SEMANA ACADÊMICA
REVISTA CIENTÍFICA
ISSN 2236-6717

APRIMORAMENTO DE MATERIAL DE FRICÇÃO COM MATRIZ DE COBRE UTILIZANDO *DESIGN OF EXPERIMENTS* (DOE) PARA AVALIAR O EFEITO DO GRAFITE E DA SÍLICA NAS PROPRIEDADES TRIBOLÓGICAS

Maurício Vitor Kozerski Giaretton[1]
https://orcid.org/0000-0001-7747-750X
Aloisio Nelmo Klein[2]
https://orcid.org/0000-0002-7282-635X

RESUMO

As pastilhas de freio são componentes essenciais no sistema de frenagem de veículos, convertendo energia cinética em calor por atrito e dissipando-o. Para garantir um desempenho adequado, as pastilhas devem manter um coeficiente de atrito (COF) estável e elevado, além de possuir resistência ao desgaste, alta condutividade térmica e capacidade de frenagem suave. No presente estudo visou desenvolver pastilhas de freio sinterizadas com matriz metálica homogênea, a partir de uma mistura eficaz dos pós, além de otimizar a formulação do material de fricção por meio do uso de *Design of Experiments* (DOE) entre atritante (sílica) e lubrificante sólido (grafite). O processo de fabricação das pastilhas envolveu três etapas principais: mistura, compactação uniaxial a frio e sinterização. A mistura foi projetada para garantir a homogeneidade das partículas, utilizando 0,5%wt. de querosene para evitar a segregação do grafite. As amostras foram compactadas a 500 MPa e sinterizadas a 1050°C em atmosfera controlada (95% Ar + 5% H_2). O ensaio de tribologia foi realizado utilizando um tribômetro *Universal Mechanical Tester* (UMT) 3MO, com parâmetros específicos para medir o coeficiente de atrito e a taxa de desgaste. Os resultados mostraram que a homogeneidade das partículas foi um desafio crítico, resolvido com o uso de querosene. O DOE variou o teor de sílica (10 a 15% vol.) e grafite (15 a 20% vol.) para otimizar as propriedades tribológicas. A sílica e o grafite foram estatisticamente significativos na resposta do COF e na taxa de desgaste da amostra, enquanto a interação entre eles não foi significativa para o COF. A sílica aumentou o COF, enquanto o grafite reduziu tanto o COF quanto a taxa de desgaste da amostra.

Palavras-chave

Material de fricção; Metalurgia do pó; DOE.

Submetido em: 11/02/2025 – **Aprovado em**: 17/03/2025 – **Publicado em**: 17/03/2025

1 Doutorando, Universidade Federal de Santa Catarina, SC. mauricio.giaretton@gmail.com.
2 Docente, Universidade Federal de Santa Catarina, SC. a.n.klein@ufsc.br

CC BY

OPTIMIZATION OF COPPER MATRIX FRICTION MATERIAL USING DESIGN OF EXPERIMENTS (DOE) TO EVALUATE THE EFFECT OF GRAPHITE AND SILICA ON TRIBOLOGICAL PROPERTIES

ABSTRACT

Brake pads are essential components in vehicle braking systems, converting kinetic energy into heat through friction and dissipating it. To ensure proper performance, the pads must maintain a stable and high coefficient of friction (COF), as well as possess wear resistance, high thermal conductivity, and smooth braking capability. The present study aimed to develop sintered brake pads with a homogeneous metallic matrix, using an effective powder mixture, and to optimize the friction material formulation through the use of Design of Experiments (DOE) between abrasive (silica) and solid lubricant (graphite). The manufacturing process of the pads involved three main stages: mixing, cold uniaxial compaction, and sintering. The mixture was designed to ensure particle homogeneity, using 0.5%wt. of kerosene to prevent graphite segregation. The samples were compacted at 500 MPa and sintered at 1050°C in a controlled atmosphere (95% Ar + 5% H_2). The tribology test was conducted using a Universal Mechanical Tester (UMT) 3MO tribometer, with specific parameters to measure the coefficient of friction and wear rate. The results showed that particle homogeneity was a critical challenge, resolved with the use of kerosene. The DOE varied the silica content (10 to 15% vol.) and graphite (15 to 20% vol.) to optimize tribological properties. Silica and graphite were statistically significant in the COF response and sample wear rate, while their interaction was not significant for COF. Silica increased the COF, while graphite reduced both the COF and the sample wear rate.

Keywords

Friction Material; Powder Metallurgy; DOE.

1 INTRODUÇÃO

As pastilhas de freio desempenham um papel fundamental no sistema de frenagem de um veículo, convertendo energia cinética em calor por atrito e dissipando-o (ANDERSON, 1984). Para garantir seu desempenho adequado, é essencial que as pastilhas mantenham um coeficiente de atrito (COF) estável e elevado com o disco de freio em diferentes temperaturas, além de possuir resistência ao desgaste, alta condutividade térmica e capacidade de frenagem suave. O desempenho ideal das pastilhas de freio é essencial para garantir a segurança e eficiência dos veículos. Isso requer um coeficiente de atrito estável e elevado com o disco de freio em várias temperaturas, resistência ao desgaste, alta condutividade térmica, robustez mecânica e térmica, capacidade de frenagem suave e resistência ao efeito de fading (diminuição do coeficiente de atrito devido a altas temperaturas resultantes de frenagens intensas) sob diferentes condições ambientais (Chan e Stachowiak, 2004; Kannan, 2019).

Com base no exposto, o objetivo deste trabalho é apresentar técnicas de homogeneização dos materiais durante o desenvolvimento de uma pastilha de freio de matriz metálica, além da otimização da composição entre atritante (sílica) e lubrificante sólido (grafite) por meio do uso de *Design of Experiments* (DOE).

As pastilhas de freio são compostas por uma matriz (metálica ou orgânica–resina fenólica), componentes lubrificantes sólidos (compostos lamelares, como o grafite) e agentes abrasivos (materiais duros, como cerâmicas) (Anderson, 1984). Pastilhas de freio metálicas sinterizadas normalmente têm uma matriz de liga de cobre (Cu) ou de liga ferrosa, destacando-se por suas características superiores, como elevada resistência ao desgaste, estabilidade em altas temperaturas e coeficiente de atrito elevado. Essas propriedades proporcionam maior durabilidade, eficiência de frenagem e menor desgaste do sistema de freio, além de permitir uma frenagem mais agressiva e eficiente. Pastilhas de freio sinterizadas são especialmente relevantes para aplicações de alto desempenho que exigem frenagens súbitas em altas velocidades e temperaturas, incluindo trens de alta velocidade e veículos esportivos (GAO et al., 2007; SEO et al., 2020; KHERADMAND, 2022), hélices de turbinas eólicas, veículos militares, bicicletas e discos de embreagem de veículos pesados, como veículos de mineração e agrícolas (DANTE, 2016).

As pastilhas de freio ou materiais de fricção são produzidas pelo processo convencional de metalurgia do pó, que envolve mistura dos pós, compactação uniaxial a frio e sinterização (THÜMMLER e OBERACKER, 1993). Na mistura, é necessário que os pós estejam distribuídos uniformemente, pois assim as propriedades tribológicas serão homogêneas e contínuas, mantendo o coeficiente de atrito e a taxa de desgaste constantes. Isso garante a homogeneidade do coeficiente de atrito estável e elevado com o disco de freio em várias temperaturas, resistência ao desgaste, alta condutividade térmica, robustez mecânica e térmica, capacidade de frenagem suave e resistência ao efeito de fading sob diferentes condições ambientais (CHAN e STACHOWIAK, 2004; KANNAN, 2019).

Essas pastilhas de freio, geralmente compostas por matrizes de ligas de Cu ou Fe, requerem pressão de compactação adequada para deformar os pós das matrizes correspondentes, que variam na faixa de 400–700 MPa (THÜMMLER e OBERACKER, 1993). Essa variação na pressão de compactação se deve aos compostos lamelares contidos nas pastilhas de freio, como o grafite e o sulfeto de molibdênio (MoS_2), visto que eles não devem sofrer cisalhamento durante a compactação, pois isso compromete a resistência mecânica na direção perpendicular à compactação e a distribuição homogênea do lubrificante sólido (Wang et al., 2012; Totten, 2017; Zhang et al., 2019).

Para evitar o cisalhamento do lubrificante sólido, é essencial reduzir a pressão de compactação, aumentar a dureza dos pós da matriz, aumentar a tensão de escoamento, reduzir a deformação do material da matriz (Cu ou Fe) e evitar o cisalhamento do lubrificante sólido (Totten, 2017). Portanto, é necessário encontrar um equilíbrio na pressão de compactação das pastilhas de freio para alcançar uma alta densidade de compactação e evitar o cisalhamento do lubrificante sólido.

Estudos têm mostrado a influência da temperatura de sinterização nas propriedades das pastilhas de freio, sendo que temperaturas de sinterização mais altas diminuem a taxa de desgaste do sistema de freio (Gyimah, Huang e Chen, 2014). Além disso, a adição de materiais como Cr e CrFe pode melhorar a resistência ao lascamento da tribocamada (Zhang et al., 2019).

Durante o atrito entre as pastilhas de freio e os discos, partículas de desgaste são geradas e dispersas no ar e no ambiente, especialmente em áreas próximas a rodovias. Pastilhas de freio sinterizadas geram menos resíduos de desgaste em comparação com pastilhas orgânicas. No entanto, componentes de pastilhas de freio à base de cobre produzem resíduos ambientalmente perigosos, afetando peixes, invertebrados, plantas, anfíbios e até células pulmonares humanas. Em resposta a essas preocupações ambientais, regulamentações na Europa e nos estados da Califórnia e Washington nos Estados Unidos exigem níveis reduzidos de cobre (máximo de 0,5% em massa) e outros elementos (asbestos ou amianto, sais de cromo (VI), cádmio, chumbo, mercúrio e seus compostos) nas pastilhas de freio para veículos de passeio e comerciais leves até 2025, segundo o relatório da Ecology (2024). Essas regulamentações, no entanto, não se aplicam a veículos militares, trens de alta velocidade, hélices de turbinas eólicas e outras aplicações específicas.

2 METODOLOGIA

O processo de fabricação das pastilhas de freio envolveu três etapas principais: mistura, compactação uniaxial a frio e sinterização, descritas a seguir. A mistura foi projetada para garantir a homogeneidade das partículas, fundamental para um coeficiente de atrito constante e propriedades uniformes. As partículas foram classificadas por peneiras com tamanhos específicos e misturadas com 0,5% em massa de querosene. A composição de cada amostra, com seus teores de porcentagem volumétrica, está mostrada na Tabela 1.

Essas formulações foram baseadas em dados da literatura e de pastilhas comerciais à base de cobre. O *Design of Experiments* (DOE) foi utilizado para avaliar a melhor composição química possível em relação ao coeficiente de atrito e à taxa de desgaste da pastilha de freio e do contra corpo. Foram variando os teores de atritante (10 a 15% vol.) e lubrificante sólido (15 a 20% vol.).

Tabela 1 - Formulação das amostras utilizadas no DOE de atritante (sílica) versus lubrificante sólido (grafite)

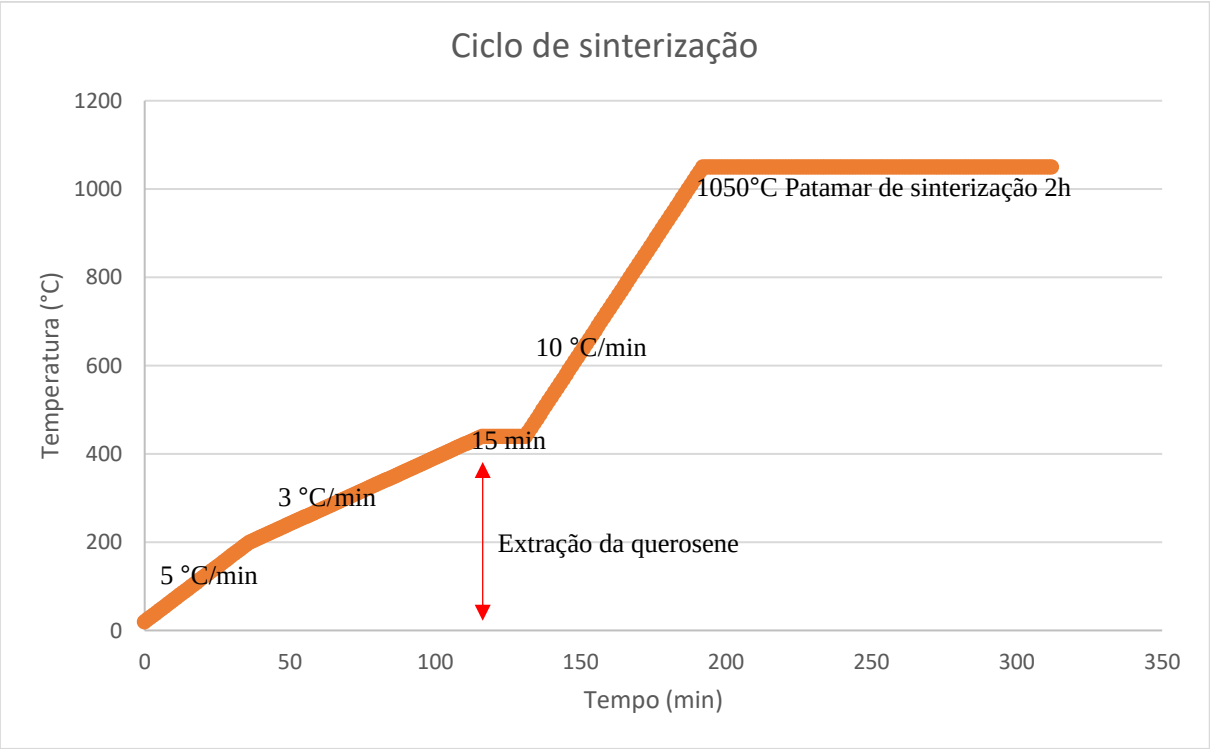
Identificação da amostra	Quantidade de amostras	Cobre (%vol.)	Sílica (%vol.)	Grafite (%vol.)	Cromo (%vol.)
F1	2	70-75	10	15	1 – 5
F2	2	65-70	15	15	1 – 5
F3	2	65-70	10	20	1 – 5
F4	2	60-65	15	20	1 – 5
F5	3	65-70	12,5	17,5	1 – 5

Fonte: do autor (2025).

A compactação foi realizada uma prensa hidráulica semiautomática (limite de 80 toneladas-força) para produção dos corpos de prova cilíndricos com 31 mm de diâmetro e 5 a 10 mm de altura. Para compactar, a pressão definida de compactação foi de 500 MPa, baseando-se em estudos prévios do autor, pois obteve a maior compactação possível da matriz de cobre sem cisalhar excessivamente o grafite. As amostras foram sinterizadas em fornos tubulares com atmosfera controlada (95% Ar + 5% H_2, fluxo de 0,4 L/min), sendo que a temperaturas de sinterização foi de 1050°C, com tempo de 2 horas de patamar. Além disso, diferentes taxas de aquecimento foram utilizadas para para minimizar distorções devido à remoção do querosene, conforme pode ser visto na Figura 1.

Para a realização do ensaio tribológico, foi utilizado o equipamento *Universal Mechanical Tester* (UMT) 3MO, da marca Bruker. O contra corpo consistiu em um cilindro de ferro fundido cinzento com 4 mm de espessura, 7,8 mm de diâmetro e dureza média de 312 ± 19 HV. A amostra utilizada foi um cilindro de 31 mm de diâmetro, com altura entre 5 e 10 mm, e uma pista de 10 mm de comprimento e 4 mm de largura (igual ao valor da espessura do contra corpo). Os parâmetros do ensaio incluíram uma frequência de 2 Hz, um tempo de 1 hora e uma força normal de 91 N, o que resultou em 144 metros de distância percorrida durante o ensaio. Ademais, foram coletados dados do coeficiente de atrito, força normal e força lateral, com uma taxa de aquisição de 5 Hz. Após o ensaio, o coeficiente de atrito (COF) médio foi mensurado através da média dos COF medidos entre os 10 e 60 minutos do ensaio, pois os primeiros 10 minutos há instabilidade do COF, visto que está sendo formado a tribocamada. Antes do ensaio tribológico, a amostra foi lixada após a sinterização em uma lixa de carbeto de silício em uma malha de 600 *mesh* e, em seguida, limpa com acetona e ultrassom por 180 segundos. Para cada amostra, foram realizadas três pistas de desgaste.

Figura 1 - Ciclo de sinterização com as taxas de aquecimento e patamar de sinterização para a amostra de cobre, além do detalhe da extração do querosene.



Fonte: do autor (2025).

Para a caracterização da superfície antes e após o ensaio, foi utilizado o interferômetro Zygo NewView 7300. Este equipamento permitiu a medição da superfície e o cálculo do volume desgastado. A análise dos dados topográficos e de superfície foi realizada utilizando o *software* MountainsMap Universal 7.4, o que permitiu o cálculo do perfil médio da pista de desgaste e, então, calcular o volume desgastado.

A taxa de desgaste do corpo (amostra) foi baseada no volume desgastado (área do perfil médio desgastado vezes o comprimento da pista, 10 mm), e a taxa de desgaste do contra corpo foi de modo similar. Assim, a taxa de desgaste foi calculada utilizando a equação 1:

$$\text{taxa de desgaste} = \frac{V_d}{F * d} \quad (1)$$

Em que V_d é o volume desgastado, F é a força normal aplicada no contra corpo durante o ensaio (91N) e d é a distância total percorrida no ensaio (144 m).

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

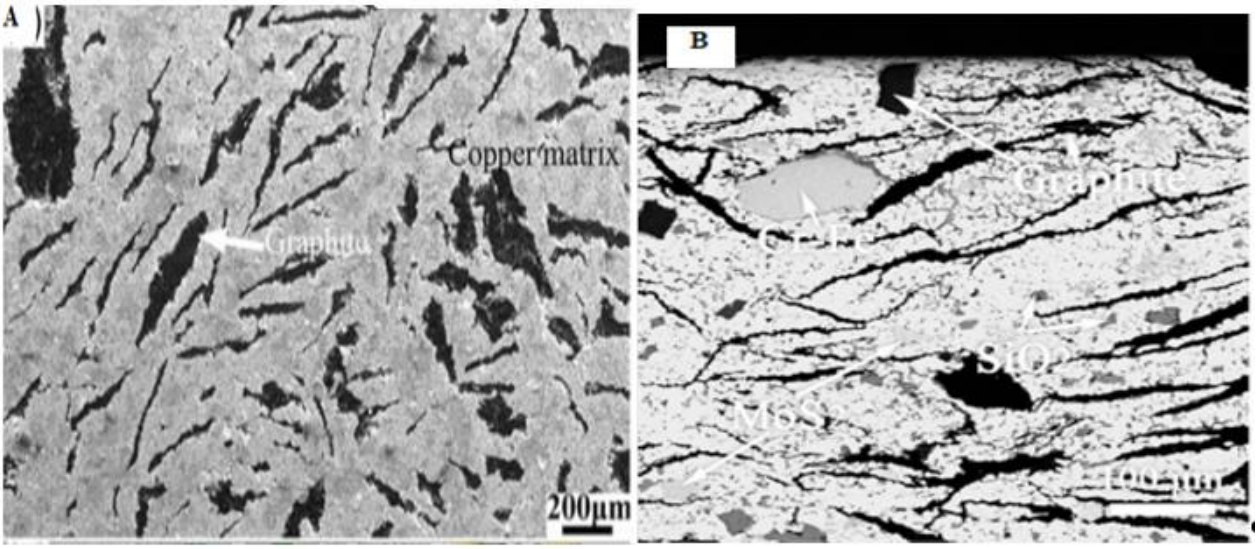
Neste tópico será discutido inicialmente o desenvolvimento da pastilha de freio, na qual foi possível obter uma distribuição homogênea das partículas e, em seguida, é abordado o DOE do material atritante versus o lubrificante sólido.

Neste último caso, é apresentado uma análise estatística do DOE e formulado um material com os teores dos elementos químicos aprimorados para atingir as melhores propriedades tribológicas, relacionadas ao coeficiente de atrito (COF) e da taxa de desgaste.

3.1 Desenvolvimento Da Pastilha De Freio Homogênea

O desenvolvimento inicial das pastilhas de freio focou em uma matriz densa e contínua, com partículas homogeneamente distribuídas. Na Figura 2, é possível observar uma pastilha comercial, a qual apresenta alguns problemas de segregações de grafite e cisalhamento dos compostos lamelares devido à pressão de compactação.

Figura 2 - Segregação de grafite durante a mistura, bem como o cisalhamento dos compostos lamelares devido à pressão de compactação. Imagem A é de Zhang et al. (2019) e imagem B é de Zhao et al. (2020).



Fonte: Adaptado de Zhao et al. (2020).

Durante o desenvolvimento das pastilhas de freio, a falta de homogeneidade foi um problema crítico. Isso ocorreu porque a pastilha é composta por materiais com diferentes propriedades, como ligações químicas, densidade, afinidade química e tamanho de partícula. Partículas mais finas tendem a se depositar no fundo, enquanto as mais grossas sobem. Da mesma forma, materiais mais densos tendem a se depositar no fundo, enquanto os menos densos sobem. Como o grafite é o material com o maior tamanho de partícula e a menor densidade entre todos os materiais da pastilha de freio, ele tende a se separar durante a mistura dos pós.

Ademais, constatou-se que as partículas mais refratárias (ou com elevada temperatura de fusão), como o grafite e os atritantes cerâmicos, não poderiam ter um tamanho inferior a 20 µm.

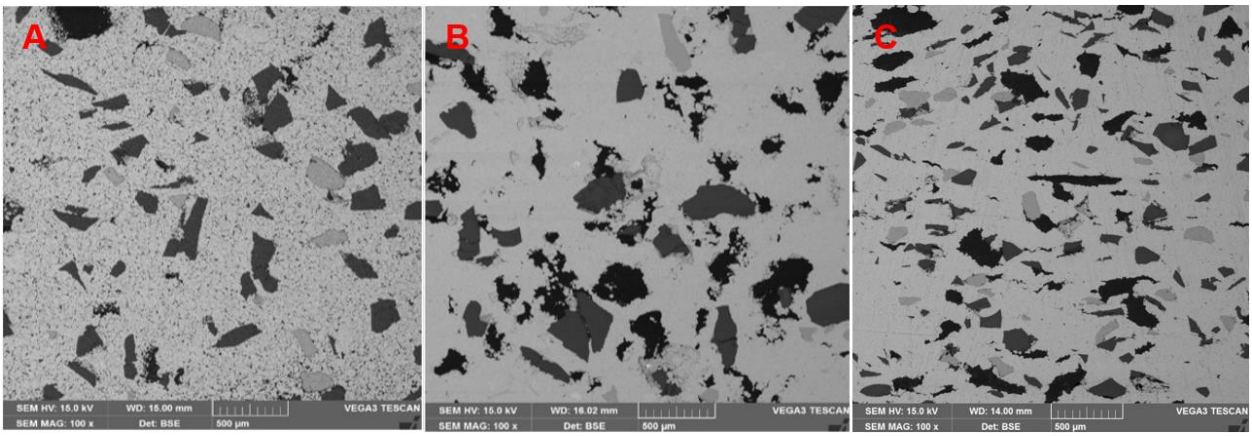
Isso porque o livre caminho médio entre cada partícula seria muito pequeno, diminuindo a difusão e, consequentemente, o transporte de massa durante a sinterização, prejudicando a densificação. Portanto, adotou-se um limite de tamanho de partícula atritante e lubrificante maior de 45 µm.

Para resolver esses problemas de falta de homogeneidade, foram realizadas várias técnicas para homogeneizar a mistura dos pós, como:

i. Granular o grafite com tamanho de partícula média menor que 10 µm com 1% de PVB em massa, e peneirar os grânulos de 250 a 500 µm. Após isso, misturar os pós da pastilha (Figura 29 B);
ii. Granular o grafite com tamanho de partícula entre 53 e 106 µm com 1% de PVB em massa, e peneirar os grânulos de 250 a 500 µm. Após isso, misturar os pós da pastilha (Figura 29 C);
iii. Utilizar misturador em “Y” e misturador turbo;
iv. Utilizar grafite com tamanho de partícula entre 45 e 75 µm, e cobre com tamanho de partícula entre 106 e 180 µm;
v. Utilizar álcool isopropílico durante a mistura;
vi. Utilizar querosene com 0,5% e 1% em massa durante a mistura.

Dos métodos citados acima, os métodos “i” e “ii” resultaram em partículas de tamanho maior, mas houve muita segregação de grafite. Os métodos “iii” e “iv” falharam completamente, ou seja, mudaram muito pouco a mistura, mesmo modificando os parâmetros dos equipamentos de mistura. O método “v” manteve a mistura uniforme até que o álcool evaporasse, e o método "vi" resultou em uma mistura totalmente homogênea que permaneceu estável por horas. O método "vi" foi inspirado em alguns artigos científicos (CHEN et al., 2021; WANG et al., 2012), que utilizam querosene para a produção de pastilhas de freio e na técnica da cerâmica de revestimento que utiliza 6-7% em volume de água para realizar *spray drying* no material do substrato que é compactado, além do processo de MIM (*metal injection molding*), que utiliza um polímero no estado “líquido” para misturar de maneira homogênea o *feedstock*. Além disso, o uso do querosene para homogeneizar as partículas se deve principalmente ao fato de ser um fluido (hidrocarboneto líquido com baixa viscosidade) que diminui/remove a repulsão eletrostática entre as partículas, pois o atrito necessário para ionizar as partículas é praticamente removido devido à adição de um fluido. A evolução do desenvolvimento da pastilha de freio, está demonstrado na Figura 3, na qual é possível visualizar o uso de grafite fino granulado (3a), grafite grosseiro granulado (3b) e grafite sintético com uso de 0,5% de querosene em teor mássico (3c).

Figura 3 - Pastilha comercial de liga de Cu, e o desenvolvimento das pastilhas realizadas pelo autor. As imagens são: grafite fino granulado (a), grafite grosseiro granulado (b), grafite sintético com querosene (c). Matriz é a cor mais clara (cobre) o 2º tom de cinza mais claro é do cromo, o tom de cinza escuro é da sílica, e o tom praticamente preto é do grafite.



Fonte: Do autor (2025)

Após o desenvolvido do material de fricção com homogeneidade da distribuição das partículas, todas as amostras foram produzidas conforme descrito em materiais e métodos, ou seja, misturadas, compactadas com 500 Mpa de pressão de compactação e sinterização com 2h de patamar em 1050°C com atmosfera controlada (95% Ar + 5% H_2, fluxo de 0,4 L/min).

3.2 DOE da Sílica Versus Grafite

Após o aprimoramento do desenvolvimento da pastilha de freio sinterizada com homogeneidade, foi proposto um *design of experiments* (DOE) variando o teor de atritante (sílica, 10 a 15%vol) e de lubrificante sólido (grafite, 15 a 20% vol) com o intuito de otimizar as propriedades tribológicas do componente, ou seja, aumentar o coeficiente de atrito e diminuir a taxa de desgaste do corpo e do contra corpo. Assim, no DOE, foram utilizadas cinco condições distintas sendo quatro pontos de extremidade com duas amostras de cada condição, além de três amostras de ponto central (12,5% sílica + 17,5% grafite) identificadas conforme a Tabela 1.

Após a sinterização das amostras, foram mensuradas as durezas da matriz utilizando um microdurômetro na escala Vickers com aplicação de 100gf (HV0.1). Os valores de dureza da matriz de cobre e dos elementos atritantes (sílica e cromo) de cada condição do experimento, estão mostrados na Tabela 2. A dureza do lubrificante sólido não foi mensurada, devido a característica do grafite e impossibilidade, devido a sua característica de autolubrificante e fragilidade. Na tabela 2, verifica-se que a dureza de cada elemento da pastilha de freio está muito similar, sendo igual estatisticamente entre cada amostra.

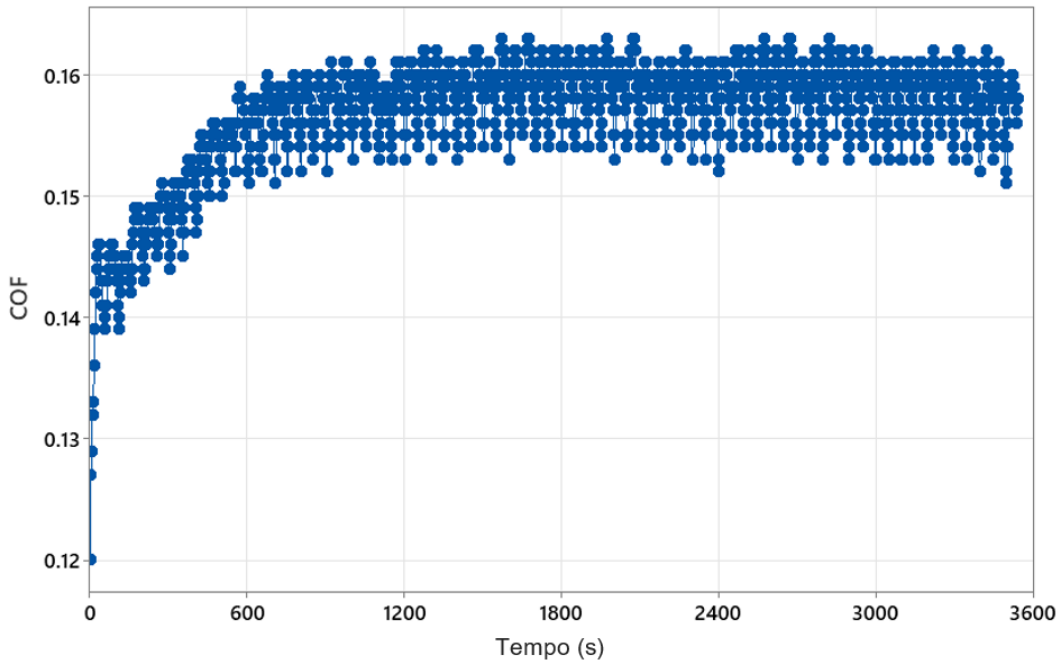
Tabela 2 - Dureza de cada elemento particulado na pastilha de freio de matriz de cobre.

Amostra	Dureza da matriz (HV0.1)	Sílica (HV0.1)	Cromo (HV0.1)
F1	60 ± 6	819 ± 32	183 ± 12
F2	59 ± 7	814 ± 25	176 ± 15
F3	58 ± 7	825 ± 28	171 ± 28
F4	56 ± 9	808 ± 17	178 ± 17
F5	59 ± 8	820 ± 20	182 ± 11

Fonte: Do autor (2025)

Após o ensaio tribológico no tribometro, foram coletados os dados da média do COF de atrito entre os 10 (600s) e 60 minutos (3600s), devido à instabilidade do COF, visto que no período inicial do ensaio tribológico está sendo formado a tribocamada, como pode ser visto na Figura 4 o coeficiente de atrito adquirido durante o ensaio tribológico para a amostra F5 (12,5% sílica + 17,5% grafite).

Figura 4 - Variação do coeficiente de atrito (COF) durante o tempo do ensaio tribológico.



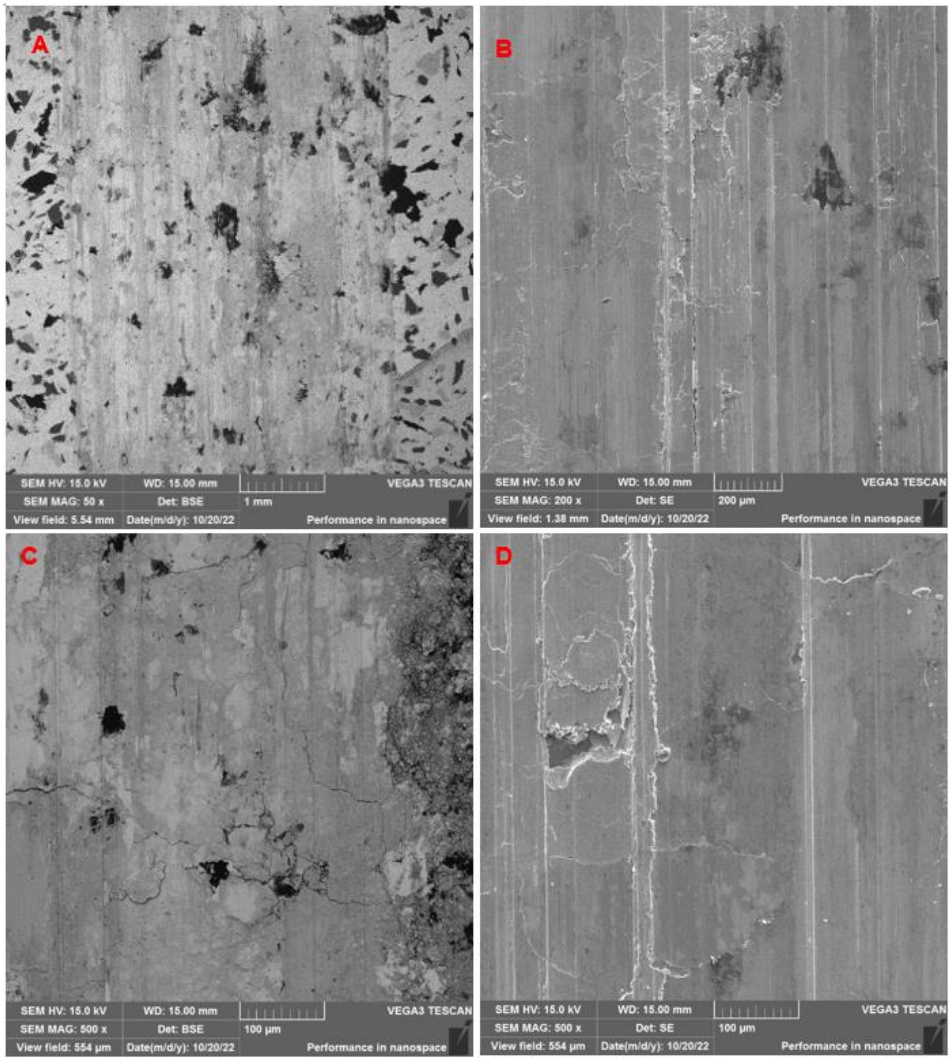
Fonte: Do autor (2025)

A pista de desgaste foi analisada utilizando um microscópio eletrônico de varredura (MEV). Observou-se que o comportamento do desgaste foi similar para todas as amostras, predominando o desgaste abrasivo, com alguns trincamentos e desplacamentos da tribocamada. As imagens da amostra F5 (12,5% vol. sílica + 17,5% grafite) ilustram esses fenômenos (Figura 5).

A Figura 5a, em modo de Elétrons Retroespalhados (BSE), presenta a pista de desgaste em macroescala, enquanto as Figura 5b e Figura 5d, em modo de Elétrons Secundários (SE), mostram o desgaste predominantemente abrasivo, com a presença de sulcos e rachaduras na tribocamada, que atuam como iniciadores do desgaste por desplacamento. A Figura 5c destaca a tribocamada, evidenciada pelos diferentes tons de cinza na imagem, o que é corroborado pela Fonte: Do autor (2025)

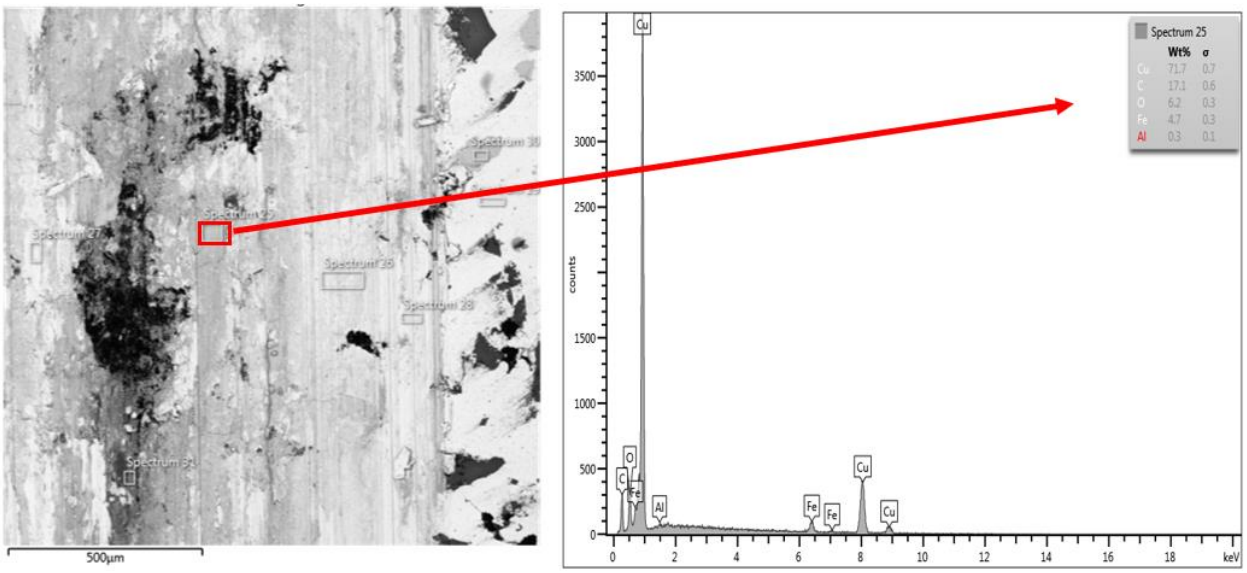
Figura *6*, que apresenta a análise de Espectroscopia de Dispersão de Energia (EDS). Esta análise revela a composição química da tribocamada, formada pela interação entre os elementos do corpo/amostra (Cu e grafite), os elementos do contra-corpo (Fe) e a atmosfera (oxigênio).

Figura 5 - Pistas de desgaste analisada após o ensaio tribológico da amostra F5, sendo: (A) 50x de magnificação em modo BSE, (B) 200x de magnificação em modo SE; (C) 500x de magnificação em modo BSE e (D) 500x de magnificação em modo SE.



Fonte: Do autor (2025)

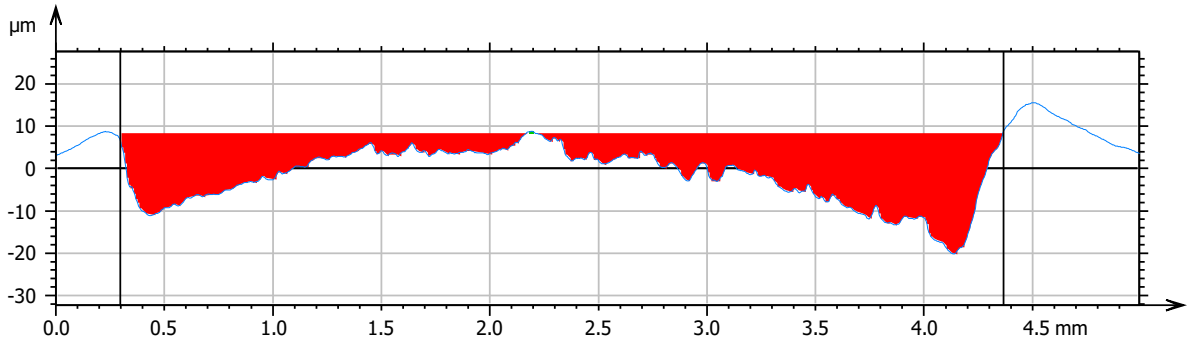
Figura 6 - Análise da composição química da tribocamada na região da pista de desgaste após o ensaio tribológico realizado por análise de EDS.



Fonte: Do autor (2025)

A taxa de desgaste da amostra foi mensurada pelo volume desgastado, calculado a partir do perfil médio da superfície desgastada da pista de desgaste, multiplicado pelo comprimento da pista (10 mm). Esse valor foi então dividido pela força normal aplicada (91 N) e pela distância percorrida durante o ensaio (144 m). Na Figura 7, é apresentado o perfil médio da pista desgastada da amostra F5, onde a taxa de desgaste foi de 33,7 10^{-6} $mm^3.N^{-1}.m^{-1}$. O resumo das médias das propriedades tribológicas mensuradas para cada condição do experimento está na Tabela 3.

Figura 7 - Perfil médio na seção transversal da pista de desgaste após o ensaio tribológico da amostra F5.



Parâmetros	Valor	Unidade
Profundidade máxima	29.0	µm
Área do buraco	44143	µm²
Altura máxima	0.00	µm
Área do pico	0.00	µm²

Fonte: Do autor (2025)

Tabela 3 - Resumo das propriedades tribológicas, coeficiente de atrito médio (COF), taxa de desgaste da amostra (*sample*) e taxa de desgaste do contracorpo (*counterface*), mensuradas em todas as amostras do DOE após os ensaios tribológicos.

Identificação da amostra	Sílica (%vol.)	Grafite (%vol.)	COF	Taxa de desgaste (sample) 10^{-6} $mm^3.N^{-1}.m^{-1}$	Taxa de desgaste (counterface) 10^{-6} $mm^3.N^{-1}.m^{-1}$
F1	10	14	0,155	38,2	0,9
F2	15	14	0,165	59,9	1,2
F3	10	20	0,152	22,8	0,6
F4	15	20	0,159	23,8	1,6
F5	12,5	17,5	0,158	33,7	0,7

Fonte: Do autor (2025)

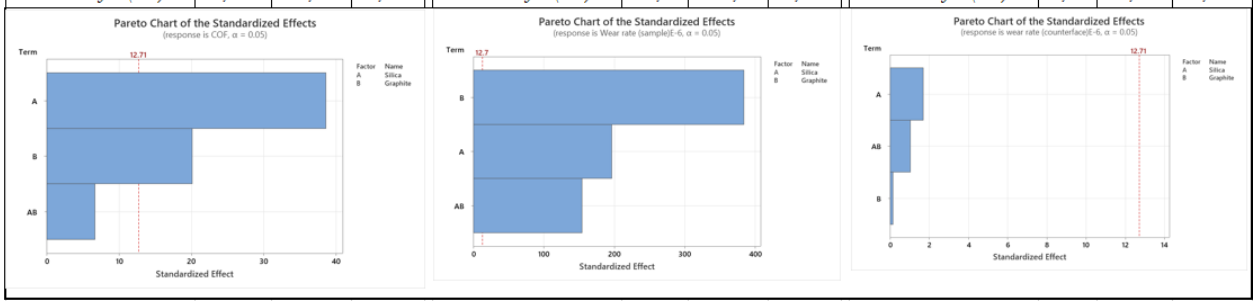
Para avaliar estatisticamente os valores mensurados das propriedades tribológicas após os ensaios e o tratamento dos dados, foi realizada uma análise de regressão fatorial do DOE utilizando o *software* estatístico Minitab. A regressão fatorial foi conduzida de três maneiras: COF versus sílica e grafite (*graphite*); taxa de desgaste da amostra (*wear rate sample*) versus sílica e grafite; e taxa de desgaste do contracorpo (*wear rate counterface*) versus sílica e grafite. Na Figura 6, são apresentados os p-valores para o efeito de cada coeficiente em cada análise, além do gráfico de Pareto, com um grau de confiança de 95%. Adicionalmente, na Figura 8, são exibidos os gráficos de contorno para as três características tribológicas avaliadas. Com base na análise estatística da Figura 6, considerando os p-valores (com grau de confiança de 95%) e os efeitos dos coeficientes no modelo, além dos gráficos de Pareto, concluímos que:

a) COF: a Silica (A) e o grafite (B) são estatisticamente significativos na resposta COF, pois o seu p-valor é menor que 0,05. Por outro lado, a interação sílica-grafite (AB) tem um p-valor de 0,094, o que indica que não é estatisticamente significativo ao nível de 5%. Além disso, o efeito positivo da sílica (A) aumenta o COF, enquanto o efeito negativo do grafite (B) reduz o COF. A interação sílica-grafite (AB) também tem um efeito negativo, mas não é considerável estaticamente. O gráfico de Pareto confirma que a sílica (A) tem o maior efeito padronizado, seguido pelo grafite (B) e pela interação (AB), que está abaixo da linha de corte de 12.7. Isto indica que valores abaixo desse, não são estatisticamente significativos ao nível de 5%.
b) Taxa de desgaste da amostra (*wear rate sample*): a sílica (A), o grafite (B) e a interação sílica-grafite (AB) são estatisticamente significativos na resposta, pois seus p-valores são menores que 0,05. O grafite (B) tem o maior efeito negativo, reduzindo significativamente a taxa de desgaste da amostra, enquanto a sílica (A) tem um efeito positivo, aumentando a taxa de desgaste. A interação sílica-grafite (AB) também tem um efeito negativo considerável. O gráfico de Pareto confirma que o grafite (B) tem o maior efeito padronizado, seguido pela sílica (A) e pela interação (AB), que são todos relevantes.

c) Taxa de desgaste do contracorpo (*wear rate counterface*): A sílica (A), o grafite (B) e a interação sílica-grafite (AB) (AB) não são estatisticamente significativos na resposta taxa de desgaste do contracorpo (*wear rate counterface*), pois seus p-valores são maiores que 0,05. Portanto, nenhum desses fatores apresenta efeitos estatisticamente significativos, e todos ficam abaixo da linha de corte de significância estatística.

Figura 8 - Resumo estatístico da análise de DOE em relação as respostas (propriedades tribológicas) e dados de entrada (sílica e grafite).

COF				Taxa de desgaste da amostra (sample)E-6				Taxa de desgaste do contracorpo (counterface)E-6			
Termo	Efeito	T-valor	P-valor	Termo	Efeito	T-valor	P-valor	Termo	Efeito	T-valor	P-valor
Constante		1544,36	0	Constante		1260,05	0,001	Constante		6,47	0,098
Sílica (A)	0,0088	38,59	0,016	Sílica (A)	13,42	196,17	0,003	Sílica (A)	0,58	1,7	0,339
Grafite (B)	-0,0054	-20,12	0,032	Grafite (B)	-30,9	-383,86	0,002	Grafite (B)	0,06	0,15	0,906
Silica*Grafite (A*B)	-0,0018	-6,71	0,094	Silica*Grafite (A*B)	-12,42	-154,29	0,004	Silica*Grafite (A*B)	0,42	1,04	0,486



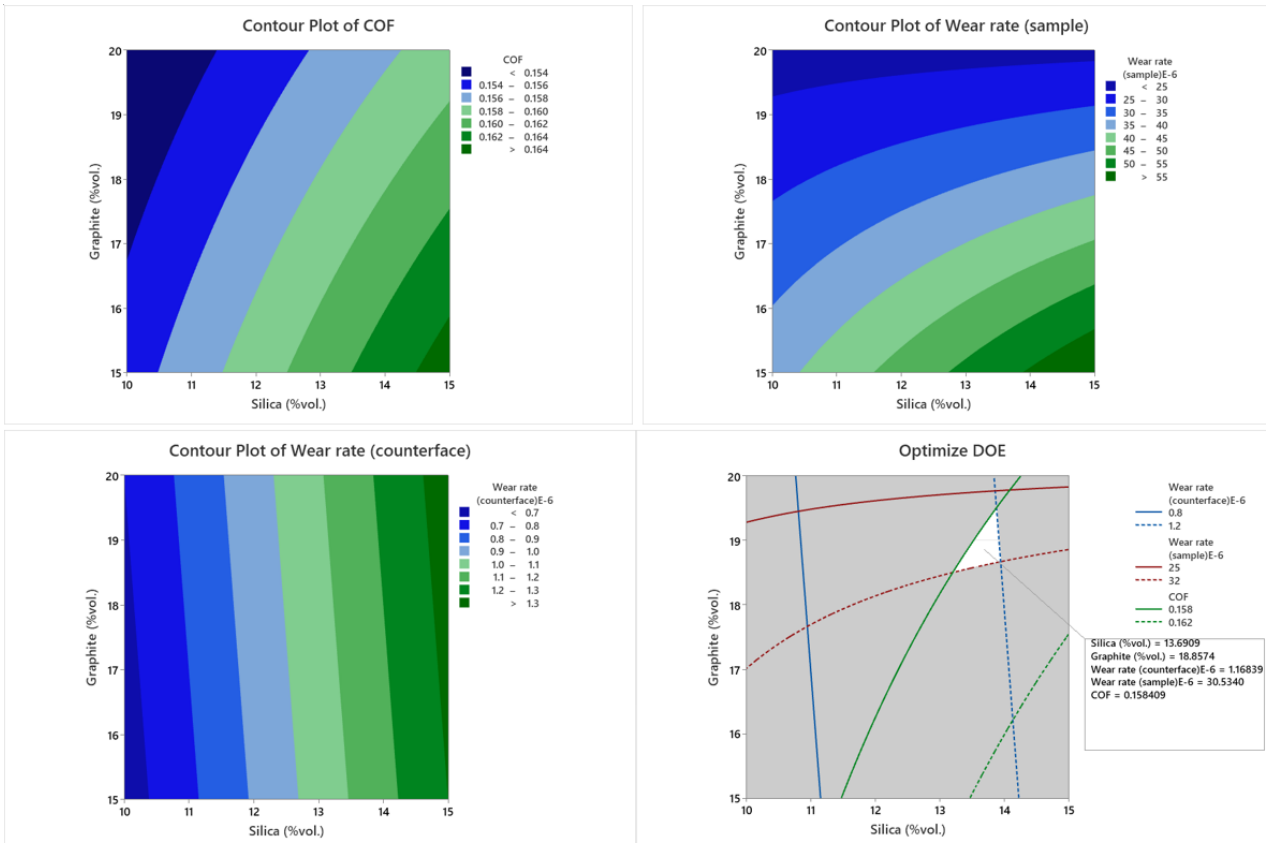
Fonte: Do autor (2025)

Diante dessa análise estatística dos dados, foram gerados os gráficos de contorno (*contour plot*) das três respostas, COF, taxa de desgaste da amostra (*wear rate sample*), e taxa de desgaste do contracorpo (*wear rate counterface*), como pode ser visto na Figura X. Para otimizar a formulação, foram sobrepostos os três *contour plot* para que a propriedade de COF você a mais alta possível, enquanto as propriedades de taxa de desgaste da amostra e do contracorpo fossem as menores possíveis. Entretanto, como os dados do taxa de desgaste do contracorpo não tem significativa estatística ao nível de 5%, foi aumentado o range do campo e, portanto, restringindo mais o COF e a taxa de desgaste da amostra. Além disso, dados experimentais mostram que a taxa de desgaste do contracorpo é em torno de 20 a 50 vezes menor que a pastilha de freio. Assim, os parâmetros definidos foram: COF entre 0,158 e 0,162; taxa de desgaste da amostra entre 25 e 32 x10-6 mm3.N-1.m-1 e taxa de desgaste do contracorpo entre 0,8 e 1,2 x 10-6 mm3.N-1.m-1, como pode ser visto na Figura 9.

Com base nos gráficos dos modelos de DOE e da avaliação estatística, foi escolhido a composição com 13,7%vol. de sílica e 18,9%vol de grafite. Assim, foram produzidas três amostras com esta formulação nos mesmos parâmetros de processo das amostras anteriores. Para os ensaios tribológicos, realizou-se nove pistas no total, sendo três de cada amostra.

Após isso, caracterizando tribologicamente, as propriedades médias mensuradas estão compiladas na Tabela 4.

Figura 9 - Os gráficos de contorno (*contourn plot*) para as 3 respostas tribológicas em relação as variáveis de entrada (grafite e sílica), além da sobreposição dos gráficos de contorno com a formulação otimizada (*optimize* DOE).



Fonte: Do autor (2025)

Tabela 4 - Resumo das propriedades tribológicas médias da amostra após otimização da formulação da pastilha de freio.

Identificação da amostra	Sílica (%vol.)	Grafite (%vol.)	COF	Taxa de desgaste (sample) 10^{-6} $mm^3.N^{-1}.m^{-1}$	Taxa de desgaste (counterface) 10^{-6} $mm^3.N^{-1}.m^{-1}$
F6 (optimize DOE)	10	15	0,158	29,2	1,3

Fonte: Do autor (2025)

Verifica-se que as propriedades do material de fricção foram otimizadas e praticamente todas ficaram próximas ao modelo do DOE, exceto a taxa de desgaste do contracorpo (*counterface*). Isto era esperado, pois a análise estatística afirmou que o modelo de taxa de desgaste do contracorpo não era significativo no nível de 5%.

Sendo assim, as outras duas respostas estão muito próximas do modelo e as propriedades foram aprimoradas, além da relação entre *wear rate sample:counterface* ter ficado acima do 20:1, o que é um material válido para aplicação.

4 CONCLUSÃO

O desenvolvimento inicial das pastilhas de freio focou em uma matriz densa e contínua, com partículas homogeneamente distribuídas. A homogeneidade das partículas foi um desafio crítico devido às diferentes propriedades dos materiais constituintes, como densidade e tamanho de partícula. Diversas técnicas foram testadas para homogeneizar a mistura dos pós, sendo o uso de querosene o método mais eficaz, resultando em uma mistura estável e homogênea.

A partir do aprimoramento da homogeneidade, foi realizado um *Design of Experiments* (DOE) variando o teor de atritante (sílica) e lubrificante sólido (grafite) para otimizar as propriedades tribológicas das pastilhas de freio. Os resultados estatísticos mostraram que a sílica (A) e o grafite (B) são estatisticamente significativos na resposta do coeficiente de atrito (COF), com p-valores menores que 0,05. A sílica apresentou um efeito positivo, aumentando o COF, enquanto o grafite teve um efeito negativo, reduzindo o COF. A interação entre sílica e grafite (AB) não foi estatisticamente significativa para o COF, com um p-valor de 0,094.

Para a taxa de desgaste da amostra, tanto a sílica quanto o grafite, assim como a interação entre eles, foram estatisticamente significativos, com p-valores menores que 0,05. O grafite teve o maior efeito negativo, reduzindo significativamente a taxa de desgaste, enquanto a sílica teve um efeito positivo, aumentando a taxa de desgaste. A interação entre sílica e grafite também apresentou um efeito negativo considerável.

No entanto, para a taxa de desgaste do contracorpo (CWR), nenhum dos fatores (sílica, grafite e interação) foi estatisticamente significativo, com p-valores maiores que 0,05. Isso indica que esses fatores não apresentaram efeitos estatisticamente significativos na taxa de desgaste do contracorpo.

A análise estatística dos dados permitiu a geração de gráficos de contorno para otimizar a formulação das pastilhas de freio. A composição otimizada foi de 13,7% em volume de sílica e 18,9% em volume de grafite. As amostras produzidas com esta formulação apresentaram propriedades tribológicas próximas ao modelo do DOE, com exceção da taxa de desgaste do contracorpo, que não foi significativa ao nível de 5%. Em resumo, as técnicas de homogeneização e a otimização da composição entre atritante e lubrificante sólido resultaram em pastilhas de freio sinterizadas com propriedades tribológicas aprimoradas. Este estudo contribui para o desenvolvimento de pastilhas de freio mais eficientes e duráveis, com potencial para aplicações em diversas indústrias, incluindo automotiva, militar e ferroviária.

REFERÊNCIAS

ANDERSON, A. E. Friction and wear of automotive brakes, in: ASM handbook, vol. 7. Powder Metallurgy, **ASM International**, USA, 1984, pp. 569–577.

CHAN, D. STACHOWIAK, G.W. Review of automotive brake friction materials, **Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part D: Journal of Automobile Engineering**, vol. 218, 2004.

DANTE, R. C. Handbook of friction Materials and their applications. **Elsevier**, 2016.

ECOLOGY, Washington State Department of. Friction Material Market - Market Research Reports, Industry Analysis and Market Trends | Mordor Intelligence. Disponível em: https://www.mordorintelligence.com/pt/industry-reports/friction-material-market Acesso em: dez. 2024.

GYIMAH, G. K., HUANG, P., CHEN, D. Dry Sliding Wear Studies of Copper-Based Powder Metallurgy Brake Materials. **Journal of Tribology**, vol. 136, 2014.

KANAN, K. R. et al. Tribological performance of heavy-duty functionally gradient friction material (Cu- Sn-Fe-C_g-SiC-Al_2O_3) synthesized by PM route. **International Conference on Materials, Manufacturing and Machining**, 2019.

KHERADMAND, A. et al. Tribological Characterization of Reinforced Fe Matrix Composites with Hybrid Reinforcement of C, Cu, and SiC Particulates. **Crystals**, vol. 12, 2022.

SEO, H. et al. Effect of disc material on particulate matter emissions during high-temperature braking. **Tribology International**, 2020.

THÜMMLER, F; OBERACKER, R. **Introduction to powder metallurgy**. The Institute of Materials Series on Powder Metallurgy. 1993.

TOTTEN, G. E. Friction, Lubrication, and Wear Technology, **ASM Handbook**, Vol. 18, 2017.

CHEN, F. et al. Tribological behavior and mechanism of h-BN modified copper metal matrix composites paired with C/C–SiC. **Wear**. Vol. 486-487, 2021.

WANG, Y. et al. Effect of graphite on properties of copper-based brake pads material made by powder metallurgy. **Powder Metallurgy Technology**, vol. 30, 2012.

ZHANG, P. et al. The Synergistic Effect of Cr and CrFe Particles on the Braking Behavior of Cu-Based Powder Metallurgy Brake Pads. **Tribology Transactions**, 2019.