio magnética em si é o submecanismo que gera maior dissipação de energia (PUŠKÁR, 2001).

Com aumento da amplitude de deformação, há saturação da energia dissipada internamente, devido há aumento de magnitude de tensões internas contrárias à movimentação dos domínios magnéticos. Também é possível restringir a movimentação de domínios magnéticos, e, portanto, as perdas magnéticas, ao aplicar um campo magnético de saturação (DEGAUQUE et al., 2001).

3.4. HIDAMETS

Hidamets é a abreviação de *high damping metals*, que se traduz em metais com alta capacidade de amortecimento, também utilizado como HDM (BIRCHON, 1966).

Ainda não há consenso sobre quais propriedades um material metálico deve ter para ser considerado um HDM. Um material pode ser considerado de alto amortecimento de acordo com as condições específicas de operação onde será utilizado, independentemente dos mecanismos internos de amortecimento, e não propõe um conceito formal para o termo (IGATA et. al., 2003).

Diversos autores sugerem que os metais que apresentem elevada capacidade de amortecimento mecânico em ampla faixa de frequências e temperaturas, desta forma, apenas alguns mecanismos de amortecimento poderiam originar tal comportamento. (SCHALLER, 2003; GOLOVIN, 2012). Do ponto de vista da engenharia, HDMs devem apresentar também certo grau de resistência mecânica (SUGIMOTO, 1977).

Os diferentes tipos de hidamets conhecidos são classificados de acordo com os mecanismos microestruturais capazes de promover capacidade de amortecimento em sua microestrutura (RITCHIE et. al., 1987).

Alguns materiais podem possuir uma estrutura altamente heterogênea, como os ferros fundidos. Nestes materiais, deformações plásticas das fases mais macias e na interface entre fases geram amortecimento mecânico (SCHALLER, 2003).

Um segundo caso é dos hidamets com martensita termoelástica, cujos mecanismos de amortecimento estão relacionados não só a histerese entre as fases martensita e austenita, mas também as maclas, falhas de empilhamento e discordâncias na martensita (VAN HUMBEECK, 2003).

Os domínios magnéticos caracterizam o terceiro tipo de hidamet. A histerese magneto mecânica já foi explicada anteriormente, e causa um pico de amortecimento em deformações de 0,01%. Materiais como ferro, níquel, cobalto e suas respectivas ligas apresentam este mecanismo, que pode ser modificado pela presença de campo magnético externo e tratamentos térmicos (UDOVENKO, V.; CHUDAKOV, I.; 2006).

Magnésio e suas ligas e alguns aços austeníticos possuem discordâncias que se movem com pequenas tensões aplicadas, mesmo no regime elástico, caracterizando os hidamets com discordâncias facilmente móveis. Apesar de apresentarem os maiores valores absolutos de amortecimento mecânico, possuem baixa resistência mecânica, já que ambas características são governadas pelo mesmo mecanismo (TROJANOVA et. al., 2017).

Outras classificações são sugeridas por diferentes pesquisadores, já que diferentes materiais são desenvolvidos com o tempo. Materiais metálicos com elevada porosidade, materiais metálicos com elevada concentração de hidrogênio são alguns exemplos (PUŠKÁR, 2001).

A seleção de materiais para aplicação em engenharia depende da comparação de propriedades de diferentes materiais, obtidas em ensaios em diversos laboratórios ao redor do mundo. Usualmente, tais propriedades podem ser comparadas diretamente devido às padronizações existentes.

Propriedades de amortecimento podem ser definidas por meio de diferentes critérios, conforme observado na seção 3.3. Estes diferentes critérios não podem ser comparados diretamente para elevados valores de amortecimento mecânico. Além disso, variações de equipamentos de medição, influência de temperatura e frequência de medição, dificultam a normatização de ensaios para avaliar propriedades de amortecimento (PUŠKÁR, 2001).

Desta forma, não há valores ou especificações de propriedades que caracterizem se um material metálico é considerado hidamet ou não. Considerando a perspectiva da engenharia, um material pode ser considerado de alto amortecimento se tiver desempenho satisfatório em um sistema particular, independentemente de composição ou mecanismos que promovam dissipação. (SCHALLER, 2003; GOLOVIN, 2012).

Do ponto de vista da espectroscopia mecânica, metais de elevado amortecimento mecânico são definidos de acordo com a presença dos mais significativos mecanismos de amortecimento presentes na microestrutura do material.

3.5. AMORTECIMENTO EM COMPÓSITOS DE MATRIZ METÁLICA

Materiais compósitos são constituídos por dois ou mais materiais com propriedades físico-químicas bem distintas entre si, que quando combinados resultam em características bem diferentes de cada material individualmente (CALLISTER, 2012).

Como explicado anteriormente, boa parte dos mecanismos que propiciam amortecimento mecânico nos metais também estão ligados aos mecanismos que promovem a resistência mecânica do material. Desta

forma, uma vez que os mecanismos de amortecimento mecânico são maximizados na estrutura do material, há queda acentuada nas propriedades mecânicas finais.

A formulação de compósitos pode ser feita de modo a combinar fases com grande capacidade de amortecimento e outras para as quais será delegada a função de resistência mecânica. De tal maneira, que o material final apresente ambas as propriedades em relevante magnitude (LU et al., 2009).

Além dos mecanismos de amortecimento presentes nas fases constituintes, novos mecanismos podem se originar da interação entre ambas. Como cristais da fase secundária tendem a ser diferentes dos cristais da matriz, há formação de uma interface entre estes, que dissipa energia em carregamentos cíclicos. Se os materiais apresentam diferentes coeficientes de dilatação, pode haver incompatibilidade térmica entre os materiais, e, conseqüentemente, formação de discordâncias em regiões próximas a interface, que também atuam para dissipação de energia (ZHANG et al., 1994).

Em interfaces pouco ancoradas, há dissipação de energia devido a perdas energéticas pela fricção da partícula de segunda fase com a matriz. Esta fonte de amortecimento é funcional quando a magnitude da tensão de cisalhamento na interface é superior às forças de atrito envolvidas, o que desencadeia movimentos relativos entre matriz e segunda fase (ZHANG et al., 1994).

3.6. INFLUÊNCIA DE POROSIDADE NO AMORTECIMENTO MECÂNICO

A porosidade pode ser entendida como vazios presentes na microestrutura do material. São constituintes funcionais dos materiais, e podem apresentar diferentes tamanhos, distribuição, geometrias; e influenciam diretamente nas propriedades finais do material (THÜMMLER, F.; OBERACKER, R., 1993).

Como já descrito, os principais mecanismos de dissipação de energia presentes nos hidamets são ativados devido às tensões cíclicas de vibração, e conseqüente deformação. No entanto, tais fenômenos são mostrados somente após as tensões na região superarem determinado valor crítico (TROJANOVA et al., 2017).

Os vazios presentes no material atuam como concentradores de tensão no material. Desta forma, nas adjacências dos poros, as tensões existentes terão maior magnitude, viabilizando a ativação de um número maior de mecanismos de dissipação que permaneceriam desativados em um material similar sem tais concentradores de tensão. (HAKAMADA et al., 2009).

Por outro lado, a porosidade prejudica propriedades mecânicas, reduzindo a resistência mecânica do material. Tensões aplicadas ao material podem ultrapassar a de escoamento do material quando amplificadas pelos vazios, levando a deformações plásticas localizadas. Em se tratando de tensões cíclicas, características da vibração, o dano acumulado pode levar a nucleação de crescimento de trincas, ocasionando falhas prematuras por fadiga (GOLOVIN et al., 2004).

3.7. CARACTERIZAÇÃO DO AMORTECIMENTO INTERNO POR ANÁLISE DINÂMICO MECÂNICA

A análise dinâmica mecânica, conhecida pelas siglas DMA (*Dynamic Mechanical Analysis*), simplesmente analisa o comportamento de um material quando uma força oscilatória é aplicada ao mesmo. Desta forma, pode-se calcular propriedades do material como módulo elástico, viscosidade e coeficiente de amortecimento (MENARD, 2008).

De maneira simplista, o módulo elástico dos materiais indica quanto um material deforma quando determinada tensão é aplicada. Tal comportamento é facilmente observado em curvas de tensão por deformação obtida em ensaio de tração clássico. A curva resultante está atrelada as condições do ensaio, como temperatura, frequência e taxa de deformação. No entanto, em aplicações de engenharia, o material é solicitado em diversas condições, o que requereria diversos ensaios de tração para mapear seu comportamento em todas elas.

De modo a facilitar tal procedimento, o ensaio de DMA possibilita medir módulo de elasticidade e outras variáveis a cada oscilação, em diversas frequências e temperaturas, podendo mapear o comportamento mecânico do material, em ampla faixa de condições, com poucos minutos de ensaio.

A análise dinâmico mecânica requer cuidados quanto as medidas das amostras, já que erros de medição podem causar erros significantes no resultado observado. Outra fonte de erro, inerente às medidas realizadas, está no modo de solicitação da amostra e como a mesma está fixada ao equipamento. A fixação modifica a maneira com que esforços atuam no material. Uma amostra com dois pontos de fixação apresentará módulo discrepante de outra amostra do mesmo material fixada em três pontos (VANWALLEGHEM et al., 2012).

O equipamento é capaz de medir a quantidade de deformação obtida no pico da tensão senoidal e a discrepância entre a tensão aplicada e deformação resultante. Com ambos, se torna possível calcular outras características do material.

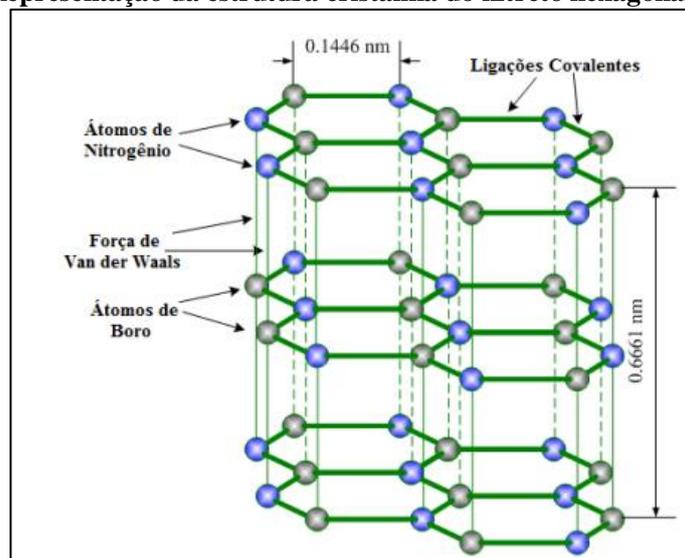
Desta forma, em ensaios de DMA, o amortecimento no material é definido por meio de $\tan \phi$, por meio da razão entre módulo de perda (E'') e módulo de armazenamento, (E'). Essa medida é adimensional, e não deve variar quando as medidas dimensionais da amostra são modificadas. Portanto, se há fontes de erro no ensaio, pode haver mudança no valor do módulo sem alteração no $\tan \phi$.

3.8. NITRETO HEXAGONAL DE BORO

O nitreto hexagonal de boro (hBN) é um produto sintético, que se cristaliza de maneira similar a grafita, em lâminas ou folhas hexagonais empilhadas. As ligações covalentes entre átomos de cada folha são fortes, ao contrário das ligações de van der Waals existentes entre folhas (FUNAHASHI, 1993).

O hBN é um lubrificante sólido mesmo em altas temperaturas, bom condutor térmico, isolante elétrico e estável em temperaturas de até 2800 °C, em atmosferas inertes. Também é quimicamente inerte e não molhável por diversos metais, como o ferro (Kopeliovich, 2011). Sua estrutura cristalina pode ser observada na Figura 4.

Figura 4 : Representação da estrutura cristalina do nitreto hexagonal de boro.



Fonte: Kopeliovich, (2011).

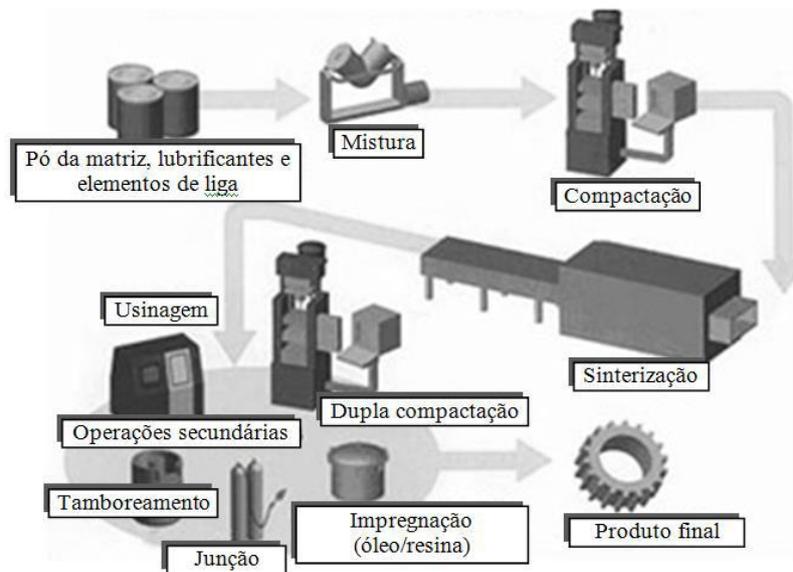
Apesar de seu caráter fortemente inerte, algumas reações entre ferro e nitreto hexagonal de boro foram detectadas. As fases formadas foram caracterizadas como nitreto de ferro e carbo-boreto de ferro, em pequenas quantidades, em regiões próximas aos contornos de grão da matriz ferrosa (FURLAN et. al., 2016).

3.9. METALURGIA DO PÓ

A metalurgia do pó é uma técnica de manufatura que permite produzir componentes a partir de materiais particulados. A técnica apresenta, entre suas vantagens, o elevado rendimento de material, acurado design microestrutural, temperaturas de processamento relativamente baixa (60 à 80% da temperatura de fusão), possibilidade de se obter peças com geometria próxima a de uso final, elevada produtividade de componentes de pouca massa e alta complexidade geométrica (THÜMLER, F.; OBERACKER, R., 1993).

O processo de manufatura se inicia com a mistura de pós, moldagem dos mesmos, e sinterização. Há ainda operações secundárias, como usinagem, calibração, entre outras. Um resumo das operações é brevemente descrito na Figura 5.

Figura 5 : Esquema representativo de manufatura por metalurgia do pó.



Fonte: Themetalcasting.com

3.9.1. Produção de Pó

O processo tem início com a produção de matérias primas. Pode-se dividir as técnicas para tal em mecânicas (Ex: Moagem, Atomização). Químicos (Ex: redução), Eletroquímicos, dentre outros. Tais processos e suas variáveis intrínsecas irão influenciar nas características finais do pó, como tamanho e formato de partícula, ductibilidade, área específica; as quais irão influenciar no comportamento do pó durante processamento, e também na microestrutura final (GERMAN, 1998).

3.9.2. Seleção e Mistura de Pó

De acordo com as características do pó descritas acima, das propriedades tecnológicas e do que se espera do comportamento do pó durante processamento, microestrutura final do material e propriedades deste se faz a seleção de pó a serem utilizados. Além disso, outros agentes, como ligantes ou lubrificantes podem ser utilizados, dependendo de fatores como tamanho do pó, tipo de compactação, dentre outras variáveis.

A mistura ocorre em equipamentos específicos, como misturador em Y, buscando uma mistura homogênea, tanto em composição química, como em tamanho de partícula, evitando segregações (HAMMES, 2011).

3.9.3. Granulação via úmida

As principais rotas de granulação são utilizadas processamento mecânico (via seca) e na aspersão de líquidos (via úmida).

O método envolve incorporação de líquido volátil a uma massa de pó. Em alguns casos é também utilizado um agente de ligação, previamente dissolvido no líquido, e que promove adesão entre partículas após secagem dos grânulos (THÜMMLER, F.; OBERACKER, R., 1993).

A granulação tem importância tecnológica e é fundamental, em alguns casos devido a impossibilidade em se fazer a compactação uniaxial de pó com tamanho de partícula de pequena ordem de grandeza (até ~50 µm), já que quanto menor tamanho de partícula, maior área de contato entre as mesmas, o que aumenta e dificulta compactação e extração do corpo à verde.

3.9.4. Compactação

Após a preparação do pó, este segue para moldagem, no qual adquire sua forma pré-sinterizada. Por meio de uma pressão aplicada no pó, ocorre densificação do material, formando contatos entre partículas que promove resistência a verde (THÜMMLER, F.; OBERACKER, R., 1993).

Inicialmente, a densificação ocorre apenas pelo rearranjo das partículas na cavidade, sendo que posteriormente, a deformação plástica das partículas metálicas provoca maior aumento de densidade devido à redução de vazio entre as partículas (THÜMMLER, F.; OBERACKER, R., 1993).

Diferentes técnicas podem ser utilizadas, como compactação isostática, laminação de pós, extrusão, forjamento de pré-sinterizados, compactação isostática e moldagem por injeção. A técnica escolhida deverá ser tal que permita obter a geometria e as propriedades desejadas para a peça (GERMAN, 1998).

3.9.5. Sinterização

A sinterização pode ser definida como transporte de massa ativado termicamente em um volume de pó ou compactado poroso, que diminui sua superfície específica livre pelo crescimento de contato entre partículas, retração volumétrica e mudança de geometria dos poros (THÜMMLER, F.; OBERACKER, R., 1993).

Portanto, a força motriz para sinterização tem natureza termodinâmica, decorrente do excesso de energia livre superficial de partículas do pó não sinterizadas, das heterogeneidades químicas e da presença de defeitos cristalinos fora do equilíbrio (HAMMES, 2011).

Durante a sinterização, ocorre densificação do material, modificando propriedades químicas e físicas, como aumento de dureza e resistência mecânica, alterações em ductibilidade, condutividade térmica e elétrica, dentre outras (GERMAN, 1998).

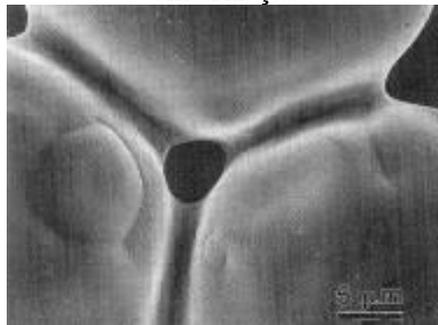
Apesar de ser um processo contínuo, existem três estágios principais que compõem a sinterização:

I. Formação de “*necks*”: Regiões onde as partículas se tocam formando “pescoços”, ligações atômicas entre diferentes partículas. Formam-se também, contornos de grão, fundamentais para etapas posteriores. Não há grandes retrações dimensionais;

II. Estágio intermediário: Partículas perdem gradativamente sua identidade, devido ao crescimento dos pescoços em relação ao raio das partículas. Ocorre grande retração dimensional.

III. Estágio final: Poros se arredondam e se isolam, atinge-se a densificação final do material.

Figura 6 : Imagem de microscopia identificando porosidade residual e *necks* formados durante sinterização.



Fonte: GERMAN, R. (1998).

3.10. COMPÓSITOS SINTERIZADOS À BASE DE FE-HBN

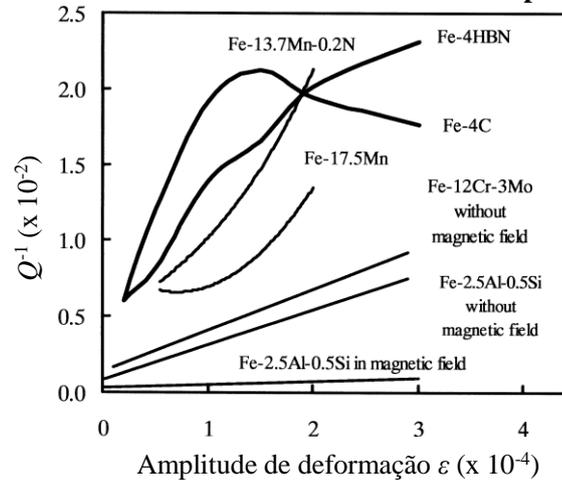
O nitreto hexagonal de boro apresenta estrutura cristalina similar à da grafita, presente no ferro fundido cinzento, e principal responsável pela notória capacidade de amortecimento mecânico.

A inserção de hBN em matriz metálica, ao contrário de outros tipos de lubrificante sólido, possibilita simplificar estudos que busquem mimetizar o comportamento de amortecimento do ferro fundido, já que é inerte mesmo em elevadas temperaturas. Poucos estudos foram realizados com a inserção de hBN em matriz ferrosa.

Sueyoshi et al. (2001 e 2003) desenvolveram aços multicamadas, sendo o núcleo composto por ferro e hBN em diferentes percentuais e a superfície constituída de aço carbono. A produção envolveu laminação e metalurgia do pó. Os resultados mostraram que o amortecimento final do material depende tanto da movimentação de domínios magnéticos na ferrita, quanto da deformação do hBN. Existe um percentual ótimo de hBN que não deprecia as propriedades mecânicas, e não reduz significativamente o tamanho dos grãos de

ferro, dificultando a movimentação de parede dos domínios magnéticos. De maneira qualitativa, o estudo mostrou a importância do controle microestrutural nas propriedades de amortecimento mecânico e resistência mecânica. As Figuras 7 e 8 apresentam alguns dos resultados obtidos em tal estudo.

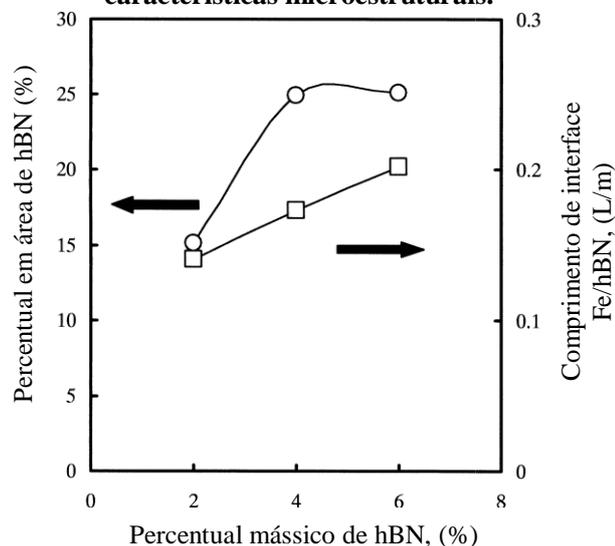
Figura 7 : Amortecimento mecânico em função de amplitude de deformação para aço multicamada com 4% em massa de hBN e materiais de comparação.



Fonte: Adaptado de Sueyoshi et. al. (2003).

Como observado na Figura 7, o material Fe-4HBN possui desempenho considerável frente a outros materiais comerciais para amortecimento mecânico.

Figura 8 : Gráfico contendo dados que explicam influência do aumento do teor de hBN em características microestruturais.



Fonte: Adaptado de Sueyoshi et. al. (2003).

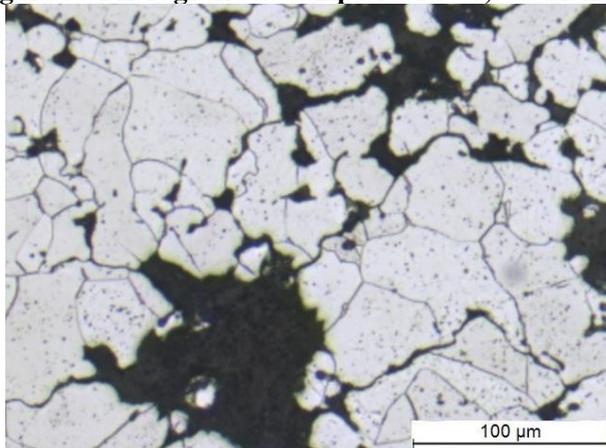
Como observado na Figura 8, o aumento do percentual de massa de hBN implica no aumento de interface entre hBN e Fe. Este aumento de interface pode propiciar maior dissipação de energia na segunda fase, como descrito anteriormente.

O segundo estudo encontrado foi o de Paz (2016) no qual partículas de ferro e nitreto hexagonal de boro foram misturadas diretamente, compactadas e sinterizadas. Observou-se que com aumento do teor de lubrificantes sólidos na matriz, há elevado aumento na capacidade de amortecimento mecânico do material. No entanto, também há abrupta queda na resistência mecânica do material. Ao mesmo tempo, incrementos de porosidade, obtidos por meio de variação na pressão de compactação, não influenciaram

significativamente no amortecimento mecânico final do material. Os resultados de amortecimento mecânico e propriedades mecânicas deste estudo se encontram resumidas na Figura 10.

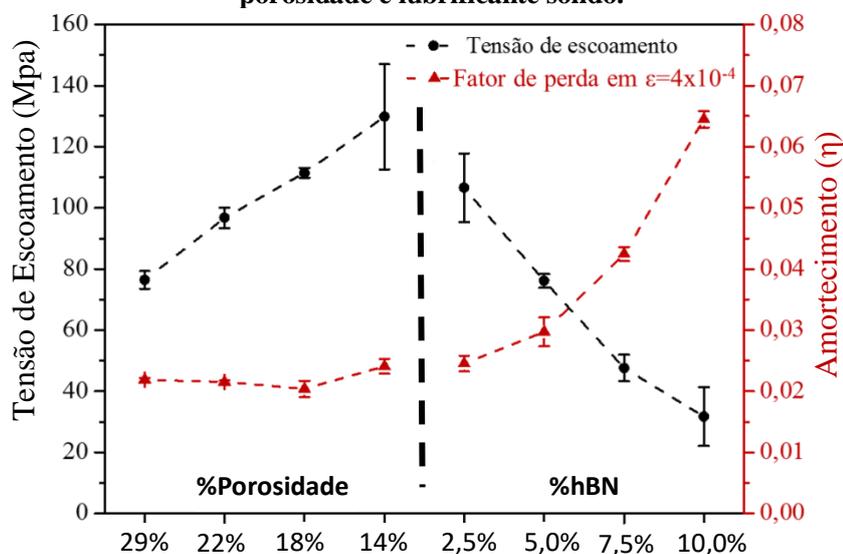
A queda de resistência mecânica está associada ao fato de partículas de nitreto hexagonal de boro entremear partículas de ferro durante a compactação, impedindo formação de quantidade significativa de *necks* durante sinterização, prejudicando a densificação do corpo a verde, criando diversos defeitos microestruturais ao final do processamento. Tal comportamento pode ser observado na microestrutura presente na Figura 9.

Figura 9 : Micrografia de compósito Fe - 7,5%vol. hBN.



Fonte: PAZ, G. (2016).

Figura 10 : Gráfico de propriedades mecânicas para materiais com diferentes percentuais de porosidade e lubrificante sólido.



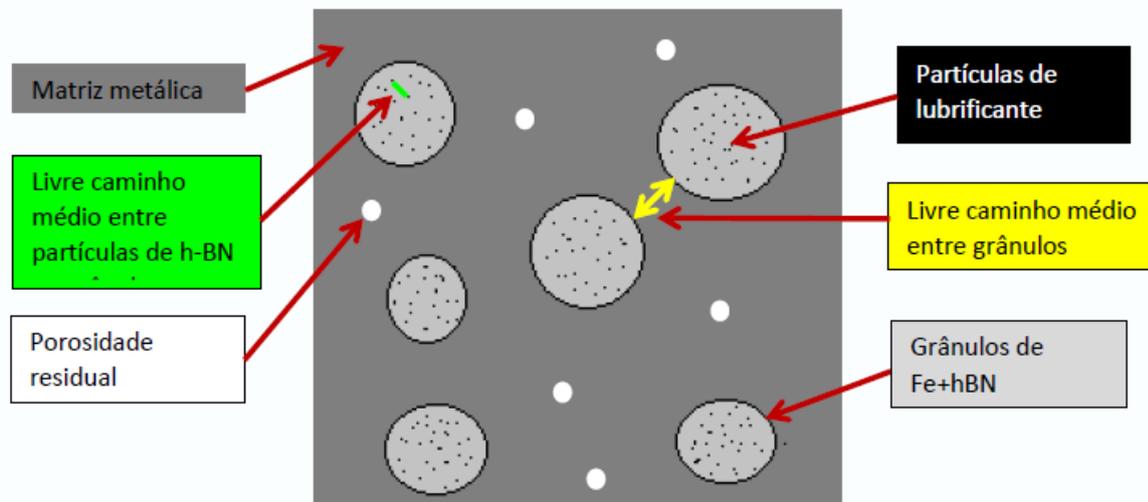
Fonte: Modificado de PAZ, G. (2016).

A elevada capacidade de amortecimento mecânicos de tais materiais norteou desenvolvimento subsequente, visando reduzir a influência deletéria do lubrificante sólido nas propriedades mecânicas do material. O procedimento experimental para tal se encontra descrito nas próximas páginas desta dissertação.

4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

O objetivo deste trabalho é avaliar se uma racionalização na distribuição e organização de segunda fase em matriz metálica propiciaria melhores propriedades nos compósitos Fe/hBN do que uma dispersão aleatória, materiais cuja estrutura e propriedades se encontram detalhadas nas Figuras 9 e 10. Tal racionalização foi projetada de acordo com o observado na Figura 11, que ilustra a microestrutura resultante desejada.

Figura 11 : Esquema de microestrutura projetada para organização de segunda fase em compósitos Fe/hBN.



Fonte: Autoria Própria.

Visando cumprir tal objetivo, utilizou-se a técnica de metalurgia do pó, que possibilita planejar certo grau de organização do nitreto hexagonal de boro na matriz, por meio de procedimentos de granulação no pré-processamento de matéria prima antes da mistura.

O intuito de tal design microestrutural era o de alocar hBN em regiões específicas do material, de forma que haveria porções do material com menor teor de hBN. Tais locais apresentariam menor concentração de defeitos, sendo responsáveis pela resistência mecânica do material.

As regiões com maior concentração de hBN promoveriam a capacidade de amortecimento mecânico do compósito. Desta forma, esperava-se que as propriedades de compósitos com tal microestrutura apresentassem melhor balanço de resistência mecânica e amortecimento mecânico, em relação aos compósitos com hBN disperso diretamente.

Assim sendo, amostras com mesmo percentual final volumétrico de hBN foram produzidas, pelo método de dispersão direta, e pelo método de pré-processamento por granulação. Os materiais foram caracterizados e suas propriedades foram comparadas.

A granulação foi necessária para obtenção da microestrutura projetada. Partículas pequenas de ferro (BM) e hBN (6004) foram misturadas de modo a formar os grânulos, posteriormente misturados ao pó de ferro de maior tamanho de partícula (AHC 100.29).

Na manufatura por dispersão direta, partículas grandes hBN (6028) são misturadas as partículas grandes de ferro (100.29), sem prévio processamento.

O fluxograma condensa as etapas experimentais deste trabalho para obter as estatísticas necessárias para avaliação do desempenho dos materiais.

<p style="text-align: center;">Seleção de Pós</p> <ul style="list-style-type: none"> • Fe BM (~10 μm) • Fe AHC 100.29 (~100 μm) • hBN GE 6004 (~10 μm) • hBN GE 6028 (~125 μm)
<p style="text-align: center;">Caracterização de Pós</p> <ul style="list-style-type: none"> • MEV
<p style="text-align: center;">Granulação</p> <ul style="list-style-type: none"> • hBN 6004 + Fe (BM)
<p style="text-align: center;">Caracterização de Grânulos</p> <ul style="list-style-type: none"> • MEV
<p style="text-align: center;">Mistura de Pós</p> <ul style="list-style-type: none"> • Grânulos + Fe (AHC 100.29) • hBN 6028 + Fe (AHC 100.29)
<p style="text-align: center;">Caracterização de Pós</p> <p>MEV (Após mistura)</p>
<p style="text-align: center;">Compactação e Sinterização</p> <ul style="list-style-type: none"> • Atmosfera: 95% Ar / 5% H₂ • Pressão: 500 MPa • Ciclo: 0-300°C – 10°C / min 300-600°C – 3°C / min 600-1125°C - 10°C / min 1125 °C – 60 min
<p style="text-align: center;">Caracterização de Corpos de Prova</p> <ul style="list-style-type: none"> • Densidade à verde • Densidade sinterizado • Metalografia • Análise de Imagens • Resistência a Tração • MEV

4.1. MATÉRIAS PRIMAS E COMPOSIÇÕES

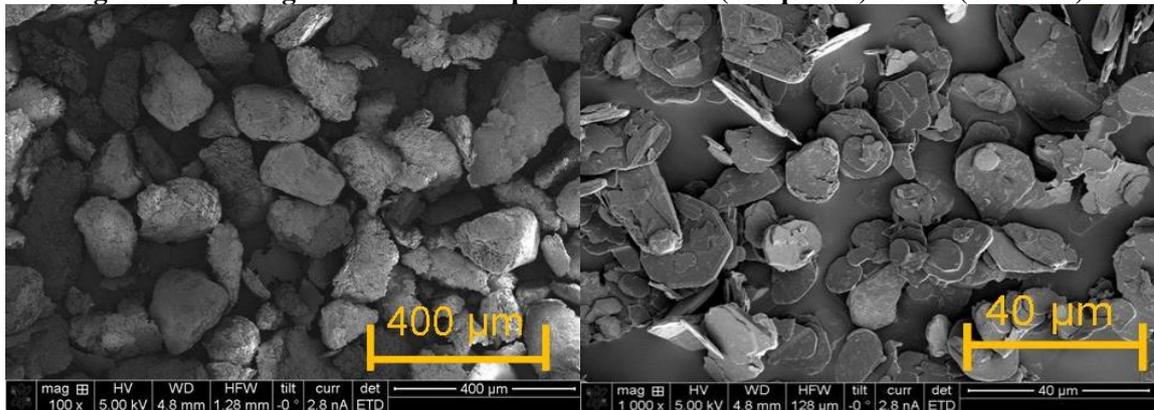
Os pós utilizados, bem como respectivos tamanhos de partícula (d_{50}), se encontram listados na Tabela 1:

Tabela 1 : Características dos pós utilizados.

Pó	Nome Comercial	Fabricante	Tamanho de Partícula (d_{50})
Ferro	AHC 100.29	HÖGANAS	100 μm
Ferro	BM	Sintez	10 μm
hBN	6028	GE Momentive	150 μm
hBN	6004	GE Momentive	10 μm

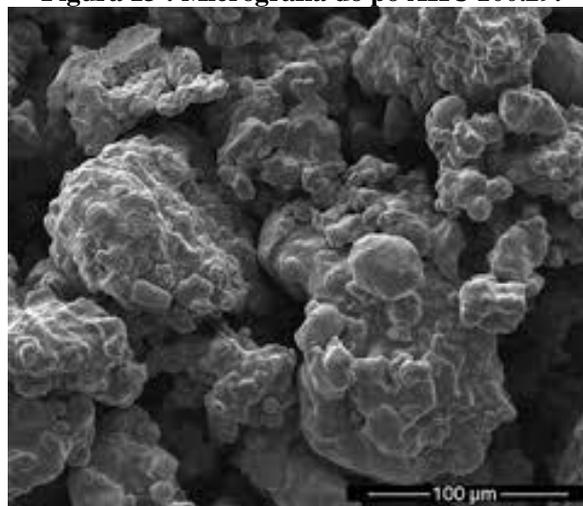
Fotos obtidas por microscopia eletrônica de varredura dos pós de hBN se encontram nas Figura 12, Figura 13 e Figura 14.

Figura 12 : Micrografia em MEV de pós de hBN 6028 (à esquerda) e 6004 (à direita).



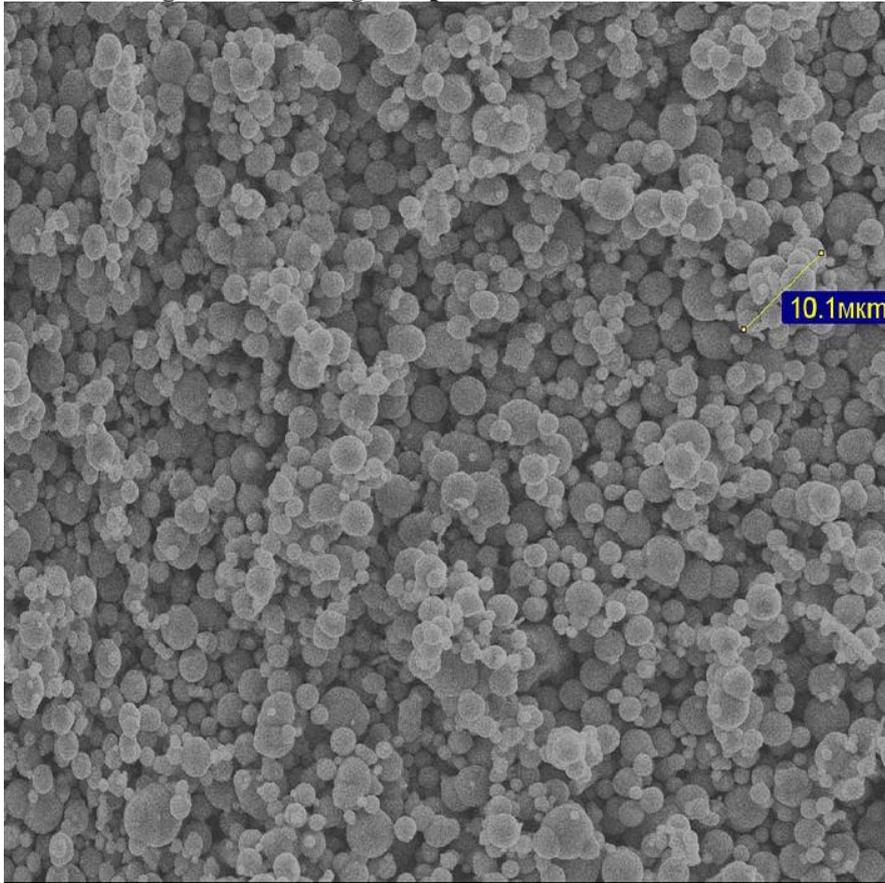
Fonte: <http://www.momentive.com/Products/Main.aspx?id=22818>

Figura 13 : Micrografia do pó AHC 100.29.



Fonte: <http://www.hoganas.com>

Figura 14 : Micrografia pó de ferro carbonila BM.



Fonte: <http://www.en.sintez-cip.ru>

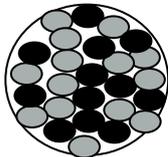
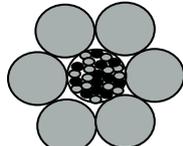
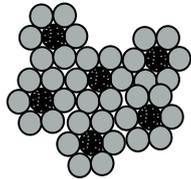
Definiram-se três composições diferentes para os grânulos manufacturados, nomeados como A, B e C. Os mesmos continham ferro BM e hBN 6004, previamente misturados conforme descrito no próximo tópico. O processo de granulação é detalhado adiante neste capítulo, e as composições dos grânulos se encontra na Tabela 2 : Composição dos grânulos.

Tabela 2 : Composição dos grânulos.

Grânulo	%vol. hBN no Grânulo
A	5
B	15
C	30

Posteriormente, tais grânulos foram misturados, em três diferentes percentuais, ao ferro AHC 100.29, visando obter nove composições diferentes de material. Isto é mais facilmente entendido por meio da Tabela 3 : Composição dos materiais manufacturados de acordo com percentual de hBN no grânulo e percentual de grânulo no material.. As partículas de hBN 6004 são representadas pela cor preta, que junto as partículas de ferro BM (formas ovais cinza) compõem os grânulos. Estes são misturados junto as partículas de AHC 100.29, círculos cinza, de maior tamanho; compondo o material.

Tabela 3 : Composição dos materiais manufacturados de acordo com percentual de hBN no grânulo e percentual de grânulo no material.

Material	%vol. hBN no grânulo	%vol. de grânulos no material	%vol. hBN total
			

A1	5	10	0,5
A2	5	30	1,5
A3	5	50	2,5
B1	10	10	1,5
B2	10	30	4,5
B3	10	50	7,5
C1	30	10	3
C2	30	30	9
C3	30	50	15

Materiais com hBN 6028 misturados diretamente com ferro AHC100.29 também foram manufaturados, de modo a se alcançar os objetivos definidos neste trabalho. Por fim, uma amostra sem hBN também foi manufaturada, para fins comparativos. As composições se encontram na Tabela 4.

Tabela 4 : Composição de materiais com hBN disperso diretamente.

Material	%vol. hBN Final
H0	0
H2	2,5
H7	7,5
H15	15

4.1.1. Preparação das misturas de pós

A mistura dos pós foi realizada em um misturador tubular de aço inoxidável em forma de Y, cujo eixo de rotação passa pela união dos segmentos. Foram feitos lotes de 300g utilizando um tempo de mistura de 45 minutos e a rotação aproximada de 35 RPM.

Não foram adicionados nenhum tipo de aditivos a mistura de pós de ferro BM e hBN6004, já que seriam granulados posteriormente.

Ao restante das misturas foram adicionados 0,8 % em peso de amida graxa, aditivo que proporciona lubridade durante a compactação por meio da redução do atrito das partículas de pó entre si, bem como entre o pó e a matriz.

4.1.2. Granulação

O processo de granulação foi realizado por meio da dissolução de 4g de parafina lentilha 140/145h em 50ml de hexano. Adicionou-se a massa total de parafina, em pequenas frações, a um béquer de 100ml, que continha o hexano e se encontrava posicionado em um equipamento de ultrassom. A adição de pequenas porções de parafina e a utilização do ultrassom resultou em aumento da velocidade do processo. A fim de se evitar grande evaporação do hexano, a abertura do béquer era envolta em papel alumínio.

A mistura de pós de ferro (BM) e hBN (6004) misturada previamente era alocada em um béquer de 500ml, onde também se adicionava a solução de parafina diluída em hexano, após a completa dissolução do polímero.

Com auxílio de uma espátula, o conteúdo era misturado continuamente, a fim de se homogeneizar os componentes. Devido a volatilidade do hexano e ao movimento contínuo da espátula, a massa resultante adquiria maior viscosidade com o decorrer do procedimento, se desprendendo das paredes do recipiente. A partir deste momento, o béquer era rotacionado em movimento contínuo, a fim de se esferoidizar a massa de pós, resultando nos grânulos desejados. Este processo é denominado de tamboreamento.

A medida que os grânulos se formavam, estes eram partidos com o auxílio da espátula, de modo a se controlar o tamanho dos grânulos resultantes. Visualmente o tamanho das partículas era conferido, buscando não se reduzir excessivamente os grânulos. Ao fim desta etapa, o béquer era deixado em repouso durante 24 horas, tempo necessário para a completa remoção do hexano, resultando em maior coesão dos grânulos.

As partículas então foram selecionadas de acordo com o seu tamanho, por peneiramento, descartando-se aquelas com tamanho inferior a 150 μm , e fragmentando-se, com uma lâmina de estilete, aquelas superiores a 300 μm .

4.1.3. Compactação das misturas

De acordo com os ensaios programados para este trabalho, as diferentes misturas de pós foram compactadas em prensa uniaxial, em temperatura ambiente, visando obter os corpos de prova necessários. A geometria dos corpos de prova é detalhada mais adiante em seções específicas.

Um dispositivo de placas flutuantes foi utilizado para apoio das matrizes, de forma que a pressão exercida pela prensa fosse similar nas punções superiores e inferiores. Este procedimento visa minimizar as heterogeneidades de densificação dentro do material.

Todas as amostras foram compactadas a 500 MPa, por meio de prensa hidráulica semiautomática (modelo GABBRIELLI 1994), exceto amostras para determinação de densidade geométrica.

As geometrias dos corpos de prova se encontram elencados, nos respectivos tópicos de caracterização a que foram submetidos.

4.1.4. Sinterização

O procedimento de sinterização foi realizado em forno tubular, modelo, Fortelab – FT1300/H, com 3 regiões distintas de aquecimento realizado por resistências de liga *Kanthal*. As amostras foram posicionadas na zona central do tubo, sobre placas de alumina, em suporte manufaturado em aço inoxidável.

A temperatura das resistências é controlada por termopares posicionados nos refratários dos fornos, e, portanto, distante das amostras. A fim de se obter melhor precisão na temperatura das amostras, posicionou-se um termopar tipo K próximos as amostras, inserido em um poço térmico.

A composição da atmosfera dentro do tubo era de 95% de Argônio e 5% de Hidrogênio, denominada mistura padrão, favorecendo a redução de alguns óxidos e extração de ligantes. O fluxo utilizado foi de 0,5 litros por minuto ($8,34 \times 10^{-6} \text{ m}^3/\text{s}$). Para purificação da atmosfera inicial do tubo, foram realizadas três purgas em sequência, se iniciando com formação de vácuo no tubo, e posterior preenchimento com Argônio puro. Este ciclo de purga foi realizado três vezes antes de cada ciclo de sinterização.

O ciclo térmico iniciou-se com taxa de aquecimento de 10 °C por minuto, até se obter 300 °C. Nesta temperatura, se inicia a extração dos ligantes orgânicos como parafina e amida graxa. Visando evitar defeitos nas peças devido à remoção brusca dos mesmos, se adotou uma taxa de aquecimento de 3°C por minuto, entre 300°C e 600°C, final de extração. Após 600°C, a taxa de aquecimento voltou a ser de 10 °C por minuto até a temperatura de sinterização, 1125 °C, na qual é realizada patamar de 60 minutos. Ao final do patamar, as resistências são desligadas e o forno se resfria ao ar, com as amostras ainda em seu interior.

Os parâmetros deste ciclo foram determinados de acordo com estudos anteriores do laboratório para amostras ferrosas.

4.1.5. Usinagem

Os ensaios para medição de amortecimento mecânico em DMA foram realizados a partir de amostras engastadas unilateralmente, sendo a outra extremidade fixada no atuador mecânico do equipamento. Diferenças dimensionais acentuadas de espessura entre as extremidades resultariam em esforços torcionais, não esperados no procedimento, ocasionando grande variabilidade de comportamento entre as amostras.

De modo a se reduzir tal fonte de erros, as amostras utilizadas em DMA foram usinadas por eletroerosão à fio a partir de corpos de prova compactados. Tal técnica permite obter menor variabilidade dimensional, simultaneamente a ausência de deformações causadas no material, que influenciariam nas propriedades de amortecimento mecânico. A zona termicamente afetada pelo processo não possuía espessura significativa, conforme observado em ensaio metalográfico.

Os corpos de prova para análise em DMA foram usinadas de corpos de prova com 55mm de comprimento, 10mm de largura e espessura de 8mm, uma variação da geometria de amostras para ensaio de impacto tipo Charpy, com 10mm de espessura, originalmente, e que se encontra na norma MPIF 40. A menor espessura foi pensada para reduzir uso de material e minimizar gradientes de densidade interno.

Destes, amostras de $1,86 \pm 0,01$ mm de espessura foram obtidas, ao realizar passes com o fio de corte a partir da superfície do corpo de prova que estava em contato com a punção superior da prensa durante compactação. Desta forma, foi possível obter corpos de prova identificados de acordo com sua posição no *blank* original, de modo a se observar influência do gradiente de densidades resultantes da compactação uniaxial.

4.2. PROCESSOS DE CARACTERIZAÇÃO

4.2.1. Determinação da Densidade

Amostras cilíndricas com diâmetro de 10 mm e altura de variável entre 5 e 6 mm foram compactadas de acordo com o procedimento descrito acima. Tais amostras tiveram seu dimensional geométrico medido com auxílio de micrômetro (*Mitutoyo IP65*) e massa medida em balança (*Marte AL500C*).

Como há pouca ou nenhuma reação entre ferro e hBN, por meio da regra das misturas é possível obter a densidade teórica do material. Com as medidas dimensionais das amostras, bem como sua massa, se faz o cálculo de sua densidade real. A diferença entre ambas indica o percentual de porosidade na amostra.

A densidade real é determinada antes e após sinterização, e daí se pode avaliar o comportamento do material durante compactação e sinterização.

4.2.2. Microscopia Eletrônica de Varredura

A microscopia eletrônica de varredura (MEV e EDS) realizada em microscópio do próprio laboratório (*Tescan Veja 3*) foi utilizada para observar a morfologia dos grânulos obtidos, bem como sua integridade após a mistura com pó de ferro AHC 100.29.

Em outra etapa do trabalho, a técnica foi útil na análise de falhas de amostras submetidas ao ensaio de tração, realizadas em busca de mais informações a respeito do modo de falha do material.

4.2.3. Caracterização Microestrutural

A análise microestrutural foi realizada por meio de técnicas metalográficas quantitativas e qualitativas. As amostras possuíam 30mm de diâmetro e aproximadamente 6mm de espessura.

Para análise, foram seccionadas na seção transversal, ou seja, na direção da espessura da amostra, sendo embutidas em baquelite, e preparadas metalograficamente. Após lixamento, finalizado com abrasivos de 1200 *mesh*, se deu início a etapa de polimento. O primeiro A etapa de polimento foi realizada com tempo padrão de 60 segundos, com partículas de alumina de 1,0 μm , utilizando pressão levemente superior a usual. Ao final deste, as amostras passaram por ataque químico em solução de Nital 2% por 60 segundos, enxague e imersão em álcool etílico em béquer posicionado em ultrassom por 5 minutos. Após este procedimento, o polimento foi finalizado com solução de alumina de 0,3 μm por 30 segundos.

Este procedimento é necessário para correta representatividade dos poros e do estoque de hBN na metalografia. A baixa resistência mecânica da matriz e sua ductilidade resultam em deformação plástica desta pelas partículas abrasivas de lixa e polimento, que encobre poros e segunda fase. O ataque químico ocorre preferencialmente em regiões de maior deformação, daí sua utilização entre as etapas de polimento, permitindo revelar regiões encobertas, mas de maneira excessiva. A etapa final do polimento “corrige” eventuais excessos.

Devido a não reflexão da luz, os estoques de hBN possuem cor preta quando observado em microscópio, similar a dos poros. O procedimento de polimento descrito acima é validado por meio da comparação de resultados de análise de imagens da amostra, onde se obtém o percentual de fases escuras real com o somatório do percentual de porosidade e de nitreto hexagonal de boro na amostra. Se aceita discrepâncias de até 2% entre o valor observado em microscópio e o calculado.

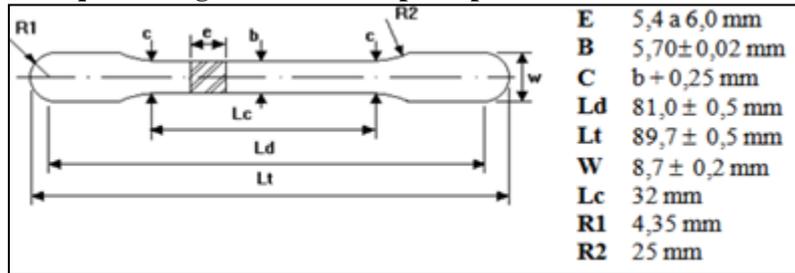
Após a preparação, as amostras foram analisadas em microscópio ótico (*Leica DM4000/DFC450*).

4.2.4. Ensaio de tração

Os ensaios de resistência à tração dos materiais foram realizados de acordo com as normas MPIF 60, que trata da preparação dos corpos de prova obtidos por metalurgia do pó para ensaios de tração, cuja geometria pode ser observada na Erro! Fonte de referência não encontrada.. Esta norma é complementar à MPIF 10, norma de ensaios de tração para materiais manufaturados por metalurgia do pó, que por sua vez é embasada pela norma ASTM E8, de ensaios de tração para materiais metálicos. Os materiais foram ensaiados em uma máquina universal de ensaios mecânicos (*MTS CRITERION Model 45*), utilizando 8 corpos de prova para cada composição. A carga uniaxial foi empregada utilizando uma taxa de deformação de 0,05 mm/min e o ensaio foi interrompido imediatamente após a fratura da amostra. Um extensômetro (*MTS 632.11c-20*) foi acoplado aos corpos de prova para aferição mais precisa da deformação imposta, sendo removidos no início do regime de deformação plástica, para conservação do equipamento.

As propriedades avaliadas foram tensão de escoamento, limite de resistência a tração e deformação.

Figura 15 : Esquema da geometria do corpo de prova utilizado em ensaios de tração.



Fonte: (ASTM E8, 2016).

4.2.5. Caracterização do amortecimento

Como já comentado, optou-se pela caracterização do amortecimento mecânico por meio de ensaios em equipamento de análises dinâmico mecânicas. Utilizou-se uma máquina da empresa *Netszch*, modelo 242E, que possui duas células de carga, ambas de 12N. Uma delas é utilizada apenas para aplicar tensões estáticas prévias, enquanto outra é responsável pelo trabalho dinâmico.

De acordo com as condições informadas pelo fabricante e também da rigidez dos materiais, se optou pela configuração de ensaio em viga engastada (*single cantilever*). Tal arranjo é indicado para materiais mais rígidos, de acordo com tabela fornecida pela fabricante.

Não foi utilizada nenhuma carga estática, devido ao grande aumento de complexidade que se teria na análise comportamento do material quando submetidas às mesmas e ao já extenso escopo deste trabalho.

Os ensaios foram realizados na configuração *stress sweep*, que indica uma varredura de amplitudes de vibração por meio do controle da carga aplicada, em passos de 0,1N, no intervalo de 0-12N. Todos os ensaios foram realizados em frequência constante de 1 Hz e a temperatura foi controlada em 30 °C.

O fabricante afirma que o DMA possui uma sensibilidade ao amortecimento (em termos de $\tan \delta$, adimensional) igual a 1.10^{-4} e uma resolução igual a 1.10^{-5} .

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. CARACTERIZAÇÃO DE GRÂNULOS

A caracterização dos grânulos foi realizada após a manufatura e, também, após a mistura destes com o pó de ferro AHC 100.29. As figuras 16, 17 e 18 correspondem, respectivamente aos grânulos A, B, C, que contém respectivamente, 5, 15 e 30% de lubrificante sólido, em volume. Nas imagens a) e b) se observam os grânulos após sua manufatura, ou seja, após a etapa de granulação. As imagens c) e d) correspondem a morfologia das partículas após a mistura dos grânulos com pó de ferro AHC100.29, e buscam avaliar o material em etapa anterior a da compactação, onde a distribuição de tamanhos de partículas e outras características influenciam significativamente. A técnica BSE (“*Backscattered Eletrons*”) foi utilizada para prover maior contraste entre os diferentes materiais empregados.

Figura 16 : Imagens em MEV dos grânulos do lote A, antes e após mistura. a) Morfologia dos grânulos pré mistura. b) Organização das diferentes partículas que compõem o grânulo. c) Morfologia dos grânulos e pó de ferro AHC 100.29 após mistura. d) Organização das diferentes partículas constituintes do material.

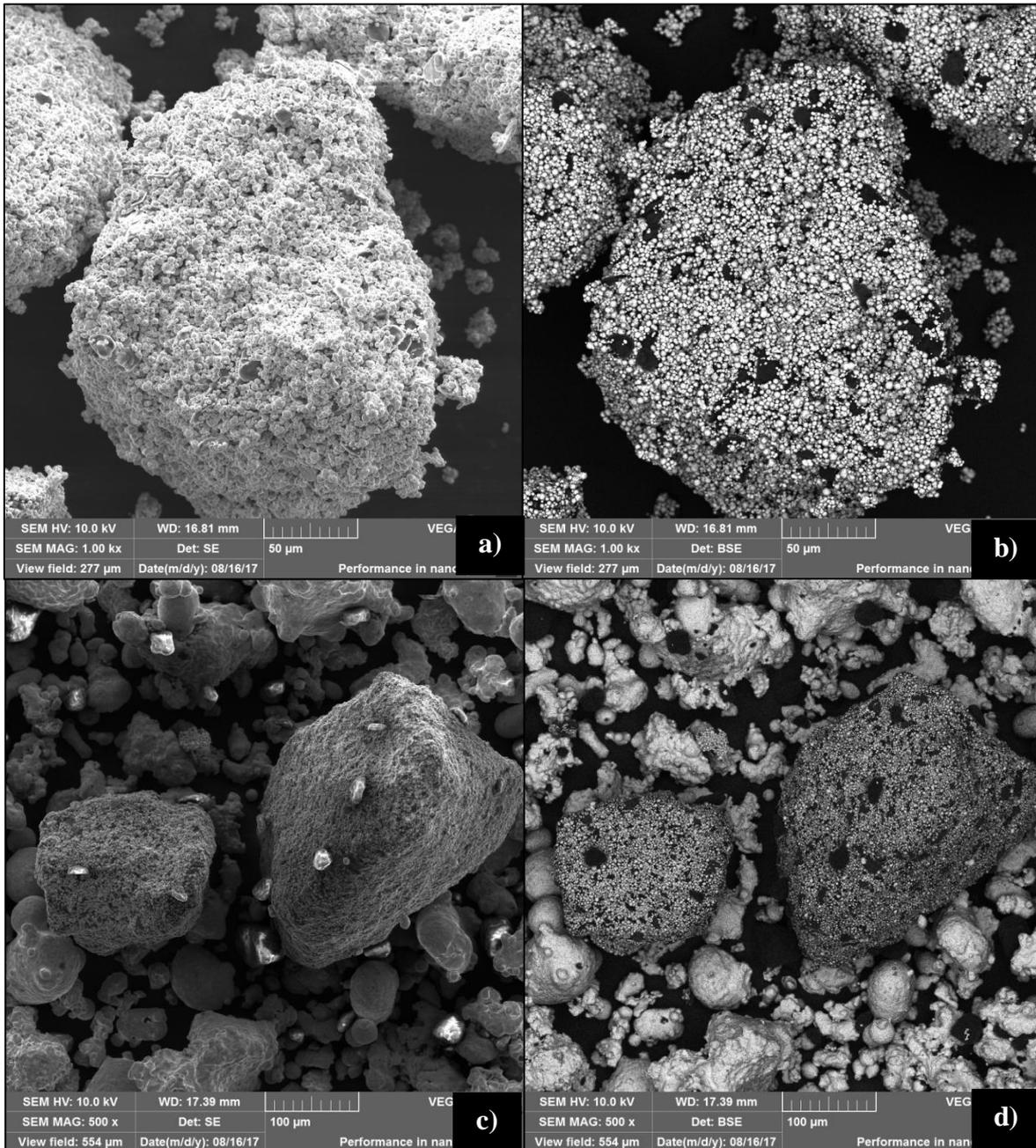


Figura 17 : Imagens em MEV dos grânulos do lote B, antes e após mistura. a) Morfologia dos grânulos pré mistura. b) Organização das diferentes partículas que compõem o grânulo. c) Morfologia dos grânulos e pó de ferro AHC 100.29 após mistura. d) Organização das diferentes partículas após a mistura.

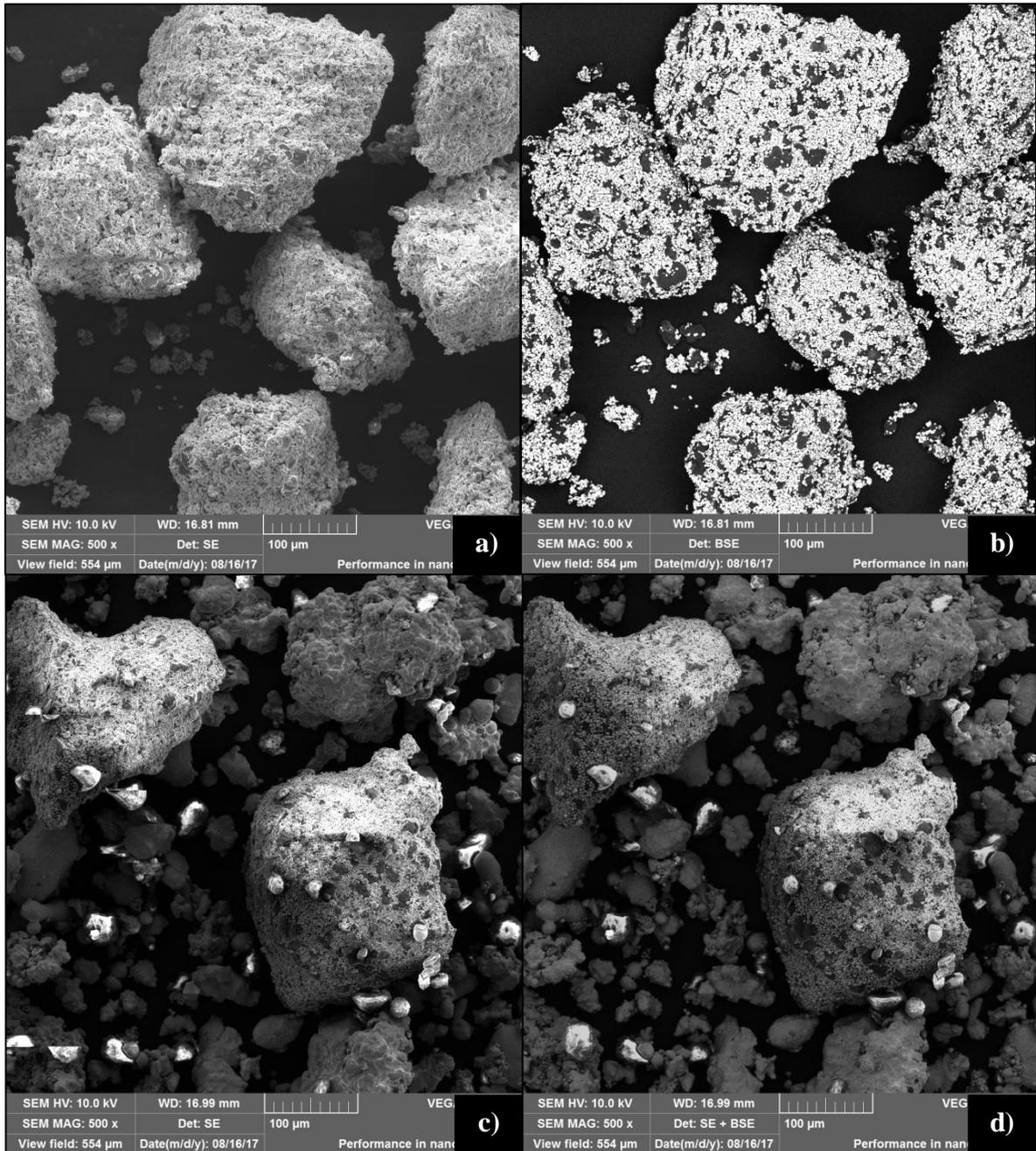
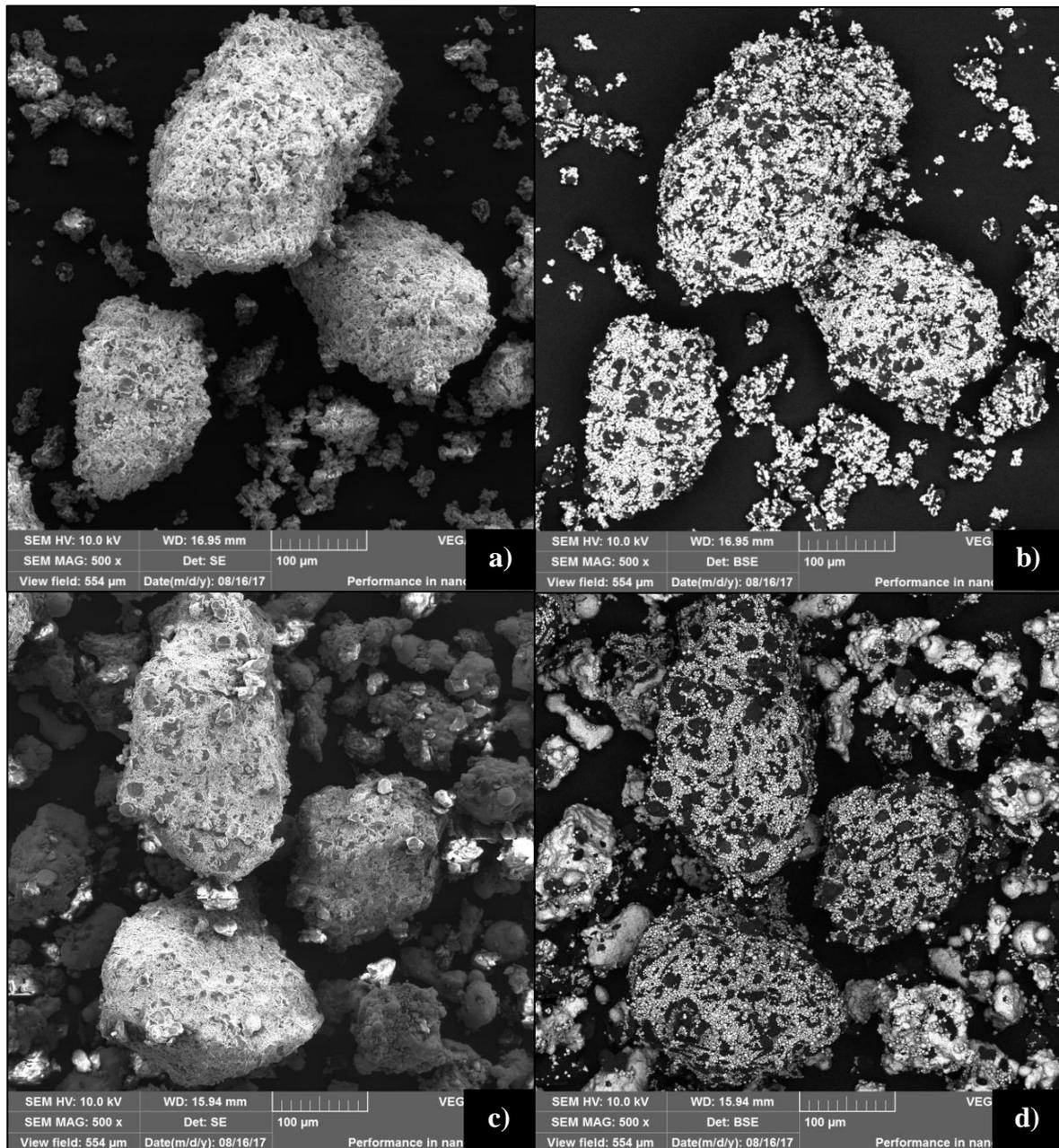


Figura 18 : Imagens em MEV dos grânulos do lote C, antes e após mistura. a) Morfologia dos grânulos pré mistura. b) Organização das diferentes partículas que compõem o grânulo. c) Morfologia dos grânulos e pó de ferro AHC 100.29 após mistura. d) Organização das diferentes partículas após a mistura.



Fonte: Autoria Própria

Todas as composições de grânulos possuem características similares, o que possibilita conclusões comuns sobre estes.

As imagens a) são úteis para se observar a morfologia dos grânulos. Nota-se que não são esferoidais, apresentando faces discretamente definidas. Tal característica pode ser resultante do processo manual de tamboreamento, e também da etapa de fragmentação.

Em b), o contraste apresentado permite observar melhor os diferentes materiais componentes das partículas. As plaquetas em cor preta correspondem ao hBN 6004, enquanto as esferas, de cor cinza claro, são de ferro BM. Nota-se o desprendimento de pedaços dos grânulos, originando partículas menores do que

75 μm , mesmo após o peneiramento. A composição percentual dos constituintes nos grânulos está de acordo com o percentual dos materiais iniciais utilizados, e estes se encontram distribuídos homogeneamente.

As imagens c) representam a morfologia dos grânulos e pós de ferro AHC 100.29, após mistura de ambos com lubrificante orgânico acrawax. A presença deste último gera carregamento eletroestático na imagem, prejudicando a qualidade das mesmas. No entanto, é possível observar que as partículas de ferro AHC100.29 apresentam irregularidades e imperfeições, resultantes do processo de atomização à água, e pós processamento de recozimento e redução. Também se nota uma menor irregularidade na superfície dos grânulos em comparação com sua condição prévia, possivelmente devido à interação e choques mecânicos durante a mistura.

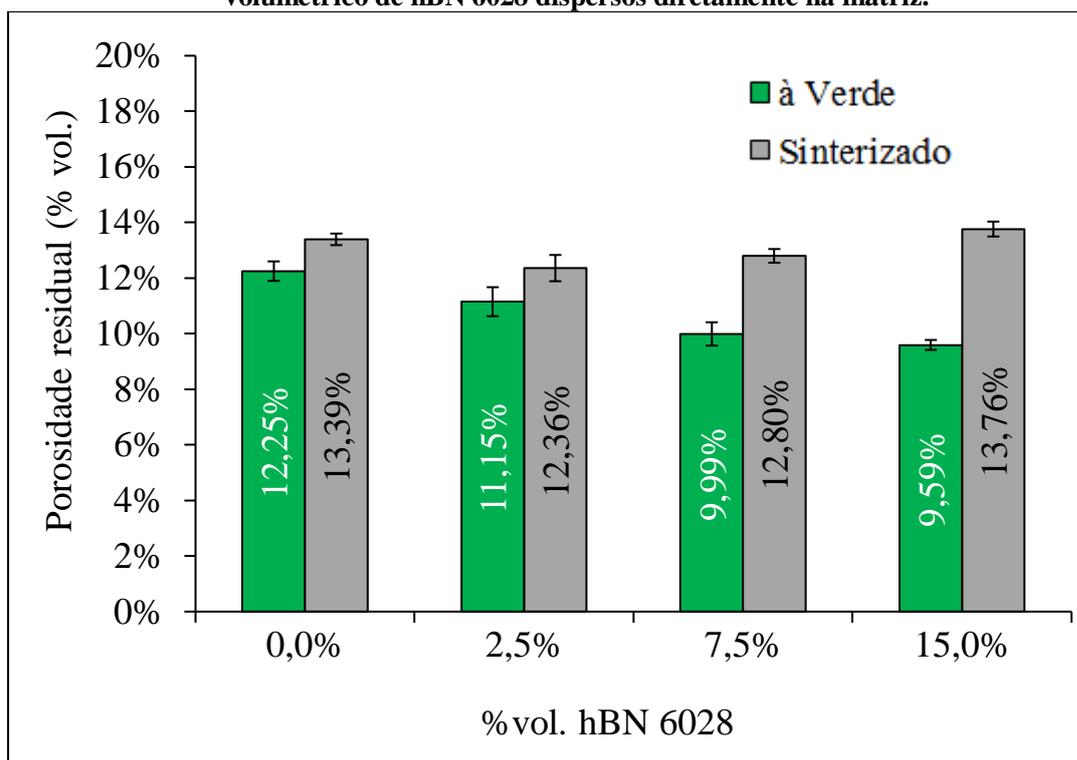
As imagens em d) permitem observar melhor as partículas de ferro BM e hBN 6004, desprendidas de grânulos, principalmente aquelas contrastando com as partículas de ferro AHC 100.29. Tal fato indica que parte dos grânulos não possui coesão suficiente para manter a integridade durante o processo de mistura.

5.2. DENSIDADE GEOMÉTRICA

Medidas de densidade foram obtidas por meio de avaliação geométrica e de massa das amostras à verde e sinterizadas, conforme descrito no tópico 4.2.1. A razão entre a densidade medida experimentalmente e a densidade teórica das amostras, calculada por meio da regra das misturas, permite acessar a densidade relativa percentual. Tal valor tende a ser menor do que 100% devido ao percentual volumétrico de poros contido no material. A diferença é o valor de porosidade contido nos teriais.

O gráfico na Figura 19 elenca os valores de porosidade obtidos para os materiais com hBN disperso diretamente na matriz.

Figura 19 : Percentual de poros residuais de materiais de acordo com percentual volumétrico de hBN 6028 dispersos diretamente na matriz.



Fonte: Autoria própria

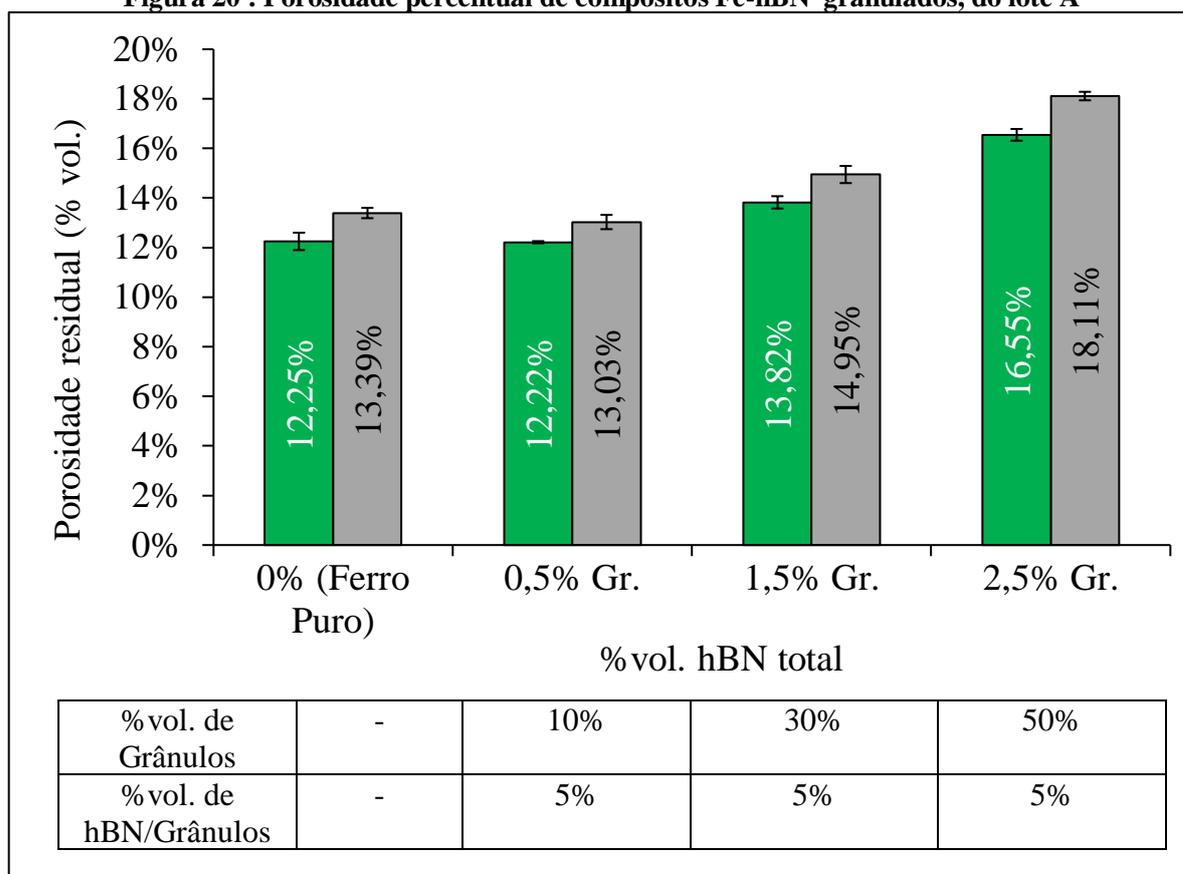
Ao se comparar as porosidades de um mesmo material a verde e após sinterização, se nota determinado “aumento” de porosidade. Este fato se deve a não contabilização do lubrificante orgânico (Acrawax), presente no corpo à verde, no cálculo de densidade teórica, já que este é eliminado durante tratamento térmico e não está presente nas amostras sinterizadas.

O nitreto hexagonal de boro também é um lubrificante, atuando para redução das forças de atrito existentes na compactação. Este comportamento é observável na tendência a redução de porosidade das amostras à verde, quando há aumento do percentual de hBN no material.

A mesma tendência não é observada na porosidade dos corpos de prova sinterizados. O hBN se cisalha durante a compactação, reduzindo os pontos de contato entre as partículas de ferro, prejudicando a densificação que supostamente ocorreria durante a sinterização. Desta forma, há aumento da porosidade dos sinterizados com o aumento do teor de hBN.

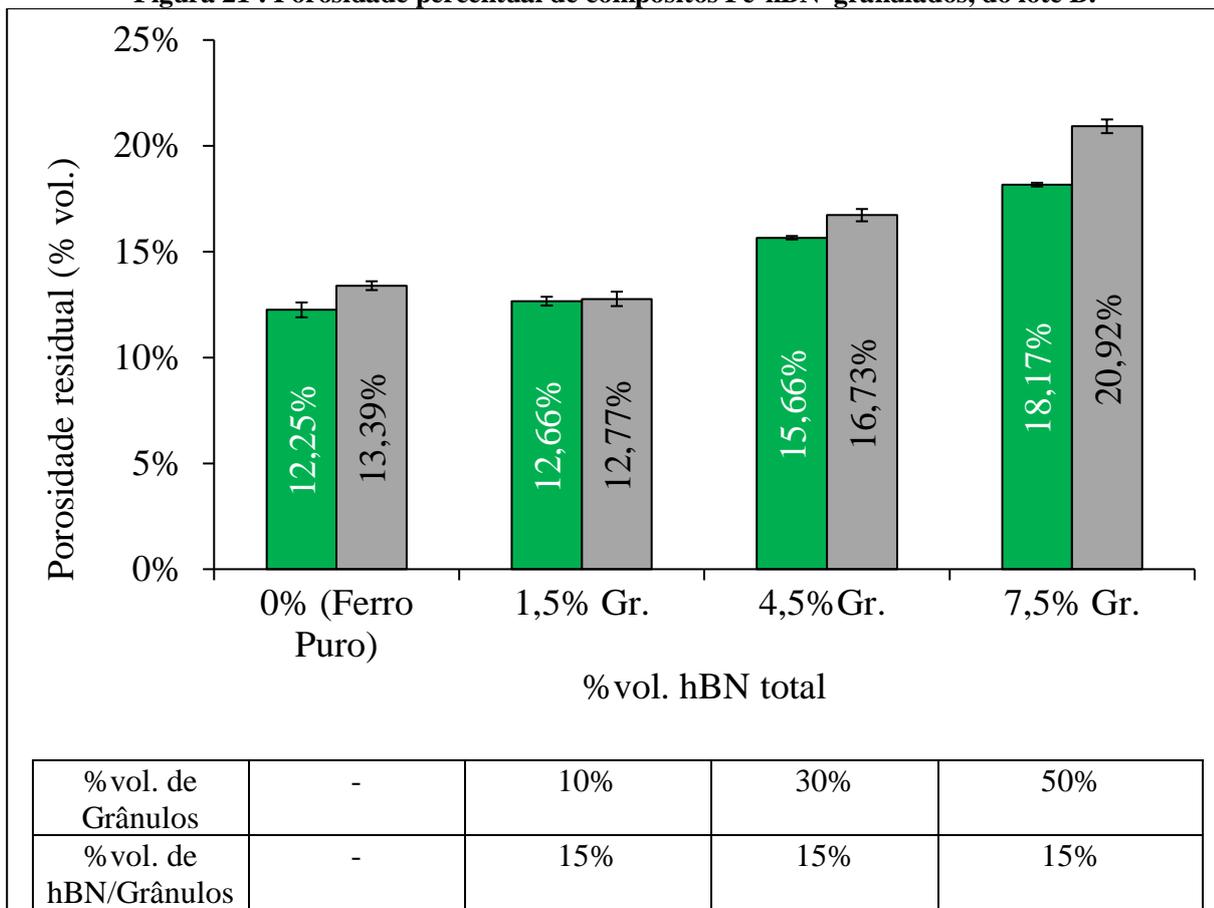
As Figura 20 Figura 21 Figura 22 a seguir contém gráficos de porosidade residual dos materiais contendo hBN granulado previamente. O percentual de hBN final no material é composto por meio do percentual de hBN nos grânulos e pelo percentual de grânulos no material final. Os grânulos A, B e C possuem 5,15 e 30% vol. de hBN 6004 em sua composição.

Figura 20 : Porosidade percentual de compósitos Fe-hBN granulados, do lote A



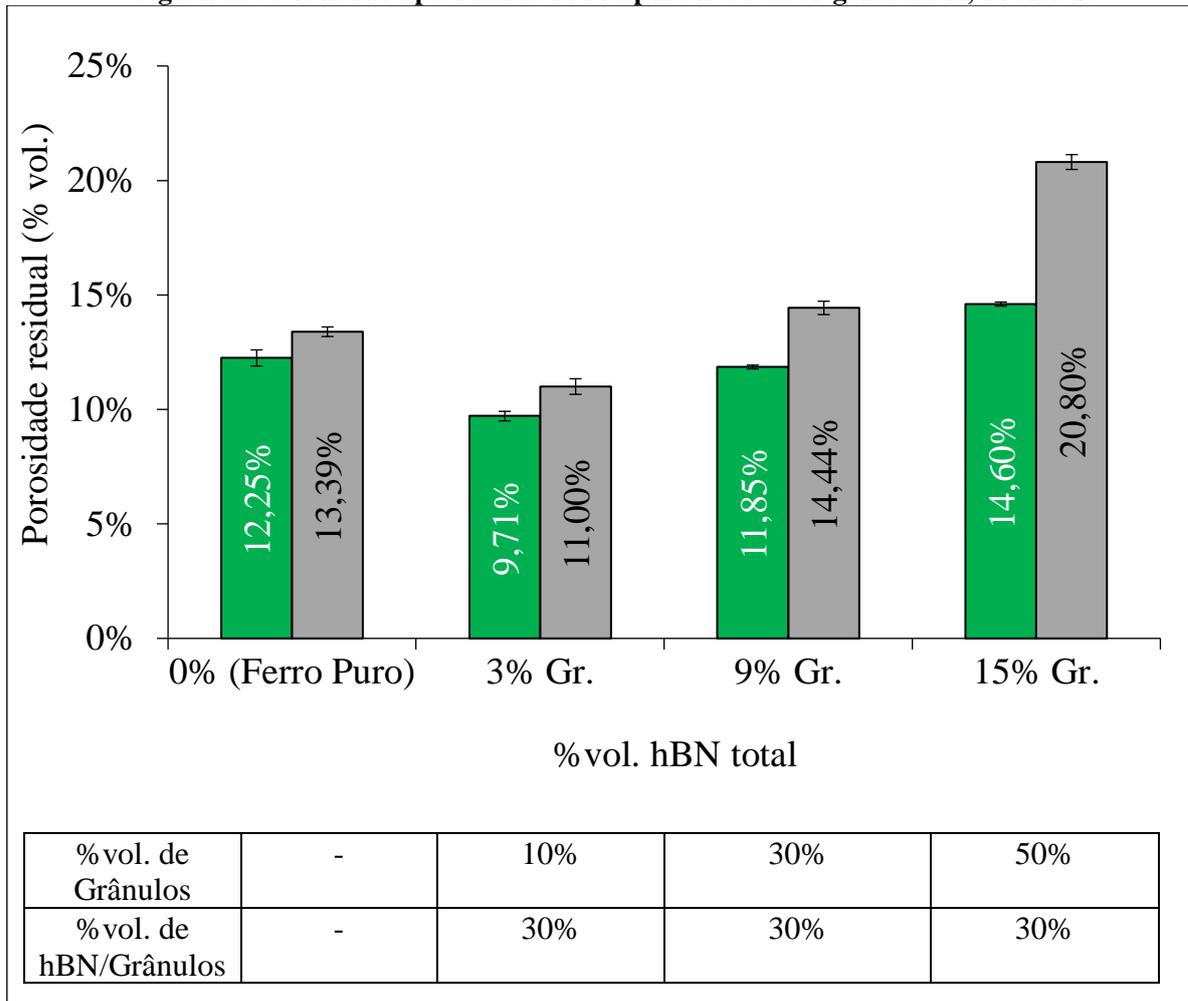
Fonte: Autoria própria.

Figura 21 : Porosidade percentual de compósitos Fe-hBN granulados, do lote B.



Fonte: Autoria própria.

Figura 22 : Porosidade percentual de compósitos Fe-hBN granulados, do lote C.



Fonte: Autoria própria.

O aumento do teor de grânulos no material resulta em aumento tanto da porosidade à verde quanto do sinterizado. O aumento da porosidade à verde, com aumento do percentual final de hBN, é contrário ao comportamento encontrado quando este é adicionado diretamente à matriz, quando se observa redução da porosidade à verde.

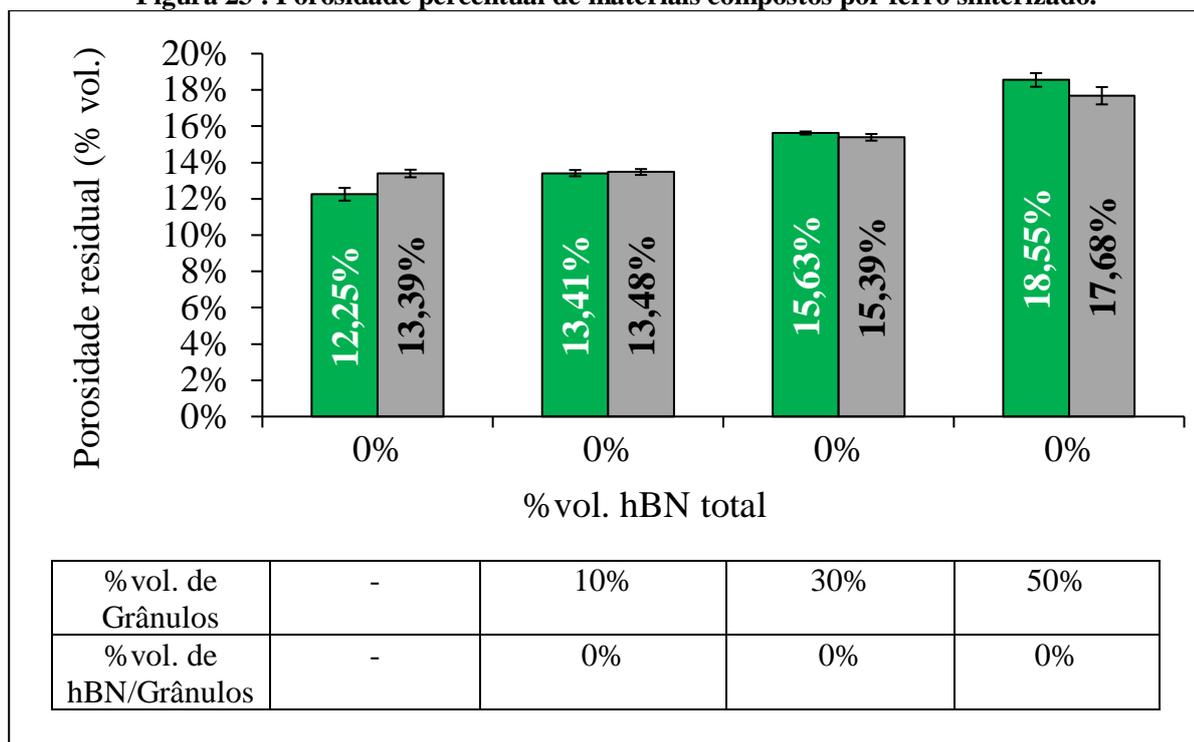
Alguns fatores podem contribuir para tal comportamento:

- A distribuição de tamanho dos grânulos, bem como a presença das partículas desprendidas de grânulos, pode influenciar negativamente no empacotamento das partículas durante compactação.
- O hBN, quando contido nos grânulos, pode não reduzir tão significativamente o atrito durante a compactação já que não se encontra tão distribuído homoganeamente como quando disperso diretamente.
- Partículas de Fe BM, que por apresentam maior área de contato com outras adjacentes, pode gerar maior atrito durante a compactação, apesar da maior reatividade durante sinterização.

Novamente se nota que, com a sinterização, há “aumento” de porosidade do material. Além do lubrificante orgânico utilizado, durante o processamento térmico há também a extração da parafina contida nos grânulos, implicando nesta falsa percepção de aumento de porosidade.

A fim de se melhor entender a influência dos grânulos na densificação dos corpos de prova, foram manufaturados grânulos de tipo D, contendo apenas Fe BM, posteriormente adicionados ao pó de ferro AHC 100.29. O resultado da porosidade final do material está resumido no gráfico contido na Figura 23.

Figura 23 : Porosidade percentual de materiais compostos por ferro sinterizado.



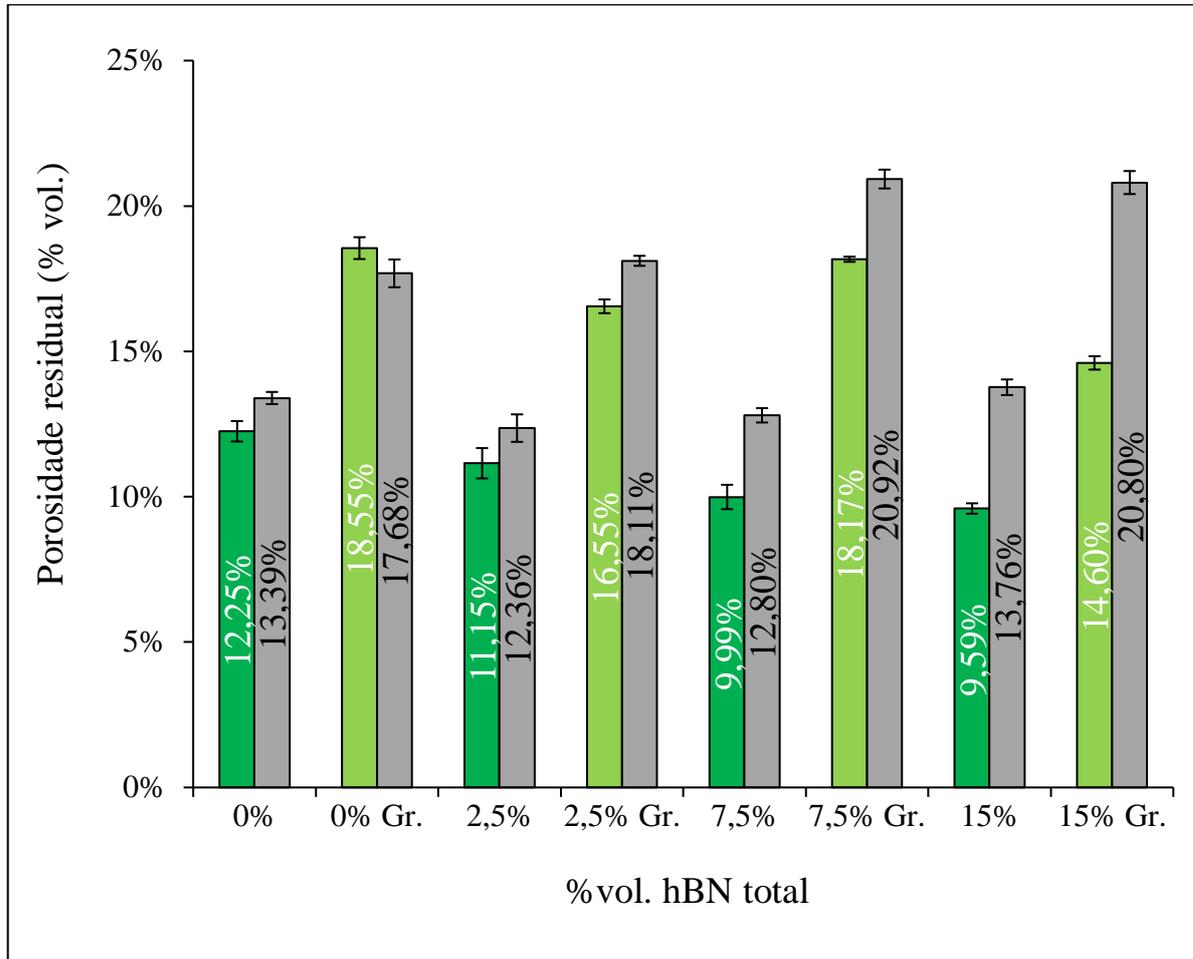
Fonte: Autoria própria.

Observa-se, na Figura 23, que o aumento de percentual volumétrico de grânulos no material implica em aumento da porosidade em ambas as condições. Como não há hBN nos grânulos, o efeito deletério deste durante a sinterização não é observado nestes materiais. Além disso, por terem maior área superficial, as partículas de ferro contidas no grânulo são mais reativas, favorecendo a densificação do material. Espera-se uma menor porosidade do sinterizado conforme se aumenta o percentual de grânulos de Fe BM.

No entanto, se nota que com aumento do percentual volumétrico, há aumento da porosidade do material tanto à verde como sinterizado. A tendência de aumento da porosidade à verde indica que a utilização de grânulos dificulta a compactação. Uma possível explicação seria o cisalhamento dos grânulos entre as partículas maiores de ferro, dificultando a deformação mecânica destas, implicando em redução da densidade à verde. A porosidade do sinterizado também aumenta, como consequência do aumento de porosidade à verde.

A Figura 24 apresenta um gráfico de porosidade residual para materiais contendo mesmo teor de hBN, mas nas versões com granulação prévia (em verde claro, com rótulos Gr.) comparadas com amostras contendo hBN disperso diretamente (em verde escuro).

Figura 24 : Porosidade de materiais com diferentes percentuais de hBN, granulado e disperso diretamente.



Fonte: Autoria própria.

Os materiais contendo granulados apresentam maior porosidade a verde que seus similares contendo hBN disperso diretamente ou sem grânulos. O mesmo é verdade para porosidade de sinterizados, exceto para ferro puro, onde a ausência de hBN e a presença de partículas mais reativas favorecem a densificação.

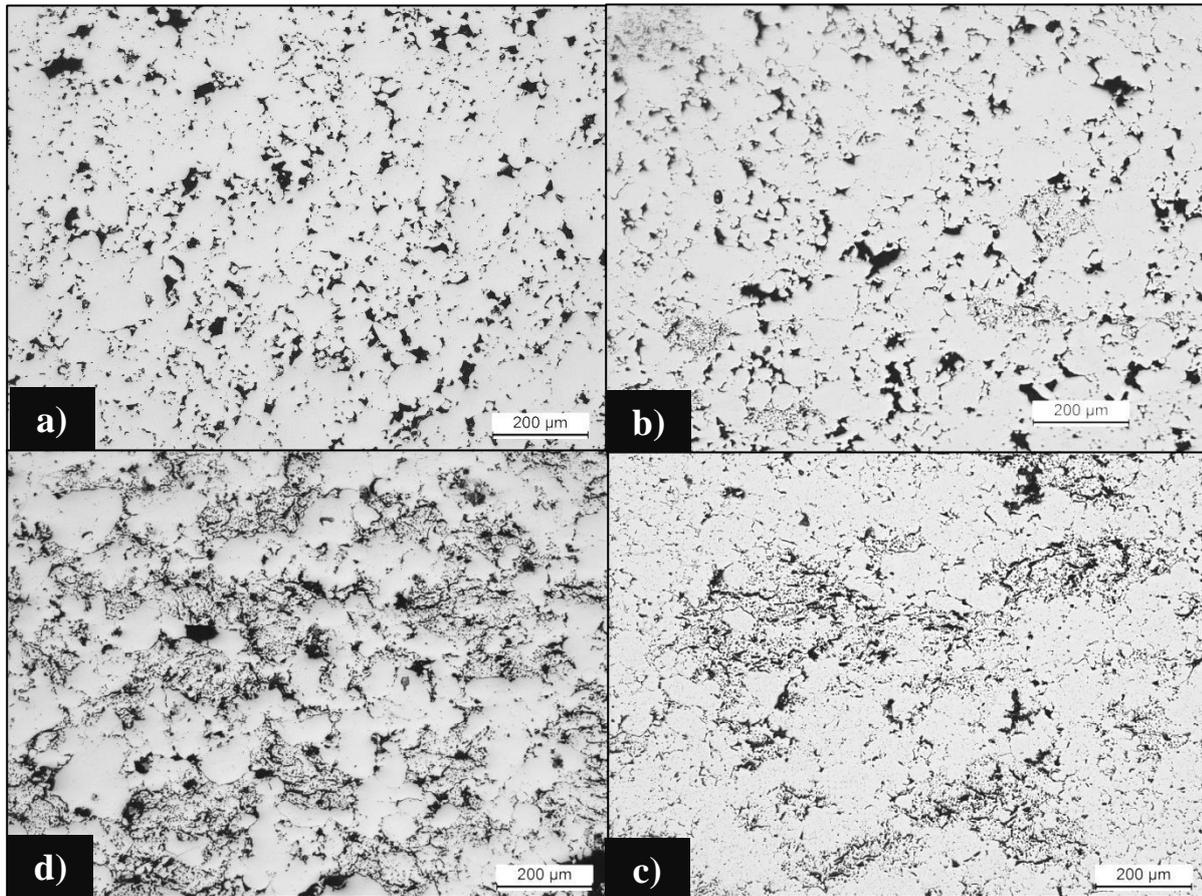
5.3. ANÁLISE METALOGRAFICA

As Figuras 25, 26 e 27 são representativas dos materiais de classe A. A Tabela 5 detalha a composição dos diferentes materiais, a fim de facilitar a interpretação dos mesmos.

Tabela 5 : Composição detalhada dos materiais contendo grânulos do tipo A.

Material	% vol. de hBN nos grânulos	% vol. de grânulos no material	% vol. final de hBN
Ferro puro	-	-	0%
A1	5%	10%	0,5%
A2	5%	30%	1,5%
A3	5%	50%	2,5%

Figura 25 : Em sentido horário, a)Ferro puro, b)A1, c)A2 e d)A3.



Fonte: Autoria própria.

Os comentários a seguir se referem à Figura 25. Em a), representativo de ferro puro sinterizado, nota-se a presença de poros ao se observar a fase de cor escura.

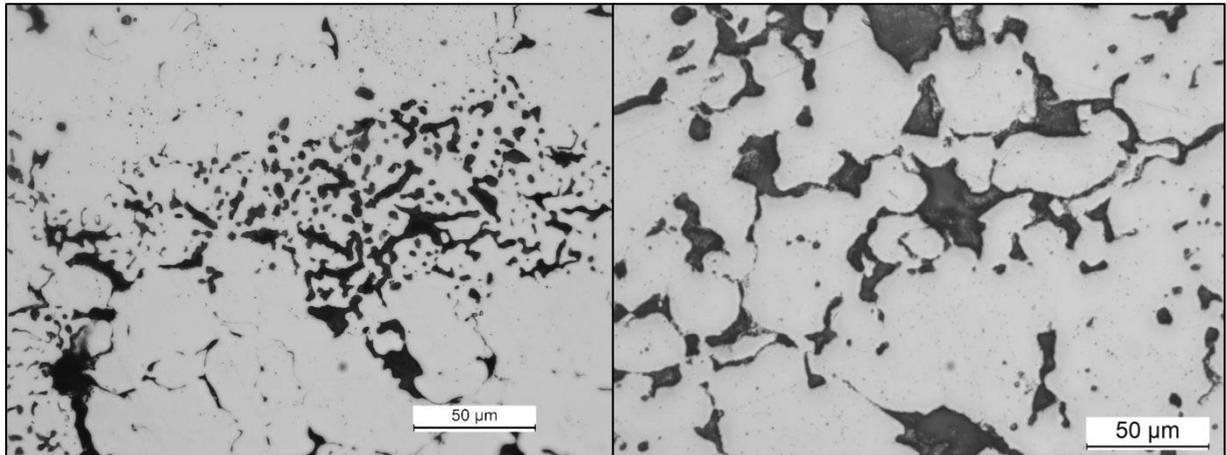
Em b), representativa do material A1, se observa pequeno percentual de grânulos distribuídos na matriz, nas regiões onde há uma concentração de pontilhados escuros. Nota-se também a presença de fases escuras, de maior dimensão, identificando os poros.

O maior volume de grânulos no material permite distingui-los melhor na microestrutura em c). Nota-se o encontro de dois ou mais grânulos no material, o que deve reduzir as propriedades mecânicas do material, visto que o livre caminho médio entre os estoques de lubrificantes sólidos diminui.

A tendência de encontro dos grânulos na matriz é intensificada em d). O maior percentual volumétrico de grânulos facilita esta ocorrência.

A Figura 26 é representativa de materiais com mesmo percentual de hBN, porém arranjados de modos diferentes.

Figura 26 : Imagem dos estoques de hBN. 2,5%vol., granulado à esquerda e disperso diretamente à direita.

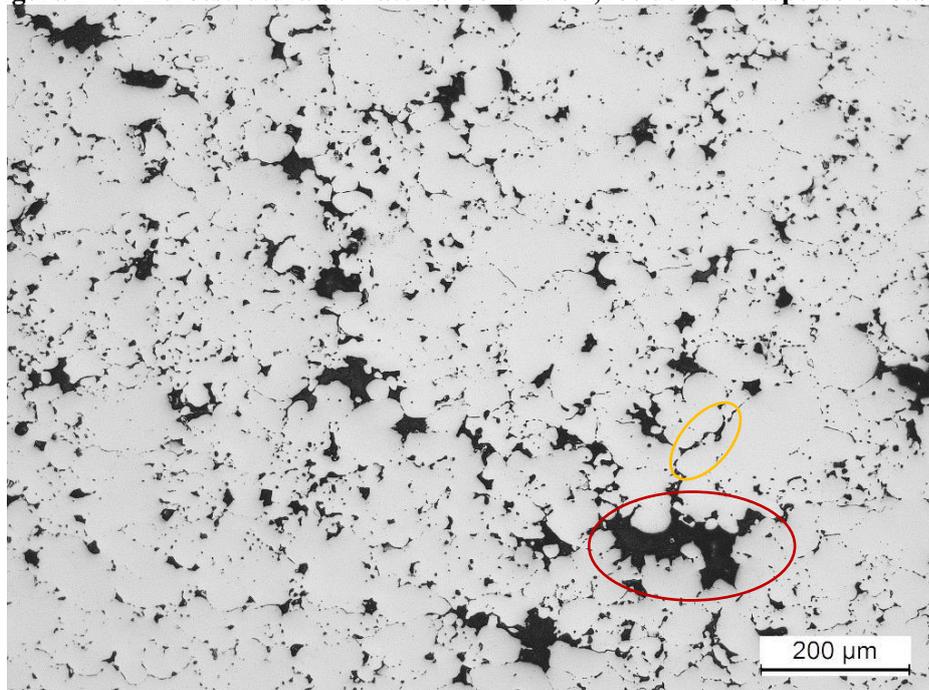


Fonte: Autoria própria.

Os grânulos A não são totalmente homogêneos, como se observa na Figura 26 à esquerda. Há algumas concentrações de hBN dentro do grânulo, formando estoques mais compridos. Tal característica pode ser originária da compactação do material, que provoca cisalhamento do lubrificante. Nas imagens em MEV dos grânulos A, não se observava regiões de concentração de hBN.

O hBN disperso diretamente gera estoques concentrados de dimensões muito maiores que as encontradas nos materiais granulados. Tal morfologia promove menor interface entre a matriz de ferro e os estoques de lubrificante sólido (Figura 26 à direita).

Figura 27 : Microestrutura de material contendo 2,5% de hBN disperso diretamente.



Fonte: Autoria própria.

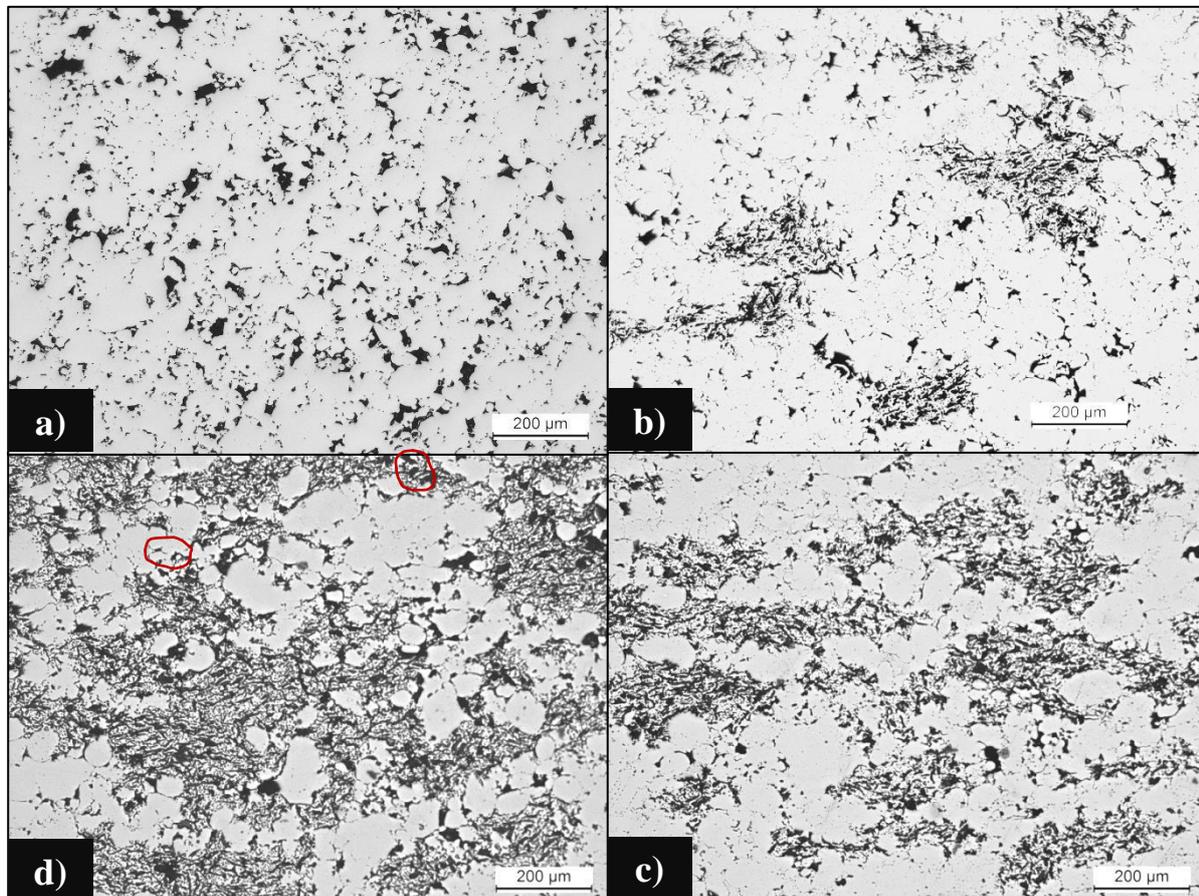
Na Figura 27, é possível notar os defeitos de grandes dimensões (destacadas em vermelho), bem como o cisalhamento de hBN entre as partículas de ferro (destacadas em laranja).

As imagens metalográficas dos materiais do lote B estão dispostas nas Figuras 28, 29 e 30. A Tabela 6 indica a composição, em detalhes, dos materiais caracterizados.

Tabela 6: Composição detalhada dos materiais contendo grânulos do tipo B.

Material	% vol. de hBN nos grânulos	% vol. de grânulos no material	% vol. final de hBN
Ferro puro	-	-	0%
B1	15%	10%	1,5%
B2	15%	30%	4,5%
B3	15%	50%	7,5%

Figura 28 : Em sentido horário, a)Ferro puro, b)B1, c)B2 e d)B3. Sem ataque.



Fonte: Autoria própria.

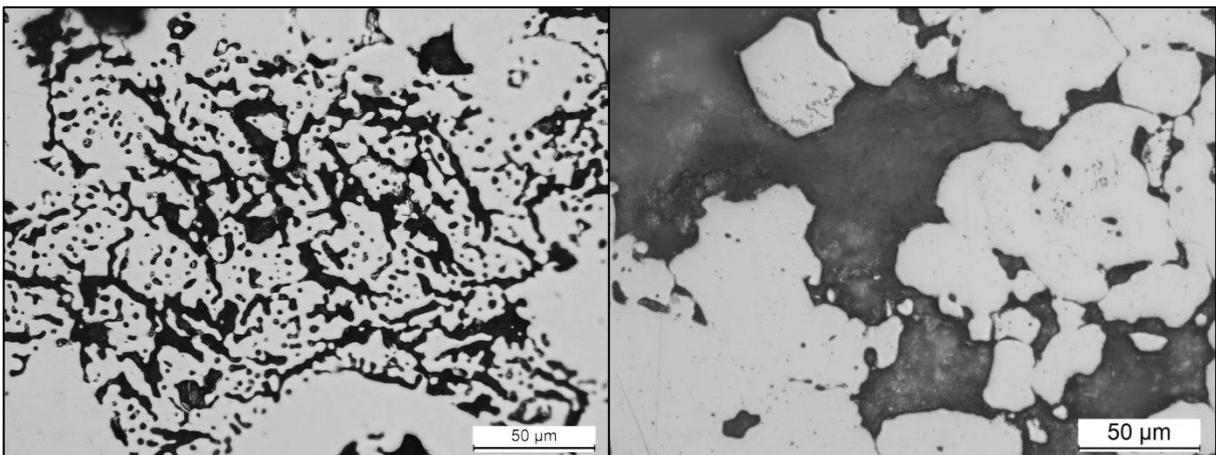
O maior percentual de hBN nos grânulos B facilita a localização destes nas imagens. Enquanto o lubrificante sólido se organizava de uma forma “pontilhada” nas amostras do lote A, no lote B o hBN é agrupado, também, sob a forma de veios, melhor observado na imagem Figura 28, b).

Outro aspecto que se nota é o achatamento dos grânulos, na direção perpendicular ao do eixo de aplicação da pressão, durante compactação. O mesmo também ocorre para os materiais do lote A, porém, este fato é mais facilmente percebido quando há maior percentual de hBN nos grânulos.

Por fim, algumas partículas de ferro AHC 100.29 se encontram circundadas por fases escuras, que acabam por enfatizar sua geometria esferoidal inicial, possibilitando notar este fato; principalmente quando se comparam as imagens nas Figuras 28 a) e d). Estas fases escuras são características da porosidade ou partículas de hBN, e permitem observar onde os “*necks*” se formaram durante a sinterização. Quanto maior o percentual de grânulos no material, mais facilmente as partículas de AHC 100.29 são identificadas, devido a menor formação de “*necks*” durante a sinterização. Isto é ressaltado quando se observa partículas de ferro esferoidais, como as destacadas em vermelho, que mantém a característica esférica por não haver continuidade com outras partículas. Esta continuidade é observada na Figura 28 a), onde a sinterização não é prejudicada pelo hBN.

A Figura 29 apresenta, em maior detalhe, os estoques de hBN em materiais contendo 7,5% vol. de lubrificante sólido.

Figura 29 : Imagem dos estoques de hBN. 7,5%vol., granulado à esquerda e disperso diretamente à direita. Sem ataque.

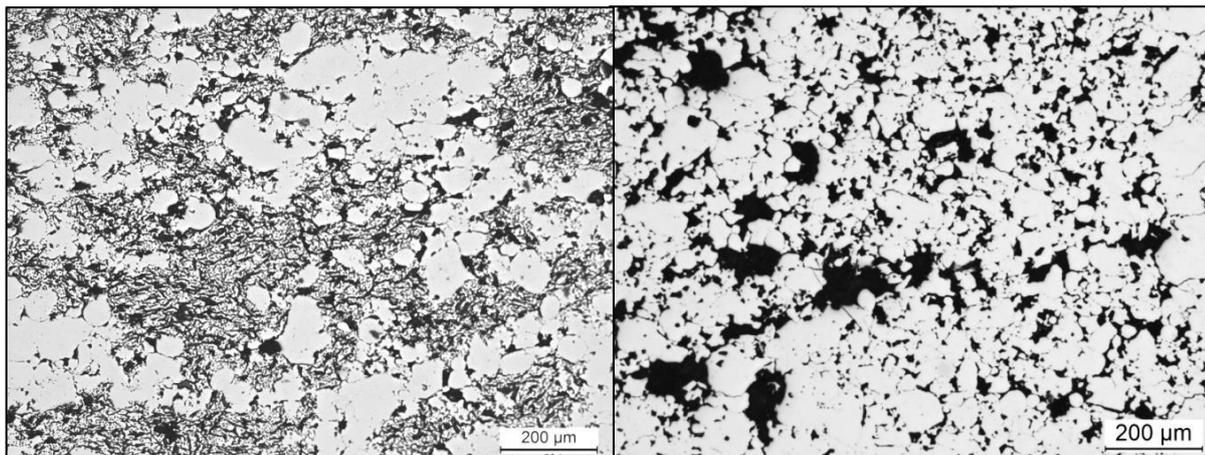


Fonte: Autoria própria.

Os estoques em formato de veios e pontilhados, observados na Figura 29, à esquerda, característicos dos materiais do lote B são ainda bem menores, em área, do que os estoques de hBN quando dispersos diretamente (Figura 29 à direita).

A Figura 30 apresenta microestruturas de materiais contendo 7,5% de hBN, com diferentes modos de arranjo.

Figura 30 : Microestrutura de materiais contendo 7,5% de hBN, granulado à esquerda e disperso diretamente à direita. Sem ataque.



Fonte: Autoria própria.

As amostras apresentam diferentes padrões de arranjo de hBN em sua estrutura. O material contendo grânulos (Figura 30, à esquerda) possui menor continuidade da matriz que o material com hBN disperso diretamente (Figura 30 à direita).

O primeiro fator que pode explicar o observado são as partículas desprendidas dos grânulos. Tais partículas são menores que os pós de ferro AHC 100.29 e os grânulos manufacturados, desta forma tendem a formar a fase contínua na matriz, ao ocuparem os espaços entre as partículas maiores.

Apesar do hBN 6028 também ser um grânulo, de partículas menores de hBN puro, o mesmo apresenta maior coesão que os grânulos manufacturados com hBN 6004 e Fe BM. Deste modo, se observa na Figura 30, à direita, um menor número de partículas de ferro puro esferoidais, ou seja, com pouca ou nenhuma formação de “*necks*”. Isto também contribui para a menor densificação do material granulado frente ao disperso diretamente. Além disso, a microestrutura da Figura 30 à esquerda possui cerca de 8% a mais de porosidade.

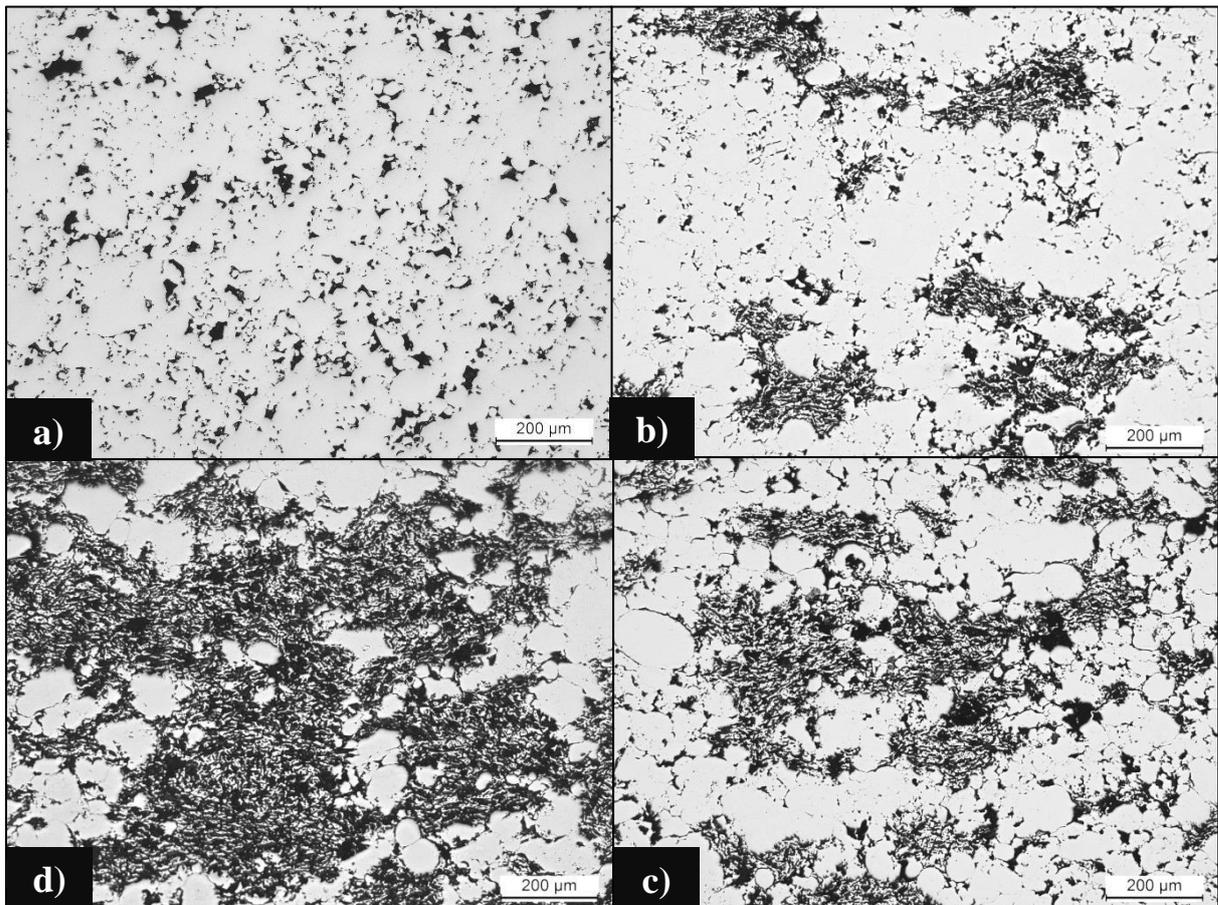
As imagens metalográficas dos materiais do lote C estão dispostas nas Figuras 31, 32 e 33. A Tabela 7 indica a composição, em detalhes, dos materiais caracterizados.

Tabela 7 : Composição detalhada dos materiais contendo grânulos do tipo C.

Material	% vol. de hBN nos grânulos	% vol. de grânulos no material	% vol. final de hBN
Ferro puro	-	-	0%
C1	30%	10%	3%
C2	30%	30%	9%
C3	30%	50%	15%

Fonte: Autoria própria.

Figura 31 : Em sentido horário, a)Ferro puro, b)C1, c)C2 e d)C3. Sem ataque.

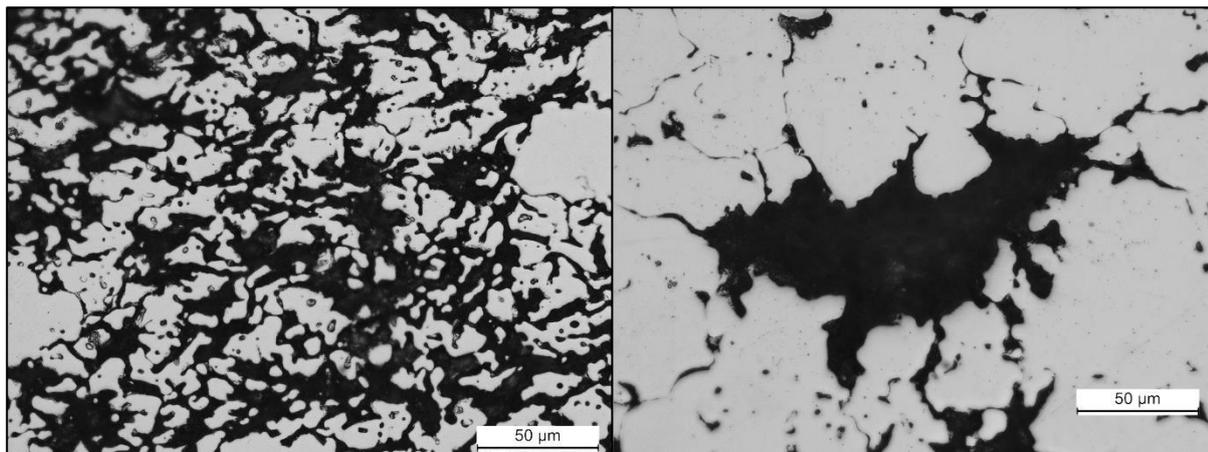


Fonte: Autoria própria.

Os comentários a seguir se referem as imagens contidas na Figura 31. A interface entre grânulo e matriz metálica se torna mais definida devido ao maior percentual de hBN, facilitando a percepção do contorno dos grânulos. O maior percentual de hBN também reduz a superfície de ancoramento de grânulos com a matriz, já que o mesmo é resultante dos “*necks*” formados entre as partículas de ferro do grânulo com as partículas de ferro da matriz. Isto é percebido principalmente nas imagens a) e d).

Há maior percepção de conexões entre os grânulos. O lubrificante sólido facilita o cisalhamento dos grânulos durante compactação, devido à redução de atrito entre as partículas de ferro de pequeno tamanho e também a pequena resistência mecânica do hBN. Desta forma, pode haver maior deformação dos grânulos na direção perpendicular ao de aplicação de tensão, possibilitando maior contato entre estes, observado mais facilmente em b).

Figura 32 : Imagem dos estoques de hBN. 15%vol., granulado à esquerda e disperso diretamente à direita. Sem ataque.

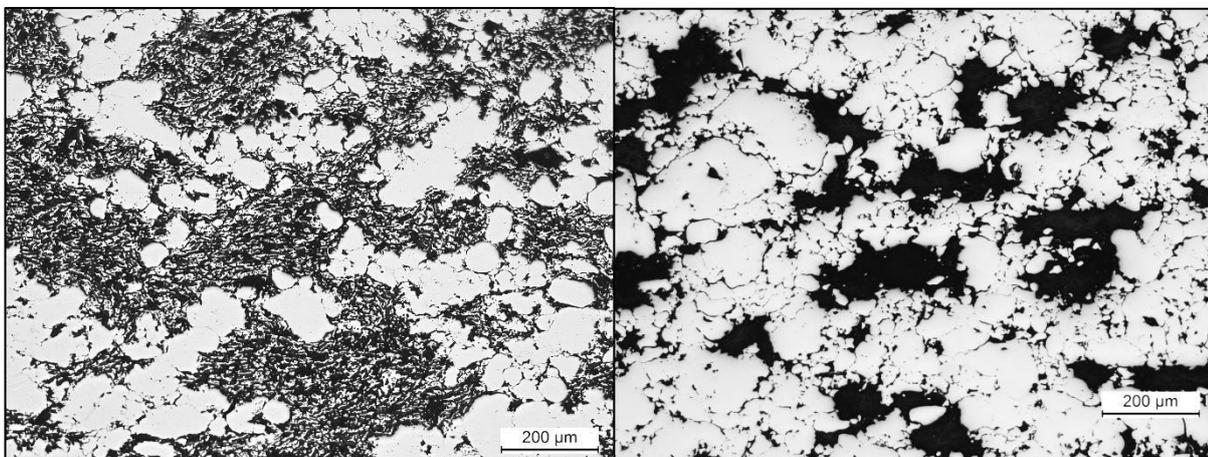


Fonte: Autoria própria.

O padrão de arranjo do hBN dentro dos grânulos é novamente modificado. Os veios se tornam mais volumosos e perdem a morfologia angular; há maior grau de interconexão entre os mesmos, e se torna difícil definir se ferro ou hBN constituem a fase contínua, como percebido na Figura 32, à esquerda.

Partículas pequenas de ferro de menor tamanho (10 µm), são encontradas dentro dos estoques de hBN, isoladas ou sinterizadas em agrupamentos de pequeno tamanho.

Figura 33 : Microestrutura de materiais contendo 15% de hBN, granulado à esquerda e disperso diretamente à direita. Sem ataque.



Fonte: Autoria própria.

Regiões livres de hBN parecem ter maior área no material com hBN disperso diretamente, já que os estoques ficam mais concentrados (Figura 33 à direita). Considerando os 30% em volume dentro dos grânulos, os defeitos estruturais resultantes da presença de hBN são mais presentes no material granulado (Figura 33 à esquerda). A presença dos grânulos também implica em uma porosidade resultante 7% maior.

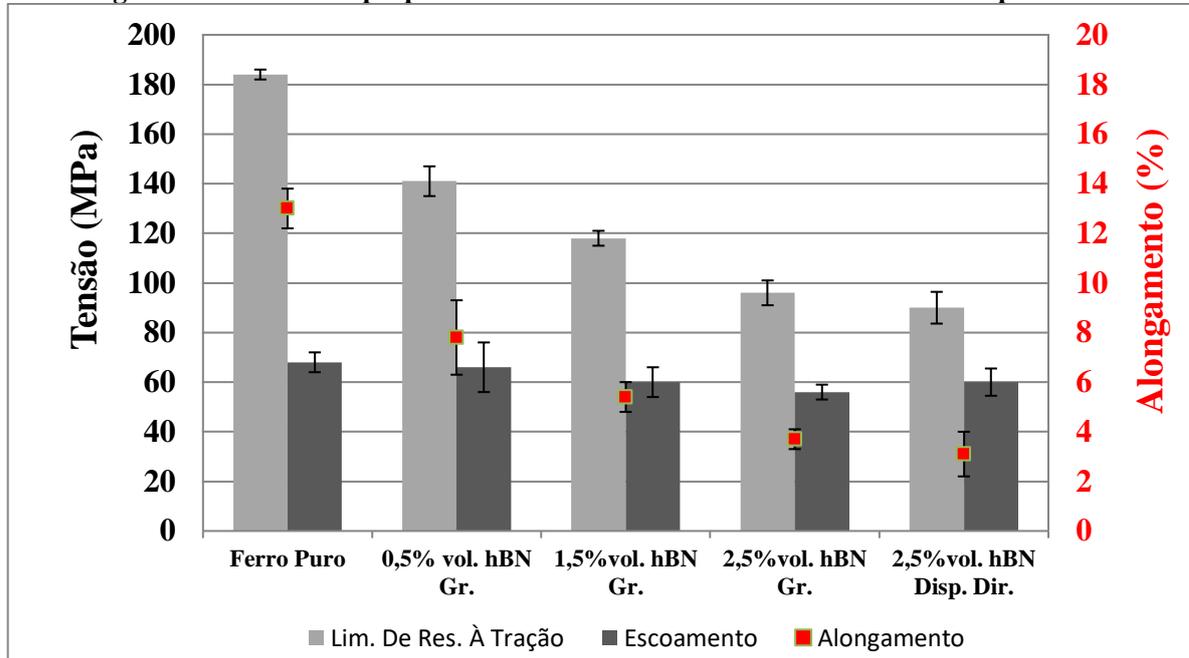
5.4. RESISTÊNCIA MECÂNICA

A resistência mecânica dos materiais analisados foi avaliada por meio de ensaio de tração, de acordo com procedimento descrito na seção 4.2.4. Os valores Tensão de Escoamento, Limite de Resistência à Tração (LRT) e Deformação foram os critérios utilizados para caracterização mecânica dos diferentes materiais e sua comparação.

Como 14 materiais foram testados nesta etapa, optou-se por dividir as informações em diferentes gráficos, reduzindo-se a quantidade de informações avaliadas em cada um.

O gráfico representado na Figura 341 indica os materiais constituídos por grânulos contendo 5% em volume de hBN, em percentuais volumétricos de 10, 30 e 50%. Além disso, dados do material com 2,5% vol. hBN disperso diretamente estão contidos para comparação.

Figura 34 : Gráfico de propriedades mecânicas de materiais do lote A e comparativos.



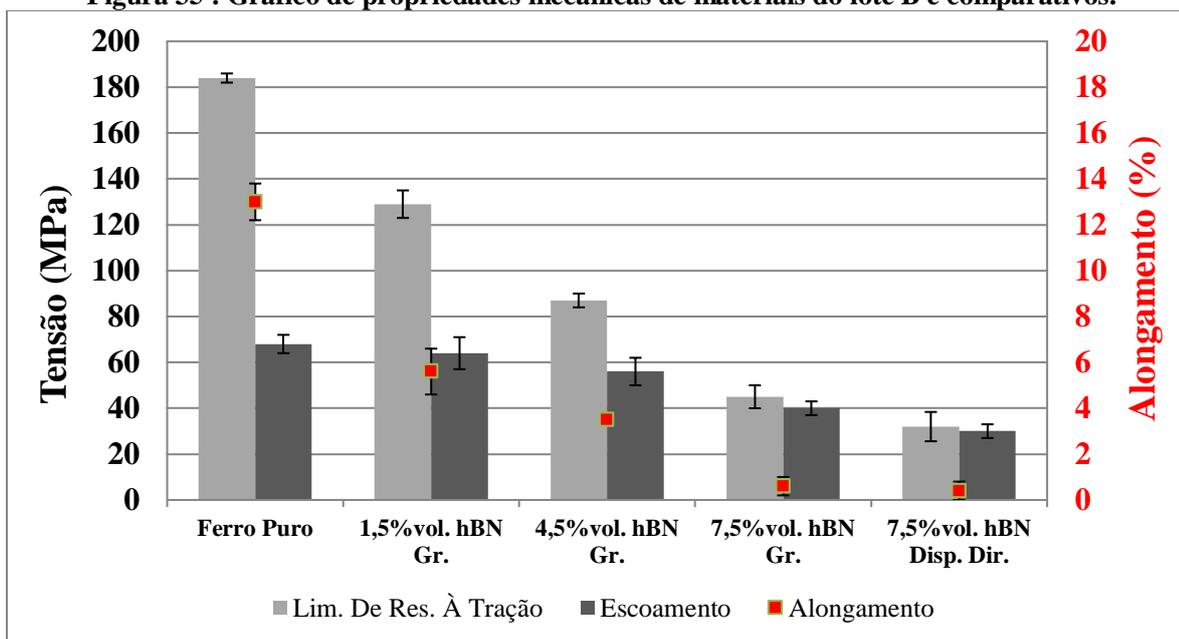
Fonte: Autoria própria.

O gráfico apresenta relações bem claras entre o aumento do percentual de lubrificante sólido e a resistência mecânica. O limite de resistência à tração é reduzido com o aumento do teor de lubrificante sólido, bem como a deformação do material. A tensão de escoamento é similar para todos os materiais ensaiados.

Considerando os desvios padrões de cada amostra, não se pode afirmar que o novo rearranjo de hBN, obtido por meio de granulação, propicia melhores propriedades mecânicas do que quando misturado diretamente ao pó de ferro. Entretanto, é importante lembrar que o material com hBN granulado possui quase 6% de porosidade a mais que o material com hBN disperso diretamente, em pontos percentuais.

Gráfico similar, para materiais contendo grânulos com 15% em volume de lubrificante sólido pode ser observado na Figura 35. Também há informações sobre um material com 7,5% em volume de hBN disperso diretamente.

Figura 35 : Gráfico de propriedades mecânicas de materiais do lote B e comparativos.



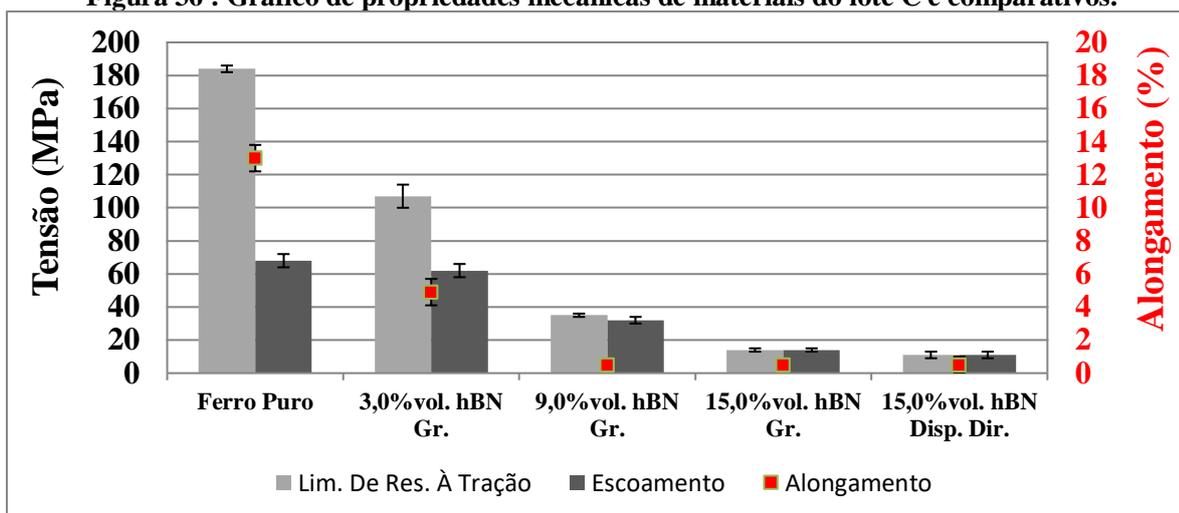
Fonte: Autoria própria.

A tendência de queda do limite de resistência à tração e de deformação, ao se aumentar percentual de lubrificante sólido, é mais expressiva do que nos materiais do lote A. A tensão de escoamento apresenta comportamento similar de redução.

Há vantagem no material com hBN granulado frente ao disperso diretamente, correspondendo a um aumento de 3 MPa (27,3%) nas médias de Tensão de Escoamento e no Limite de Resistência à Tração. O material granulado também possui percentual de porosidade 8% maior.

Os materiais do lote C apresentam 30% em volume de hBN nos grânulos, e os materiais finais são constituídos de 10, 30 e 50%, em volume, de grânulos. Os resultados dos ensaios de tração destes materiais estão expostos na Figura 36.

Figura 36 : Gráfico de propriedades mecânicas de materiais do lote C e comparativos.



Fonte: Autoria própria.

As mesmas tendências observadas para o lote B se repetem. Com aumento de percentual final de hBN, há deterioração das propriedades mecânica do material. Devido ao maior percentual de hBN nos

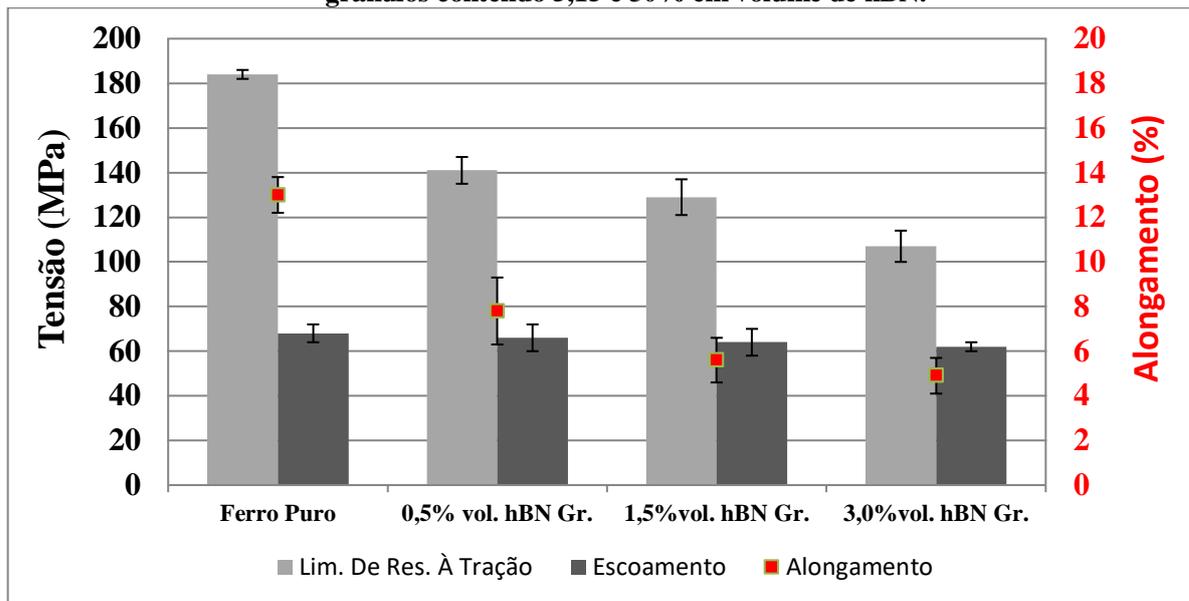
grânulos, ao se adicionar 30% em volume o material já deixa de apresentar ductilidade, como observado nos valores de deformação.

O material granulado apresenta propriedades similares de resistência mecânica que o material com hBN disperso diretamente, apesar de possuir 7% a mais de porosidade.

Nos gráficos presente nas Figuras 31, 32 e 33, foram reunidos dados de materiais com grânulos de mesma composição, porém havia variação na concentração volumétrica destes no material final. Nos gráficos presentes nas Figuras 34, 35 e 36, os materiais foram agrupados de acordo com o percentual volumétrico de grânulos, variando-se a composição destes.

A Figura 37 agrupa materiais contendo 10% em volume de grânulos.

Figura 37 : Gráfico de propriedades mecânicas de materiais contendo 10% em volume de grânulos contendo 5,15 e 30% em volume de hBN.



Fonte: Autoria própria.

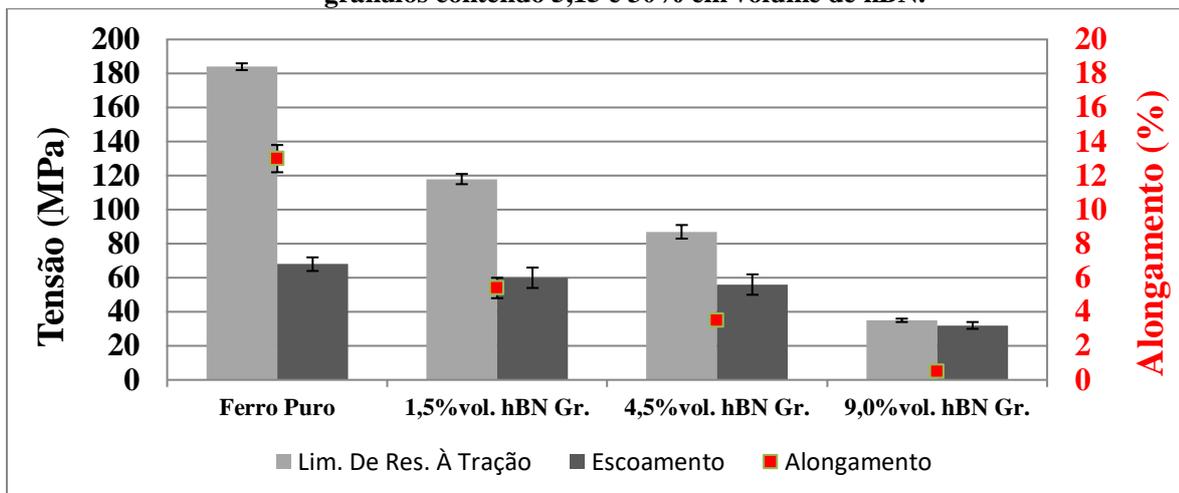
A tensão de escoamento não é significativamente impactada pelo aumento de teor de lubrificante sólido no grânulo, no entanto, há deterioração do LRT e de deformação. Ou seja, enquanto não há deformação plástica no material, os mesmos se comportam de maneira similar, devido ao caráter das ligações metálicas entre os átomos de ferro.

A densidade de ligações entre partículas da matriz deve ser similar para todos os materiais. A resistência mecânica dos grânulos dentro do material varia de acordo com o percentual de hBN. O pequeno percentual de grânulos implica em a matriz ser a maior responsável pela resistência mecânica.

Tensões maiores que a de escoamento implicam na criação de “vazios” na estrutura do material. Materiais com maior volume de hBN tem mais defeitos iniciais, facilitando a propagação da trinca, reduzindo o limite de resistência à tração.

A Figura 38 agrupa materiais contendo 30% em volume de grânulos.

Figura 38 : Gráfico de propriedades mecânicas de materiais contendo 30% em volume de grânulos contendo 5,15 e 30% em volume de hBN.



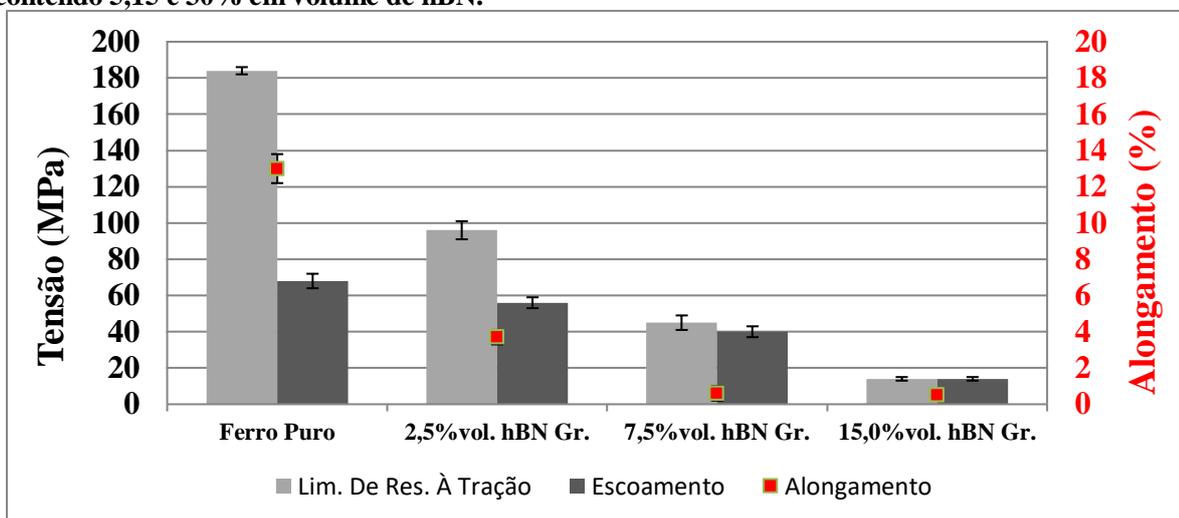
Fonte: Autoria própria.

A tensão de escoamento permanece em torno de 60 MPa para os materiais com 30% em volume de grânulos A e B, valor similar ao do ferro puro sinterizado. Para grânulos contendo 30% de hBN nos grânulos, correspondendo ao tipo C, a tensão de escoamento é reduzida a metade do valor característico para ferro puro.

Essa queda pode ser explicada pelo pouco ancoramento dos grânulos com a matriz, o que dificulta a transferência de carga para estes, reduzindo a seção resistente e, portanto, tensão de escoamento.

A Figura 39 agrupa materiais contendo 50% em volume de grânulos.

Figura 39 : Gráfico de propriedades mecânicas de materiais contendo 50% em volume de grânulos contendo 5,15 e 30% em volume de hBN.



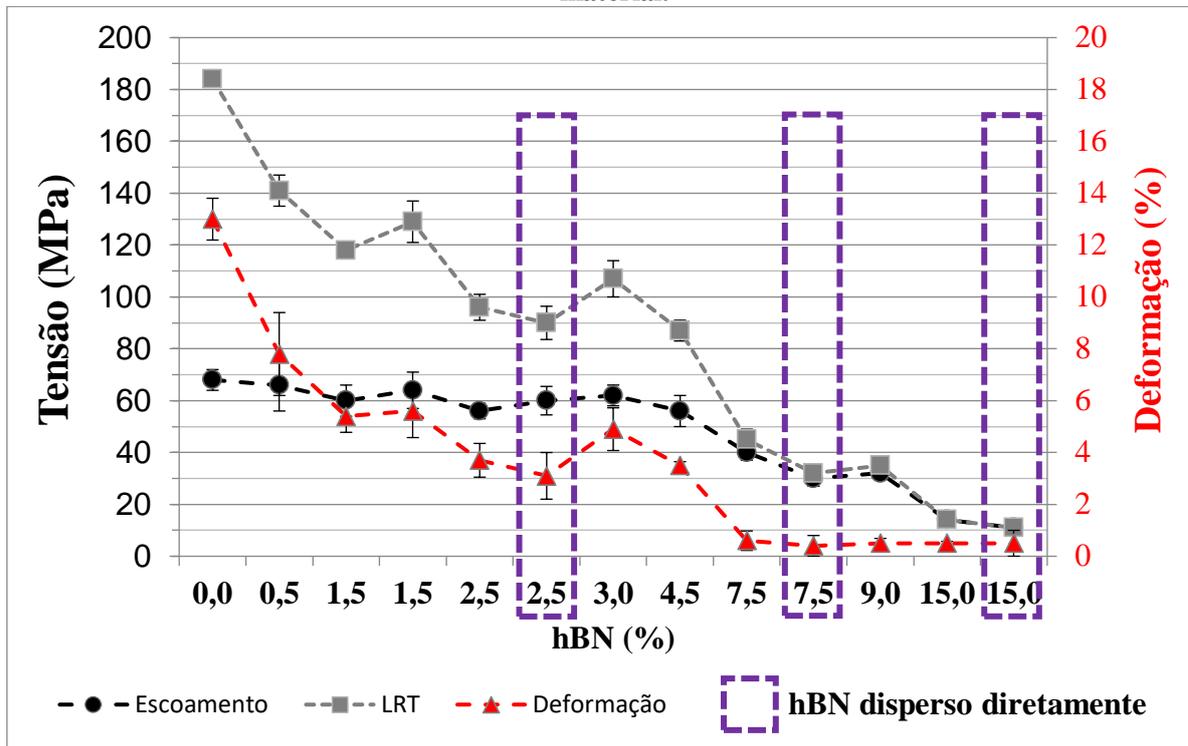
Fonte: Autoria própria.

Materiais contendo 50% em volume de grânulos têm propriedades mecânicas significativamente impactadas. Nota-se queda da tensão de escoamento, mas principalmente redução do limite de resistência à tração e deformação.

Mesmo com pequeno percentual de hBN, o grande volume de grânulos já reduz propriedades. Isto é reflexo do aumento de porosidade com o aumento do percentual de grânulos.

O gráfico presente na Figura 40 possibilita uma visão da propriedade mecânica de todos os materiais analisados neste estudo, organizados de acordo com o percentual volumétrico final de hBN. Destacados em roxo, se encontram materiais com hBN disperso diretamente.

Figura 40 : Gráfico de propriedades mecânicas de acordo com percentual volumétrico de hBN no material.



Fonte: Autoria própria.

Nota-se que mesmo com o arranjo “racional” de hBN na matriz, as propriedades mecânicas são significativamente impactadas. No entanto, há espaço para aprimoramento, principalmente no sentido de reduzir porosidades no material, por meio de técnicas não utilizadas. O material contendo 7,5% de hBN granulado apresenta melhores propriedades mecânicas que o similar com lubrificante sólido disperso diretamente, mesmo apresentando 8% a mais em porosidade.

Não se esperava diferenças tão significativas de porosidade, portanto, uma avaliação clara do rearranjo por si não foi possível, já que a variável porosidade não foi isolada.

5.5. FRACTOGRAFIAS

A fim de se melhor entender o comportamento mecânico dos materiais estudados, os corpos de prova de tração fraturados, dos materiais com 0,5% e 15% de hBN em volume, foram analisados por microscopia eletrônica de varredura. A composição detalhada destes materiais bem como suas propriedades mecânicas se encontra na Tabela 8.

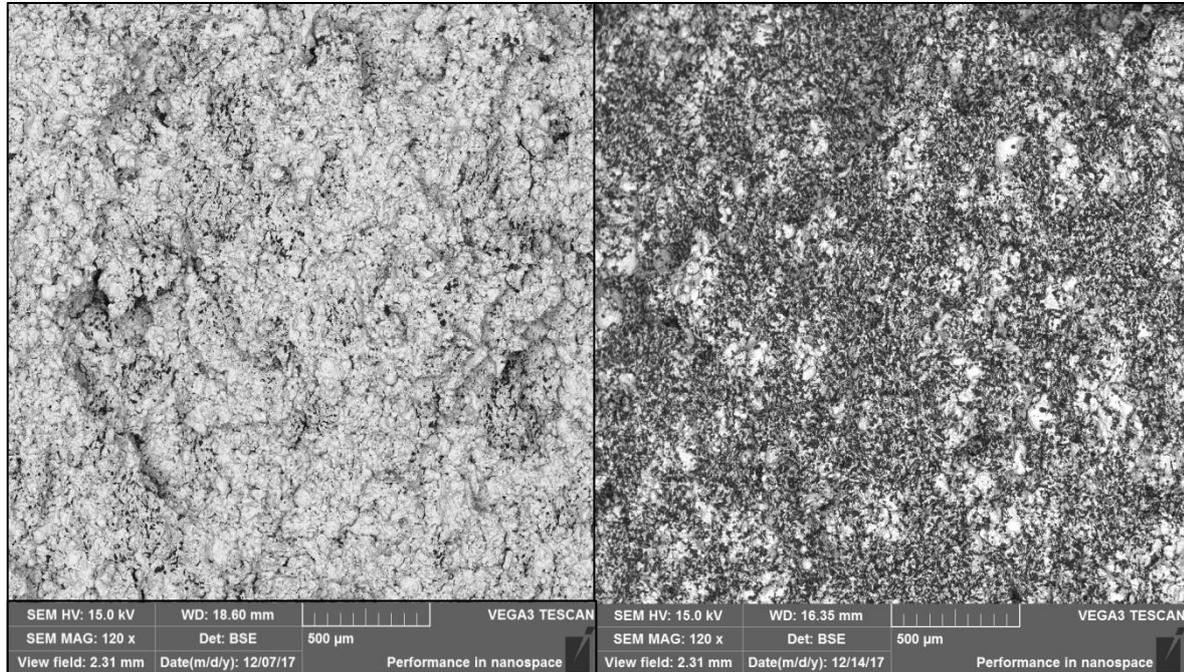
Tabela 8 : Composição e Propriedades Mecânicas dos Materiais A1 e C3.

Materia l	%vol. Gr.	%vol. hBN Gr.	%vol. hBN total	Tensão de Escoamento (MPa)	LRT (MPa)	Deformação (%)
A1	10	5	0,5	66	141	7,8
C3	50	30	15	14	14	0,5

O material A1 possui relevante ductilidade e resistência mecânica, ao contrário de C3, que possui pior conjunto de propriedades mecânicas dentre os materiais analisados neste trabalho. Desta forma, foram eleitos para análise de fratura, já que a disparidade de comportamento mecânico deve ser consequência de detalhes microestruturais.

A Figura 41 expõe a superfície de fratura de ambos os materiais, em pequena ampliação, utilizando técnicas de MEV e BSE.

Figura 41 : Micrografia obtida em MEV das superfícies de fratura dos materiais A1, à esquerda, e C3, à direita.

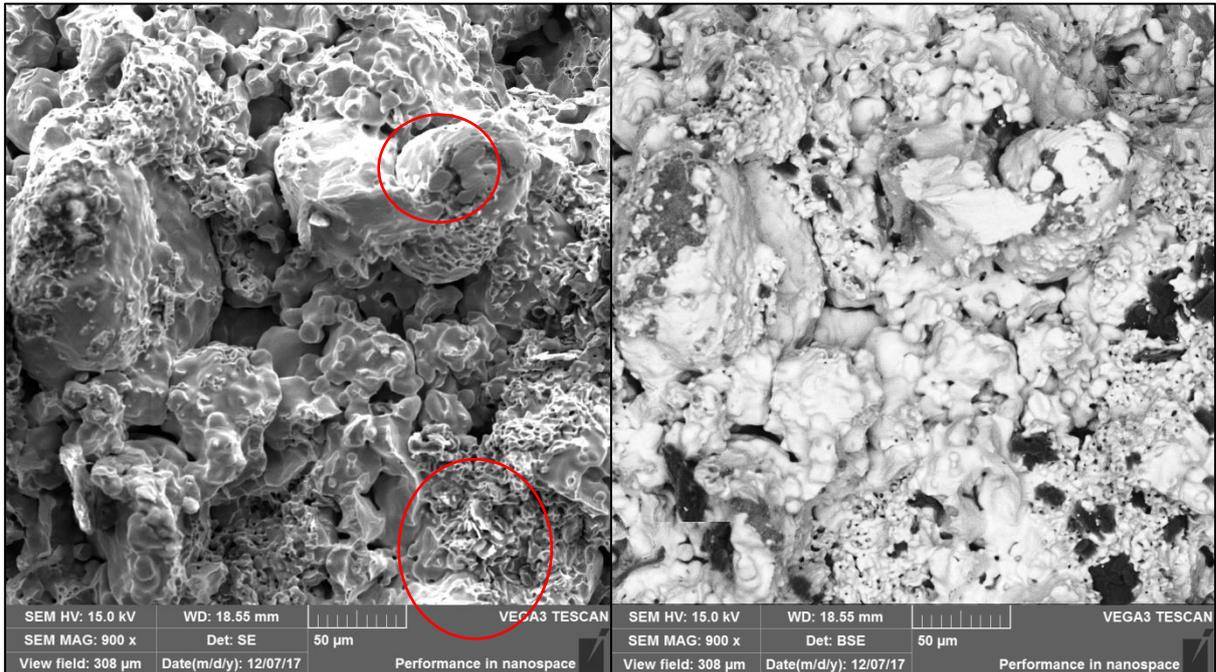


Fonte: Autoria própria.

Na fractografia, se nota a presença de partículas de cor escura, depósitos de hBN. As regiões em cinza são constituídas por ferro. Nota-se na imagem à direita que o percentual de fases escura ultrapassa 15%, percentual real desta fase no material. Desta forma, entende-se que o caminho preferencial da trinca se dá pelos estoques de hBN. A mesma tendência não parece ocorrer na amostra com 0,5% em volume de hBN.

A Figura 42 apresenta imagens da superfície de fratura do material A1, em maior ampliação, utilizando técnicas de MEV e BSE.

Figura 42 : Micrografia obtida em MEV das superfícies de fratura do material A1. Análise por SE à esquerda e BSE à direita.



Fonte: Autoria própria.

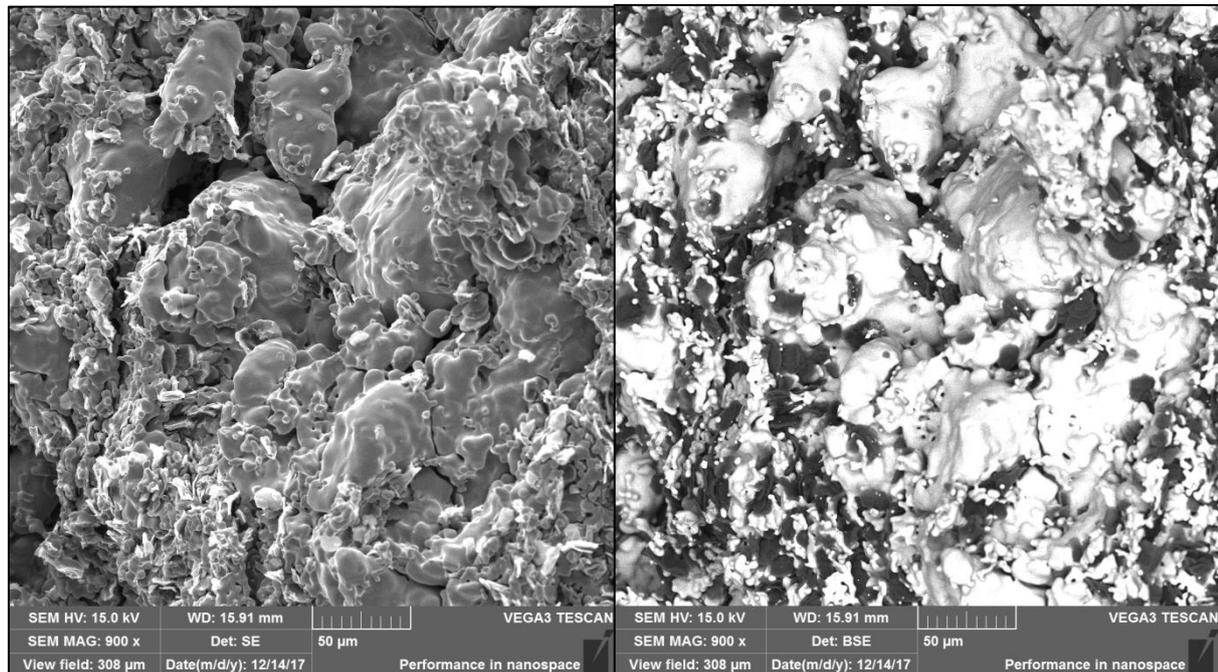
A Figura 42 à esquerda possibilita observar a presença de “*dimples*”, estrutura associada à nucleação, crescimento e coalescência de microvazios, que formam uma superfície de fratura contínua, quando a causa principal da falha é resulta de tensões que superam a resistência mecânica do material (CALLISTER, 2012).

Quando se compara ambas as imagens, nota-se que tais estruturas se localizam, quase sempre em regiões com presença de hBN, ou seja, grânulos. A nucleação de microvazios ocorre preferencialmente em regiões com defeitos pré existentes, como contornos de grão, poros, trincas, partículas de segunda fase, inclusões, daí a relação de ocorrência destes nos grânulos.

A presença de “*dimples*” indica também que os grânulos com 5% em volume de hBN apresentaram ancoramento com a matriz, por meio de formação de uma grande quantidade de “*necks*” entre partículas de ferro do grânulo e partículas de ferro da matriz. Desta forma, a tensão aplicada ao material é transmitida também para os grânulos, que contribuem para a resistência mecânica do material como um todo.

A Figura 43 exhibe imagens de fratura do material C3.

Figura 43 : Micrografia obtida em MEV das superfícies de fratura do material C3. Análise por SE à esquerda e BSE à direita.



Fonte: Autoria própria.

A superfície de fratura das amostras de material C3 não apresentam “*dimples*” tão perceptíveis, indicando pouca ou nenhuma deformação plástica durante a fratura, o que é corroborado pelo pequeno valor de deformação observado no ensaio de tração.

Na superfície de partículas de ferro AHC 100.29, se encontram pequenas partículas de ferro BM, oriundas dos grânulos. Possivelmente, a pouca região de contato entre grânulos do tipo C e matriz metálica dificultou a formação de “*necks*” durante a sinterização. Especula-se então, que exista pouca transferência de energia mecânica para os grânulos durante sollicitação mecânica. Do ponto de vista de resistência mecânica, grânulos com elevada concentração de hBN podem ser considerados apenas como vazios no material, já que mesmo que houvesse fixação adequada, sua resistência mecânica seria insignificante devido à elevada concentração de hBN em seu volume.

Importante frisar também que a porosidade do material C3 é 7% superior ao do A1, o que também contribui para redução de resistência mecânica e fragilidade do material já que é um concentrador de tensões.

Devido a estes fatores, há pouca deformação do material após a tensão exceder a de escoamento. Uma pequena deformação já é suficiente para que os defeitos pré-existentes formem uma trinca com tamanho crítico, resultando na falha do material. Como a falha tende a percorrer um caminho onde há concentradores de tensão, observa-se o maior percentual de fase escura observada na imagem à direita da Figura 41.

A fractografia dos materiais com hBN disperso diretamente não foi realizada. No entanto, algumas considerações podem ser feitas. Comparando-se os valores de propriedades mecânica para materiais com mesmo teor de hBN, granulado e disperso diretamente, nota-se igualdade entre os materiais com 2,5% de hBN, e uma vantagem dos materiais com 7,5 e 15% de hBN granulado (33,3 e 27,3% superiores, respectivamente), apesar da diferença de porosidade.

Para os materiais com 2,5% de hBN, independentemente do modo de dispersão de hBN, os defeitos pré-existentes se encontram dispersos entre si. Desta forma, para a propagação da trinca no material, é necessário a formação de vazios na matriz, por meio de deformação plástica, entre tais defeitos.

Os materiais contendo 7,5% e 15% de hBN possuem defeitos pré-existentes de grande tamanho e não tão dispersos, assim, uma pequena sollicitação mecânica já é suficiente para a propagação de trinca no material.

5.6. AMORTECIMENTO MECÂNICO

Os materiais a base de Fe-hBN apresentam diversos mecanismos de fricção interna contribuindo para a capacidade de amortecimento mecânica intrínseca do material, sendo os principais a dissipação gerada pela deformação das partículas de hBN pela matrix metálica e movimentação de paredes do domínio magnético da ferrita (SUEYOSHI et. al., 2003).

Em materiais metálicos porosos, outros mecanismos associados à deformação microplástica local são fontes robustas de amortecimento mecânico, consequência da movimentação de discordâncias em certas regiões do material, mesmo quando a tensão aplicada no material é inferior a tensão de escoamento do mesmo. Este mecanismo pode, inclusive, originar microtrincas, outra fonte importante de dissipação de energia (GOLOVIN et al., 2004).

Considerando que o hBN não está fortemente ligado ao ferro e nem possui resistência mecânica significativa, os estoques do mesmo podem ser considerados como vazios, do ponto de vista de resistência do material. Desta forma, diversas regiões de concentração de tensão são geradas pela presença de hBN (PAZ, G., 2016).

Tais regiões aumentam a probabilidade de existir regiões suscetíveis a ocorrência de microdeformação plástica e assim, o hBN também contribui para o aumento da capacidade de amortecimento mecânico indiretamente.

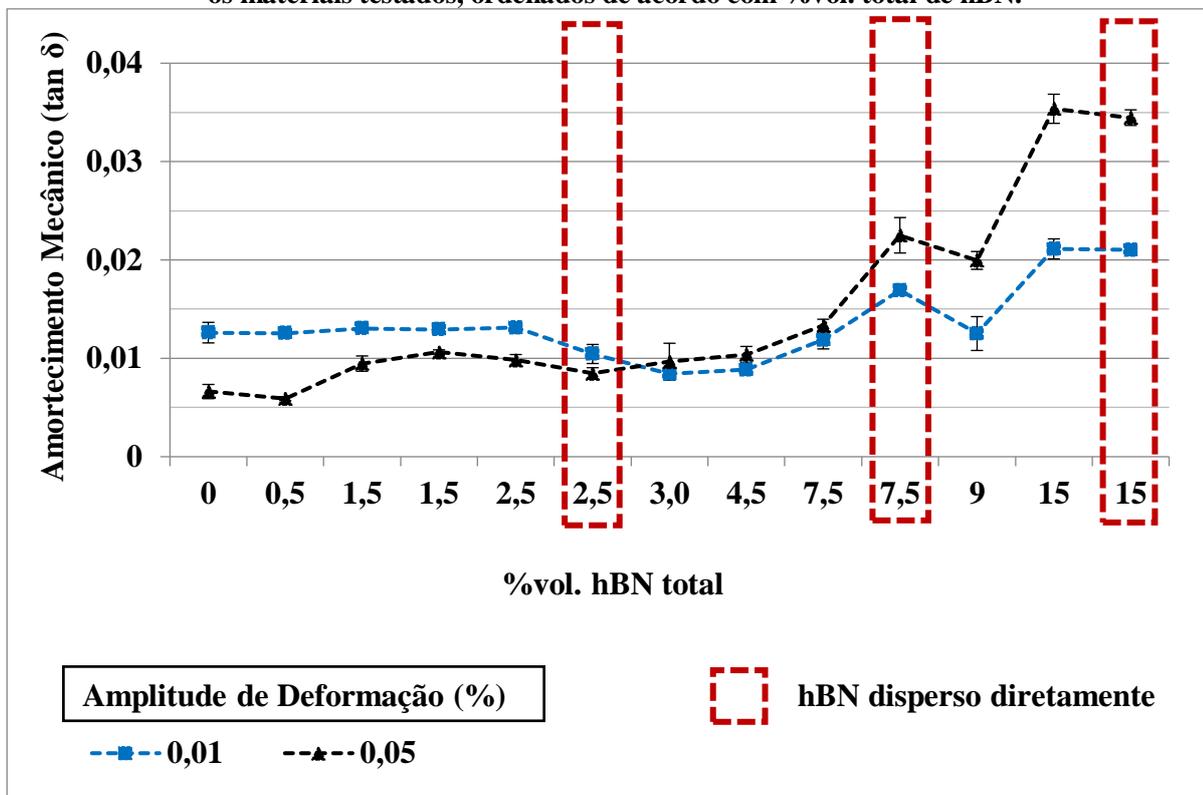
A porosidade intrínseca do processo de metalurgia do pó pouco influencia na capacidade de amortecimento mecânica do material, conforme observado por Paz, 2016. Este comportamento provavelmente se deve a pequena dimensão dos poros resultantes do processo (HAKAMADA et. al., 2009).

Quanto maior a amplitude de deformação, maior volume do material terá energia para ativação de mecanismos de dissipação de energia por deformação de hBN e microplasticidade (GOLOVIN et al., 2004).

Por outro lado, para uma amplitude de deformação de 0,01%, satura-se o mecanismo de fricção interna por movimentação das paredes de domínios magnéticos dos grãos ferríticos (SUEYOSHI et. al., 2003).

O gráfico presente na Figura 44 indica os valores de amortecimento mecânico para os materiais analisados.

Figura 44 : Gráfico de capacidade de amortecimento em diferentes amplitudes de deformação, para os materiais testados, ordenados de acordo com %vol. total de hBN.



Fonte: Autoria própria.

Inicialmente se observa que para materiais com menores teores de hBN, até 3,0%, o amortecimento em 0,01% de amplitude tende a ser maior que em 0,05% de amplitude. Em 0,01%, a movimentação de paredes magnéticas atinge um ponto saturação, a partir do qual a cada aumento de amplitude de deformação, menor energia passa a ser dissipada. (SUEYOSHI et. al., 2003).

O aumento do percentual de hBN favorece a ocorrência dos mecanismos de amortecimento por deformação do lubrificante sólido e microplasticidade. No entanto, quanto menor a concentração de hBN, maior a rigidez da matriz conforme apresentado na Tabela 9, que dificulta a ativação dos mecanismos mencionados acima. A coluna de discontinuidades se refere ao somatório de poros e hBN em percentual volumétrico.

Tabela 9 : Módulo de rigidez e percentual de descontinuidades de cada material.

Material	Descontinuidades (% vol.)	Módulo de Rigidez (MPa)
Ferro Puro	13,4%	163400
0,5% Gr.	13,5%	126500
1,5% Gr.	16,5%	112350
1,5% Gr.	14,2%	140000
2,5% Gr.	20,6%	106000
2,5% Disp. Dir	14,9%	137100
3,0% Gr.	14,0%	133000
4,5% Gr.	21,2%	114400
7,5% Gr.	28,4%	52300
7,5% Disp. Dir	20,3%	72680
9,0% Gr.	23,4%	71300
15,0% Gr.	35,8%	4500
15,0% Disp. Dir.	28,8%	13000

Para maiores concentrações de hBN, especialmente a partir de 7,5% vol., mesmo em pequenas amplitudes de deformação, os mecanismos de dissipação por deformação da segunda fase e microdeformações plásticas se tornam mais expressivos, devido aos motivos listados na discussão de abertura do capítulo. Isto é observado ao se notar que os valores de $\tan \delta$ em 0,01% tendem a crescer com aumento da concentração de hBN.

Maiores amplitudes de deformação, como em 0,05%, também facilitam a ativação destes mecanismos, já que maiores tensões internas estão presentes no material quando este for solicitado por maiores tensões.

Destacado em vermelho no gráfico é possível observar o amortecimento para os materiais com hBN disperso diretamente. Estes materiais tendem a apresentar, em comparação com similares granulados, maior tamanho de grão, menor porosidade, menor área de interface entre segunda fase e matriz, morfologia mais arredondada dos estoques de lubrificante sólido e menor rigidez local próximo aos estoques de hBN. Os variados fatores tornam difícil identificar, detalhadamente, a origem das diferenças de amortecimento entre os diferentes materiais. A seguir se fazem algumas considerações a respeito das mesmas.

Comparando os materiais com 2,5% em vol. de hBN, nota-se menor amortecimento mecânico daquele que conta com hBN disperso diretamente (diferença de 0,002), o que pode ser explicado pela maior rigidez deste material, de cerca de 30%. A rigidez local, próxima ao dos estoques de lubrificante sólido, também deve ser maior no material granulado, já que a “malha” de ferro BM garante continuidade com a matriz e livre caminho médio grande entre os estoques. Esta característica é observada na Figura 26. No entanto, o fato do amortecimento ser menor para uma maior amplitude de deformação indica que o principal mecanismo deve ser o de movimentação de domínios magnéticos.

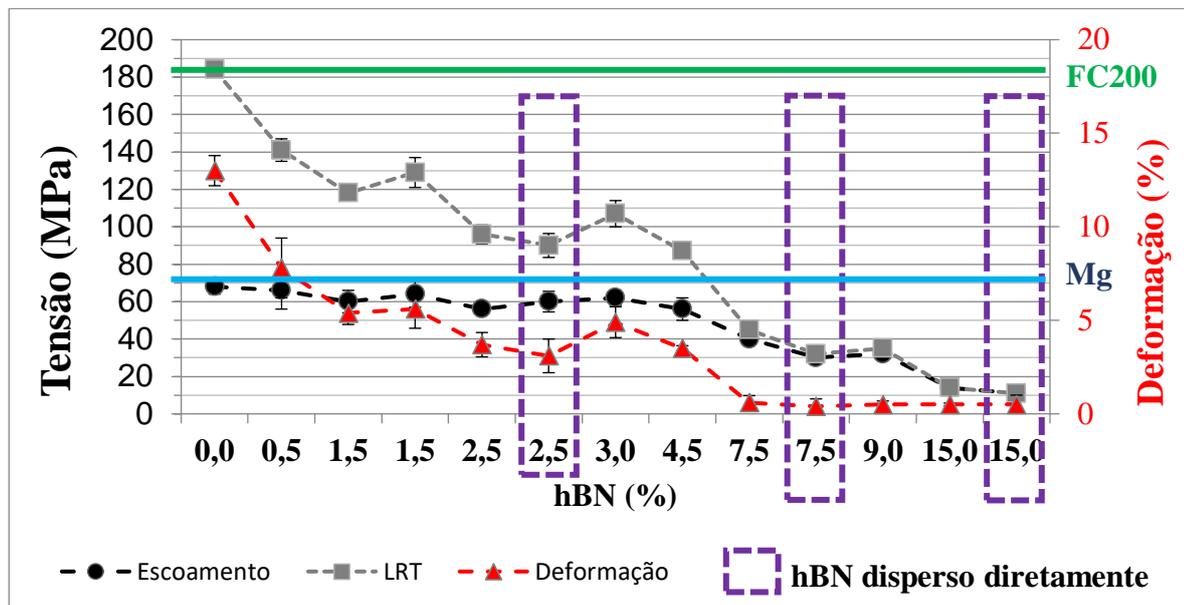
Os materiais com 7,5% de hBN apresentam maior discrepância de amortecimento mecânico, e também na discrepância de amortecimento das diferentes amplitudes de deformação. O material com grânulos possui valores similares de $\tan \delta$ para ambas as amplitudes, ao contrário do material com hBN disperso diretamente. Este fato se deve, provavelmente, a maior rigidez do material nos volumes onde há estoque de hBN, devido a estrutura de ferro puro próxima aos mesmos, o que dificulta a ativação dos mecanismos “mecânicos”. O material com hBN disperso diretamente possui menor rigidez local, devido ao maior volume dos estoques de lubrificante sólido, favorecendo a ativação dos mecanismos devido à concentração de tensões, o que pode explicar a maior magnitude de $\tan \delta$ em relação ao material granulado e também a discrepância entre as diferentes amplitudes de deformação. A rigidez do material granulado é 40% menor, tal fato deve advir do maior percentual de porosidade, 8%, que como mostrado por Paz (2016), não contribui significativamente para o amortecimento mecânico.

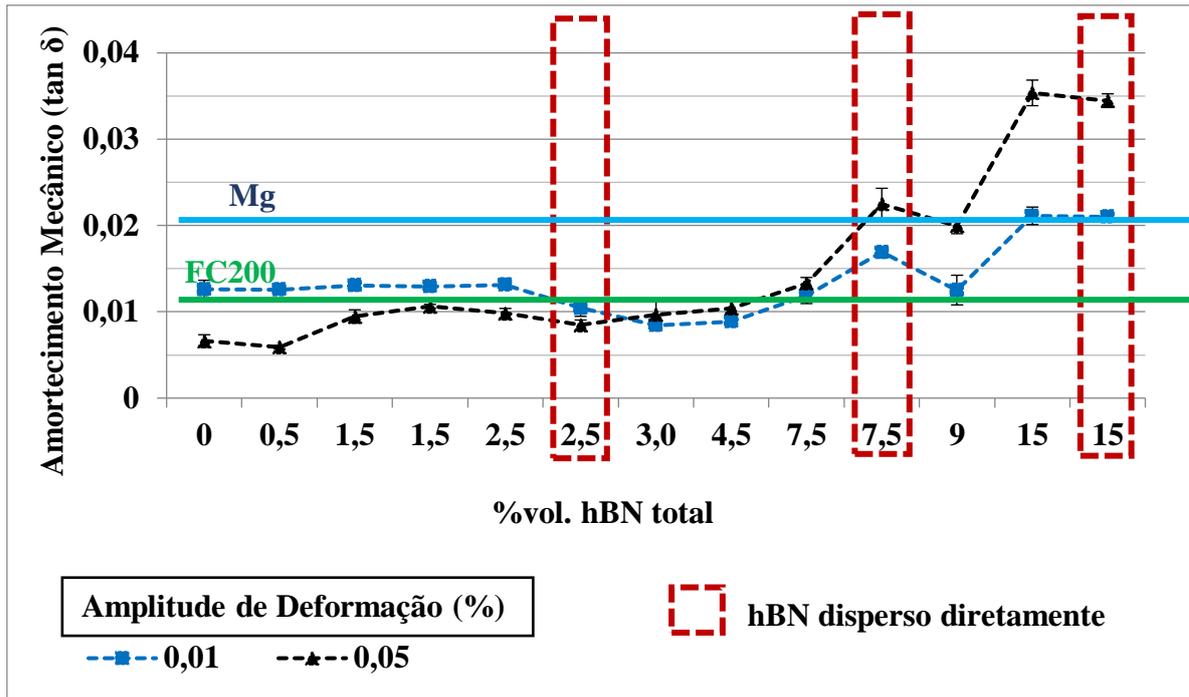
Os materiais com 15% vol. final de hBN apresentam valores de amortecimento similares, em ambas amplitudes de deformação. Os grânulos apresentam 30% em volume de hBN gerando pouca superfície de ancoramento com a matriz, resultando em concentrações de tensões similares ao do material disperso diretamente.

5.7. SÍNTESE DE RESULTADOS

- O aumento do percentual de grânulos aumenta o percentual de poros.
- Compósitos Fe-hBN com até 3% em volume de hBN possuem tensão de escoamento da ordem de 60 MPa.
- Materiais com mesmo percentual de hBN, arranjados de modos diferentes, possuem resistência mecânica similares. No entanto, os granulados possuem até 8% a mais de poros.
- O arranjo de de hBN por meio dos grânulos tende a prejudicar os mecanismos de amortecimento mecânico decorrentes da interação segunda fase/matriz.

Os gráficos das figuras 44 e 45 foram reproduzidos novamente, adicionando dados de materiais comerciais, como ferro fundido cinzento (FC200) e magnésio, notórios por sua capacidade de amortecimento de vibrações.





As tensões de escoamento do ferro fundido e do magnésio são maiores que dos compósitos Fe-hBN desenvolvidos, 180 e 70 MPa, respectivamente. Tais valores foram obtidos na literatura.

A capacidade de amortecimento mecânico foi medida experimentalmente em laboratório, nas mesmas condições que os materiais desenvolvidos. Os valores presentes no gráfico correspondem ao observados para 0,05% de deformação. O material com 7,5% de hBN disperso diretamente possui amortecimento similar ao do magnésio puro e superior ao do ferro fundido cinzento.

Apesar de ser o metal com melhores propriedades de amortecimento de vibrações, o magnésio tem baixa resistência à corrosão e elevado custo de produção. Já o ferro fundido apresenta o menor custo dentre os materiais analisados. Dependendo da aplicação, compósitos com 7,5% de hBN poderiam ser utilizados com menor custo que magnésio, caso suprisse o requisito mecânico. No entanto, maiores estudos ainda seriam necessários.

Ligas autolubrificantes desenvolvidas pelo laboratório apresentaram capacidade de amortecimento mecânico e resistência mecânica próxima do ferro fundido. A aplicação do conhecimento adquirido neste estudo no aprimoramento de tais materiais pode levar ao desenvolvimento de materiais multifuncionais, aliando dissipação de energia, baixo atrito e elevada resistência ao desgaste. Estes novos materiais possibilitariam novos designs e evolução de sistemas de engenharia já saturados e bem conhecidos.

6. CONCLUSÕES

- A adição de hBN por meio dos grânulos produz efeitos consideráveis na densificação do material. Quanto maior o percentual volumétrico de grânulos, independentemente de sua composição, maior a porosidade à verde e sinterizado das amostras. Quando se comparam materiais com mesmo percentual de hBN, os que possuem granulação prévia possuem volume de poros até 8% maior.
- As propriedades mecânicas do material são prejudicadas pelo lubrificante sólido, que por ser inerte quimicamente, não reage com a matriz, criando defeitos estruturais na matriz. A adição de até 3% vol. de hBN não reduz a tensão de escoamento do material, apesar de influenciar negativamente a plasticidade e o limite de resistência à tração.
- Materiais granulados e dispersos diretamente apresentam propriedades mecânicas semelhantes, apesar dos granulados possuírem, em média, 8% a mais de porosidade. Tal fato indica que os arranjos são promissores em termos de melhoria de resistência mecânica, mas que etapas intermediárias e outros tipos de matéria prima devam ser utilizados.
- Os grânulos tendem a reduzir o tamanho dos estoques de hBN no material, e a heterogeneizar a presença destes na matriz, resultando em regiões menos ricas em lubrificante sólido e outras mais ricas, o que é observado pelas metalografias. Se entende que a rigidez local, próxima dos estoques de hBN, é maior nos materiais granulados, resultando em menor concentração de tensão e menor amortecimento mecânico.
- Novos conhecimentos foram obtidos a respeito dos compósitos Fe-hBN sinterizados, contribuindo para uma bibliografia escassa. Alguns dos materiais apresentam propriedades próximas dos comerciais já utilizados, com boas perspectivas de utilização. No entanto, novos estudos devem ser realizados.

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Utilizar técnica de dupla compactação e pressões de compactação maiores para melhorar a resistência mecânica do material através de redução de porosidade. Como observado em outros estudos, a porosidade inerente ao processo de fabricação tem pouca influência no amortecimento mecânico, mas grande relevância em termos de resistência mecânica.
- Adicionar, gradativamente, elementos de liga na matriz e observar sua influência no comportamento mecânico do material. Elementos de liga aumentarão a resistência mecânica do material, no entanto, dificultarão a deformação do lubrificante sólido pela matriz, já que esta foi enrijecida.
- Utilizar materiais com mesma composição dos materiais já estudados, porém com menor tamanho de partícula do pó de ferro utilizado na matriz, e menores tamanhos de partículas nos grânulos. Espera-se assim obter melhor ancoramento entre grânulos e matriz, o que teoricamente resultaria em melhores propriedades de amortecimento mecânico e resistência mecânica.
- Determinar vida útil do material quando este é submetido a tensões cíclicas (Ensaio de Fadiga). Observar se as propriedades de amortecimento mecânico do material são modificadas ao longo do ciclo de fadiga. Estas informações seriam cruciais para o emprego destes materiais em projetos de engenharia.
- Avaliar se a presença de hBN realmente gera novos mecanismos, ao ser deformado pela matriz, ou se apenas a presença deste como “vazio”, cria mecanismos de microplasticidade. O estudo pode ser realizado por meio da utilização de “*spaceholders*”, como o polimetilmetacrilato (PMMA).

REFERÊNCIAS

- BALACHANDRAN, B.; MAGRAB, E. B. **Vibrations**. Second ed. [s.l.] Cengage Learning, 2011.
- BIRCHON, D. Hidamets: metals to reduce noise and vibration. **The Engineer**, v. 22, p. 207–209, 1966.
- BLANTER, M. S. et al. **Internal Friction in Metallic Materials - A Handbook**. In: Springer Series in Materials Science. Berlin, Heidelberg: Springer, 2007. v. 90p. 1–8,148–155.
- CALLISTER, W. D. J. **Ciência e Engenharia de Materiais - Uma Introdução**, Ed.: LTC, 8ª ed., 2012.
- CHUNG, D. D. L. Review: Materials for vibration damping. **Journal of Materials Science**, n. 36, p. 5733–5737, 2001.
- DE SILVA, Clarence W. **Vibration damping, control, and design**. Boca Raton, Florida: Taylor & Francis Group, 2007.
- DEGAUQUE, J. Magnetic Domains in Mechanical Spectroscopy with Application to Materials Science. **Trans. Tech. Zuerich**, pp. 453-482, 2001.
- ENGLER, P.; FRIEDMAN, W. D. Review of dual-energy computed tomography techniques. **Materials Evaluation**, v. 48, p. 623–629, 1990.
- FUNAHASHI et. al. Development and application of high-purity hexagonal boron nitride (h-BN) powder, **Kawasaki Steel Technical Report No:28**, June 1993, 17-25.
- FURLAN,K et. al. Solid State Reaction Detected Between Hexagonal Boron Nitride and Iron During Sintering. **Microscopy Microanalysis**, vol.22, 2016.
- GERMAN, R. M. **Powder Metallurgy & Particulate Materials Processing**. 1a Edição ed. EUA: Powder Metallurgy & Particulate Materials Processing. MPIF – Metal Powder Industry Federation, 1996.
- GOLOVIN, I. S. et al. Fatigue-related damping in some cellular metallic materials. **Materials Science & Engineering A**, v. 370, p. 537–541, 2004a.
- GOLOVIN, I. S. et al. Damping in some cellular metallic materials due to microplasticity. **Materials Science and Engineering: A**, v. 370, n. 1-2, p. 531–536, abr. 2004b.
- GOLOVIN, S. A. et al. Damping capacity of cast irons with different shapes of graphite inclusions. **Strength of Materials**, v. 12, n. 3, p. 360–363, 1980.
- GOLOVIN, S. A. On the damping capacity of cast irons. **The Physics of Metals and Metallography**, v. 113, n. 7, p. 716–720, 4 ago. 2012.
- GRAESSER, E. J., WONG, C. R., **The relationship of Traditional Damping Measures for Materials with High Damping Capacity**. David Taylor Research Center, 1991
- GU, J.; ZHANG, X.; GU, M. Effect of interphase on the damping capacity of particulate—reinforced metal matrix composites. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 381, n. 1-2, p. 182–187, nov. 2004.
- HAKAMADA, M. et al. Effects of Pore Characteristics Finely-Controlled by Spacer Method on Damping Capacity of Porous Aluminum. **Materials Transactions**, v. 50, n. 2, p. 427–429, 2009.
- HAMMES, G. **Aços sinterizados autolubrificantes a seco com elevada resistência mecânica associada a baixo coeficiente de atrito**. [s.l.] Universidade Federal de Santa Catarina, 2011.

- IGATA, N. et al. High Damping Fe-Cr-Mn Alloy. **Le Journal de Physique IV**, v. 06, n. C8, p. C8–791–C8–794, dez. 1996.
- IGATA, N. et al. Panel discussion on the application of HDM. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 355, p. 230–240, 2003.
- JONES, D. I. G., **Viscoelastic Vibration Damping**, John Wiley & Sons, 2001.
- KINRA, V. K.; WOLFENDEN, A. M3D III: Mechanics and Mechanisms of Material Damping. 1 jan. 1997.
- Kopeliovich, D. Thermal conductivity of Boron nitride. **SubsTech Substances and Technologies Articles USA**, 2011.
- LIAN, Y. C.; MARLER, R. T.; LI, J. C. M. Damping properties of consolidated iron and graphite powders. v. 43, n. 2, p. 631–638, 1995.
- LU, H. et al. Design, Fabrication, and Properties of High Damping Metal Matrix Composites—A Review. **Materials**, v. 2, n. 3, p. 958–977, 18 ago. 2009.
- MASOTTI, D. Comparação de Métodos de Determinação do Amortecimento Estrutural Através de Técnicas de Ajuste de Curvas de Funções Resposta em Frequência. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina, p. 58. 2013.
- MENARD, K. P. **Dynamic Mechanical Analysis - A Practical Introduction**. 2^o. ed. Boca Raton, FL: CRC Press, 2008.
- MEYERS, M. A.; CHAWLA, K. K. **Mechanical Behaviour of Materials**. Second ed. [s.l.] Cambridge University Press, 2009.
- NOWICK, A. S.; BERRY, B. S. Anelastic Relaxation in Crystalline Solids. **Academic Press**, p. 130, 1972.
- PALMOV, V. A.: **Vibrations of Elasto-Plastic Bodies**. Springer-Verlag, (1998).
- PUŠKÁR, A. **Internal friction of materials**. First Edit ed. Cambridge, UK: Cambridge International Science Publishing, 2001.
- RAO, S. S. Mechanical Vibrations. In: Fourth edi ed. [s.l.] Pearson Prentice Hall, 2004. p. 9–11.
- RITCHIE, I. G. et al. High Damping Alloys—The Metallurgist’s Cure for Unwanted Vibrations. **Canadian Metallurgical Quarterly**, v. 26, n. 3, p. 239–250, 1 jul. 1987.
- RITCHIE, I.; PAN, Z. High-damping metals and alloys. **Metallurgical Transactions A**, v. 22A, n. March, p. 607–616, 1991.
- SCHALLER, R. Metal matrix composites, a smart choice for high damping materials. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 355, p. 131–135, 2003.
- SCHALLER, R.; FANTOZZI, G.; GREMAUD, G. Mechanical spectroscopy. **Materials Science Forum**, v. 366-368, p. 32–73, 2001.
- SUEYOSHI, H.; ROCHMAN, N. T.; KAWANO, S. Damping capacity and mechanical property of hexagonal boron nitride-dispersed composite steel. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 355, p. 120–125, 2003.

SUEYOSHI, H.; TAGAMI, K.; ROCHMAN, N. Damping Capacity of Graphite-dispersed Composite Steel. *Netsu Shori (Journal of the Japan ...*, v. 42, n. 6, p. 965–969, 2001.

THUMMLER, F.; OBERACKER, R. **Introduction to powder Metallurgy**. [s.l.] Cambridge: The Institute of Materials, 1993.

THORBY, D., **Structural Dynamics and Vibration in Practice**. Butterworth-Heinemann, 2008.

TRONAJOVÁ, Z.; Palcek, P.; Lukác, P. **Internal Friction in Magnesium Alloys and Magnesium Alloys- Based Composites**. Magnesium Alloys, InTech, 2017.

UDOVENKO, V.A.; CHUDAKOV, I.B. Specific Properties of Industrial Fe-Al High Damping Steels. *Solid State Phenomena*, 115 p. 57-62, 2006.

VAN HUMBEECK, J. Damping Capacity of Thermoelastic Martensite in Shape Memory Alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 255, 58-64, 2003.

YOSHIDA, I.; ONO, T.; ASAI, M. Internal friction of Ti-Ni alloys. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 310, n. 1-2, p. 339–343, 2000.

ZENER, C. M. **Elasticity and Anelasticity of Metals** Nature Chicago, IIUniversity of Chicago Press, , 16 jul. 1949.

ZHANG, J. et al. Effects of secondary phases on the damping behaviour of metals, alloys and metal matrix composites. **Materials Science & Engineering**, v. 13, p. 325–389, 1994.

ZHANG, J.; GUNGOR, M. N.; LAVERNIA, E. J. The effect of porosity on the microstructural damping response of 6061 aluminium alloy. **Journal of Materials Science**, v. 28, n. 6, p. 1515–1524, 1993.

ZHANG, X. X. et al. High damping capacity in porous NiTi alloy with bimodal pore architecture. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 550, p. 297–301, fev. 2013.