

CARLOS HENRIQUE BENTO DE ARAÚJO

**COMPARAÇÃO DE AGLOMERANTES PARA A
PRODUÇÃO DE PASTILHAS DE CONTATOS
ELÉTRICOS Ag/WC 60/40**

São Paulo
2008

CARLOS HENRIQUE BENTO DE ARAÚJO

**COMPARAÇÃO DE AGLOMERANTES PARA A
PRODUÇÃO DE PASTILHAS DE CONTATOS
ELÉTRICOS Ag/WC 60/40**

Trabalho de formatura apresentado à
Escola Politécnica da Universidade de
São Paulo para a obtenção do Diploma de
Engenheiro de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Fernando José
Gomes Landgraf

São Paulo

2009

À minha família e aos meus amigos.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a toda minha família, em especial aos meus pais, avós e irmã, que sempre me incentivaram.

Gostaria de agradecer aos meus grandes amigos de São Caetano, os quais sempre estiveram ao meu lado. Agradeço também a todos os meus amigos da faculdade e às pessoas que moraram comigo na Alemanha. Gostaria de fazer um agradecimento especial a Sarah, que me apoiou e ajudou muito na realização deste trabalho de formatura.

Eu gostaria de agradecer também às pessoas que trabalham comigo na Umicore Brasil e às pessoas que trabalharam comigo na Umicore Alemanha pela contribuição que deram na minha formação profissional. Um agradecimento especial deve ser feito ao Dr. Bernd Kempf, ao Dr. Sebastian Fritzsche e ao Dr. Carsten Böhme que me auxiliaram durante a execução do projeto que viabilizou a realização deste trabalho de formatura e permitiram que eu o utilizasse como base do meu trabalho.

Finalmente, agradeço ao meu professor orientador deste trabalho de formatura, Prof. Landgraf, pelo auxílio e incentivo.

RESUMO

Durante a fabricação de pastilhas de contato elétrico Ag/WC 60/40 produzidas pelo processo prensagem/sinterização/infiltração, freqüentemente torna-se necessário o uso de aglomerantes para granular o pó misturado. Isto ocorre, pois a utilização de um pó granulado viabiliza a etapa de prensagem destas pastilhas, já que o processo de granulação aumenta a escoabilidade do pó na prensa e os aglomerantes aumentam a resistência a verde das pastilhas prensadas. No entanto, após a prensagem os aglomerantes perdem sua utilidade e devem ser eliminados através da etapa de queima de aglomerante, a qual pode ocasionar problemas de porosidade no produto final, se mal executada.

Neste trabalho, compararam-se dois lotes de pastilhas de contato elétrico Ag/WC 60/40, as quais foram produzidas com pós granulados com aglomerantes diferentes através de granulação por peneira. Para a realização desta comparação, ambos os aglomerantes e os subprodutos de cada uma das etapas produtivas do processo produtivo padrão (pós granulados, pastilhas prensadas, pastilhas sinterizadas e pastilhas infiltradas) foram caracterizados. Ao término desta comparação, escolheu-se o melhor aglomerante, utilizando-se a porosidade residual no produto final como critério de seleção.

Após a seleção do melhor aglomerante, iniciou-se a segunda fase deste trabalho, na qual se confirmou a possibilidade de otimização do processo produtivo padrão das pastilhas produzidas com o aglomerante selecionado. A otimização foi feita através da redução do tempo que as amostras permanecem no forno durante as etapas de queima de aglomerante, sinterização e infiltração. Para esta análise, comparou-se a microestrutura das pastilhas de contato elétrico produzidas pelo processo produtivo padrão e pelo processo produtivo otimizado.

Palavras-chave: Processos de fabricação. Conformação Mecânica.

ABSTRACT

During manufacturing of electrical contact tips Ag/WC 60/40 produced by the pressing/sintering/infiltration process, it is often necessary the use of binders, in order to granulate the blended powder. This occurs, because the utilization of a granulated powder makes viable the pressing of the green tablets, since the granulation process increases the flowability of the powder in the press machine and the binders increase the green strength of the green tablets. However, after pressing, the binders lose their utility and must be burned out by a debinding step, which can cause porosity in the final product, if badly executed.

In this work, it was compared two batches of electrical contact tips Ag/WC 60/40, which were produced with powders that were granulated with different binders by sieve granulation. In order to execute this comparison, both binders and the sub-products of each process stage of the standard productive process (granulated powder, green tablets, sintered tablets and infiltrate tablets) were characterized. At the end of this comparison, the best binder was chosen, using the residual porosity as selection criteria.

After the selection of the best binder, a second phase of this work began, in which it was confirmed the possibility of optimization of the standard productive process of the samples that were produced with the selected binder. The optimization was made by reducing the time that the samples stay in the furnace during debinding, sintering and infiltration. For this analysis, the microstructures of the electrical contact tips, which were produced by the standard process and by the optimized process, were compared.

Keywords: Fabrication process. Metalworking.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

FIGURA 3.1 – ESTRUTURA DA EMPRESA UMICORE	21
FIGURA 4.1 – OPERAÇÕES DE UM CONTATO ELÉTRICO POR PRESSÃO.	25
FIGURA 4.2 – COMPARAÇÃO ENTRE DENSIDADE, DUREZA E CONDUTIVIDADE ELÉTRICA DE AG/W E DE AG/WC ..	38
FIGURA 4.3 – PRINCIPAIS APLICAÇÕES DOS CONTATOS ELÉTRICOS	39
FIGURA 4.4 – FLUXOGRAMA DOS MÉTODOS DE PRODUÇÃO DE CONTATOS ELÉTRICOS AG/W E AG/WC.....	40
FIGURA 4.5 – RELAÇÃO ENTRE A COMPOSIÇÃO FINAL DO CONTATO ELÉTRICO E O PROCESSO PRODUTIVO	41
FIGURA 4.6 – PROCESSO DE REDUÇÃO GALVÂNICA	44
FIGURA 4.7 – PROCESSO DE REDUÇÃO ELETROLÍTICA	45
FIGURA 4.8 – PROCESSO DE ATOMIZAÇÃO	45
FIGURA 4.9 – RELAÇÃO ENTRE TEMPERATURA DO PROCESSO E QUANTIDADE DE CARBONO COMBINADO.....	49
FIGURA 4.10 – RELAÇÃO ENTRE O PONTO DE ORVALHO E A QUANTIDADE DE ÁGUA	52
FIGURA 4.11 – FORMAÇÃO DE GRÂNULOS E ELIMINAÇÃO DO PROBLEMA DE SEGREGAÇÃO	55
FIGURA 4.12 – MECANISMO DE FORMAÇÃO DE GRÂNULOS ATRAVÉS DA GRANULAÇÃO VIA ÚMIDA	57
FIGURA 4.13 – PROCESSO DE GRANULAÇÃO EM LEITO FLUIDIZADO	58
FIGURA 4.14 – GRANULADOR DE ALTA INTENSIDADE	58
FIGURA 4.15 – SPRAY-DRYER.....	60
FIGURA 4.16 – PROCESSO DE GRANULAÇÃO UTILIZANDO PRESSÃO.....	61
FIGURA 4.17 – ETAPAS DA PRENSAGEM.....	62
FIGURA 4.18 – CURVA TÍPICA DE VARIAÇÃO DA DENSIDADE A VERDE COM A PRESSÃO DE COMPACTAÇÃO.....	63
FIGURA 4.19 – COMPARAÇÃO DA VARIAÇÃO DA RESISTÊNCIA MECÂNICA DE COMPACTOS DE NiFe ₂ O ₄ /Ni COM E SEM AGLOMERANTE, QUANDO SE AUMENTA A TEMPERATURA	65
FIGURA 4.20 – DEFINIÇÃO DE ÂNGULO DE CONTATO.....	68
FIGURA 4.21 – SEQÜÊNCIA DO PROCESSO DE INFILTRAÇÃO.....	70
FIGURA 5.1 – ESPECIFICAÇÕES PARA A MONTAGEM DO FUNIL HALL	79
FIGURA 5.2 – ESPECIFICAÇÕES DO FUNIL HALL.....	79
FIGURA 5.3 – REPRESENTAÇÃO DE UM TESTE DE COMPRESSÃO.....	81
FIGURA 5.4 – FLUXOGRAMA DO PROCESSO PRODUTIVO DA PASTILHA AG/WC 60/40.....	82

FIGURA 5.5 – DESENHO ESQUEMÁTICO DA PASTILHA PRENSADA.....	85
FIGURA 5.6 – RELAÇÃO ENTRE PRESSÃO DE COMPACTAÇÃO E DENSIDADE A VERDE.....	86
FIGURA 5.7 – DETERMINAÇÃO DA PRESSÃO DE COMPACTAÇÃO.	88
FIGURA 6.1 – FTIR DO AGLOMERANTE “A”.....	92
FIGURA 6.2 – FTIR DO AGLOMERANTE “B”.....	92
FIGURA 6.3 – TG DO AGLOMERANTE “A”	93
FIGURA 6.4 – TG DO AGLOMERANTE “B”.	93
FIGURA 6.5 – MICROESTRUTURA DO PÓ AG/WC 40/60 SEM AGLOMERANTE (250:1).	95
FIGURA 6.6 – MICROESTRUTURA DA PARTE FINA DO PÓ GRANULADO “PB” (<0,3MM) (250:1).....	95
FIGURA 6.7 – MICROESTRUTURA DO PÓ GRANULADO “PB” (PARTÍCULAS ENTRE 0,3 E 0,8MM) (50:1).....	95
FIGURA 6.8 – MICROESTRUTURA DA PARTE FINA DO PÓ GRANULADO “PB” (<0,3MM) (50:1).....	95
FIGURA 6.9 – RESISTÊNCIA A VERDE DE PASTILHAS FEITAS COM “PA”	99
FIGURA 6.10 – RESISTÊNCIA A VERDE DE PASTILHAS FEITAS COM “PB”.....	99
FIGURA 6.11 – MICROESTRUTURA DA PASTILHA FEITA COM PÓ “PA” (12,5:1).....	103
FIGURA 6.12 – MICROESTRUTURA DA PASTILHA FEITA COM PÓ “PA” (100:1).....	103
FIGURA 6.13 – MICROESTRUTURA DA PASTILHA FEITA COM PÓ “PB” (12,5:1)	103
FIGURA 6.14 – MICROESTRUTURA DA PASTILHA FEITA COM PÓ “PB” (100:1)	103
FIGURA 6.15 – IMAGEM DE MEV DA AMOSTRA FEITA COM O PÓ “PA” (500:1).....	104
FIGURA 6.16 – IMAGEM DE MEV DA AMOSTRA FEITA COM O PÓ “PA” (1000:1).....	104
FIGURA 6.17 – ASPECTO VISUAL DA PASTILHA SUBMETIDA À ATMOSFERA MODERADAMENTE REDUTORA.....	106
FIGURA 6.18 – MICROESTRUTURA DA PASTILHA SUBMETIDA À ATMOSFERA MODERADAMENTE REDUTORA (12,5:1)	106
FIGURA 6.19 – ASPECTO VISUAL DA PASTILHA SUBMETIDA À ATMOSFERA ALTAMENTE REDUTORA.....	106
FIGURA 6.20 – MICROESTRUTURA DA PASTILHA SUBMETIDA À ATMOSFERA ALTAMENTE REDUTORA (12,5:1)....	106
FIGURA 6.21 – ASPECTO VISUAL DA PASTILHA SUBMETIDA À ATMOSFERA MODERADAMENTE REDUTORA.....	107
FIGURA 6.22 – MICROESTRUTURA DA PASTILHA SUBMETIDA À ATMOSFERA MODERADAMENTE REDUTORA (12,5:1)	107
FIGURA 6.23 – ASPECTO VISUAL DA PASTILHA SUBMETIDA À ATMOSFERA ALTAMENTE REDUTORA.....	108
FIGURA 6.24 – MICROESTRUTURA DA PASTILHA SUBMETIDA À ATMOSFERA ALTAMENTE REDUTORA (12,5:1)....	108
FIGURA 6.25 – ASPECTO VISUAL DA PASTILHA SUBMETIDA À ATMOSFERA MODERADAMENTE REDUTORA.....	109

FIGURA 6.26 – MICROESTRUTURA DA PASTILHA SUBMETIDA À ATMOSFERA MODERADAMENTE REDUTORA (12,5:1).....	109
FIGURA 6.27 – ASPECTO VISUAL DA PASTILHA SUBMETIDA À ATMOSFERA ALTAMENTE REDUTORA.....	109
FIGURA 6.28 – MICROESTRUTURA DA PASTILHA SUBMETIDA À ATMOSFERA ALTAMENTE REDUTORA (12,5:1) ..	109
FIGURA 6.29 – MICROESTRUTURA DA PASTILHA FEITA COM “PB” PELO PROCESSO OTIMIZADO (12,5:1).....	110
FIGURA 6.30 – MICROESTRUTURA DA PASTILHA FEITA COM “PB” PELO PROCESSO OTIMIZADO (100:1).....	110
FIGURA 6.31 – COMPARAÇÃO ENTRE OS PROCESSOS PRODUTIVOS PADRÃO E OTIMIZADO	112

LISTA DE TABELAS

TABELA 4.1 – PROPRIEDADES FÍSICAS DE AG/WC E AG/W	38
TABELA 4.2 – PROPRIEDADES DOS PÓS DE PRATA UTILIZADOS PARA CONTATOS ELÉTRICOS.....	43
TABELA 4.3 – PROPRIEDADES DE PÓS COMERCIAIS DE CARBETO DE TUNGSTÊNIO.....	50
TABELA 4.4 – PROPRIEDADES DAS ATMOSFERAS COMPOSTAS POR NITROGÊNIO PURO OU HIDROGÊNIO PURO	54
TABELA 4.5 – PRINCIPAIS LIGAS DE BRAZAGEM UTILIZADAS COM CONTATOS ELÉTRICOS	72
TABELA 5.1 – DENSIDADES DOS MATERIAIS QUE CONSTITUEM A PASTILHA.....	78
TABELA 5.2 – DENSIDADES TEÓRICAS	78
TABELA 5.3 – TEOR DE SÓLIDOS NOS AGLOMERANTE “A” E “B”.....	84
TABELA 5.4 – QUANTIDADE DE AGLOMERANTE NECESSÁRIA PARA GRANULAÇÃO.	84
TABELA 5.5 – CARACTERÍSTICAS DO PROCESSO DE GRANULAÇÃO.....	85
TABELA 5.6 – PESO E VOLUME DOS ELEMENTOS DA PASTILHA.	87
TABELA 6.1 – RESULTADOS DA CARACTERIZAÇÃO DO PÓ MISTURADO.	94
TABELA 6.2 – RESULTADO DOS TESTES DA CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS GRANULADO “PA” E “PB”.	97
TABELA 6.3 – DENSIDADE DAS PASTILHAS PRENSADAS.....	98
TABELA 6.4 – RESISTÊNCIA A VERDE DE PASTILHAS FEITAS COM “PA”	98
TABELA 6.5 – RESISTÊNCIA A VERDE DE PASTILHAS FEITAS COM “PB”	98
TABELA 6.6 – QUANTIDADE DE AGLOMERANTE ELIMINADA E DENSIDADE DAS PASTILHAS SINTERIZADAS.	100
TABELA 6.7 – VOLUME DE POROS DA PASTILHA SINTERIZADA E MASSA DE INFILTRANTE NECESSÁRIA PARA INFILTRAÇÃO.	102
TABELA 6.8 – MASSA DE INFILTRANTE UTILIZADA PARA INFILTRAÇÃO E QUANTIDADE DE PRATA DA PASTILHA INFILTRADA.....	102
TABELA 6.9 – DENSIDADE DA PASTILHA INFILTRADA E POROSIDADE RESIDUAL.....	102
TABELA 6.10 – PORCENTAGEM MÁSSICA DA AG E DO WC DETERMINADAS ATRAVÉS DE EDX.	105
TABELA 6.11 – DENSIDADE, POROSIDADE RESIDUAL E QUANTIDADE DE PRATA DA PASTILHA INFILTRADA.....	110

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

A	Ampere
Ag	Prata
°C	Grau Celsius
EDX	<i>Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy</i>
Eq.	Equação
€	Euro
FTIR	<i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i>
g	Gramas
h	Hora
IACS	<i>International Annealed Copper Standard</i>
J	Joule
K	Kelvin
kg	Quilograma
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
mm	Milímetro
min	Minuto
mL	Mililitro
N	Newton
Pa	Pascal
s	Segundo
T	Temperatura
V	Volt
W	Watt
W	Tungstênio
WC	Carbeto de tungstênio
µm	micrômetro
Ω	Ohm

SUMÁRIO

1	<u>OBJETIVOS</u>	15
2	<u>INTRODUÇÃO</u>	17
3	<u>A EMPRESA</u>	21
3.1	UNIDADE DE MATERIAIS TÉCNICOS	22
4	<u>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</u>	23
4.1	CONTATO ELÉTRICO	23
4.2	FUNCIONAMENTO DOS CONTATOS POR PRESSÃO	24
4.2.1	FECHAMENTO DOS CONTATOS	25
4.2.2	CONDUÇÃO DE CORRENTE	26
4.2.3	ABERTURA DOS CONTATOS	26
4.3	MECANISMOS DE FALHAS	27
4.3.1	EROSÃO DEVIDO AO ARCO ELÉTRICO	27
4.3.2	SOLDAGEM	28
4.3.3	FORMAÇÃO DE PONTE DE FUSÃO	28
4.3.4	OXIDAÇÃO	29
4.4	MATERIAIS PARA CONTATO	29
4.5	MATERIAIS UTILIZADOS EM CONTATOS ELÉTRICOS	32
4.5.1	O USO DA PRATA	33
4.5.2	O USO DO TUNGSTÊNIO COMO CONTATO ELÉTRICO	35
4.5.3	COMPÓSITOS	35
4.5.3.1	Compósitos com materiais refratários – Ag/W e Ag/WC	36
4.5.4	PRINCIPAIS APLICAÇÕES DOS CONTATOS ELÉTRICOS	39
4.6	PROCESSO PRODUTIVO	40
4.6.1	PRODUÇÃO DO PÓ	42
4.6.1.1	Produção do pó de prata	42
4.6.1.2	Produção do pó de tungstênio	46
4.6.1.3	Produção do carbeto de tungstênio	48
4.6.2	MISTURA DOS PÓS	50
4.6.3	ATMOSFERAS	51

4.6.4	GRANULAÇÃO.....	55
4.6.4.1	Granulação via úmida.....	57
4.6.4.2	Granulação via líquida.....	59
4.6.4.3	Granulação via seca.....	60
4.6.5	PREENSAGEM.....	61
4.6.6	QUEIMA DO AGLOMERANTE/SINTERIZAÇÃO	63
4.6.7	INFILTRAÇÃO	67
4.6.7.1	Mecanismo de infiltração	67
4.6.7.2	Técnicas de infiltração.....	69
4.6.7.3	Infiltração de Ag/W e Ag/WC.....	70
4.6.8	MONTAGEM	71

5 MATERIAIS E MÉTODOS..... 73

5.1	NOMENCLATURA.....	74
5.2	MÉTODOS DE CARACTERIZAÇÃO.....	74
5.2.1	DENSIDADE TEÓRICA, DENSIDADE RELATIVA E POROSIDADE.....	74
5.2.1.1	Cálculo da densidade teórica	77
5.2.2	ENSAIO DE ESCOABILIDADE.....	78
5.2.3	DEFINIÇÃO DE DENSIDADE APARENTE	79
5.2.4	TESTE DE COMPRESSÃO.....	80
5.3	MATÉRIA-PRIMA UTILIZADA.....	81
5.4	PROCESSO PRODUTIVO PADRÃO.....	82
5.4.1	MISTURA.....	83
5.4.2	GRANULAÇÃO.....	83
5.4.3	PREENSAGEM	85
5.4.3.1	Determinação da pressão de compactação	86
5.4.4	QUEIMA DO AGLOMERANTE E SINTERIZAÇÃO	88
5.4.5	INFILTRAÇÃO	89
5.5	OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO	89

6 RESULTADOS E DISCUSSÃO 91

6.1	CARACTERIZAÇÃO DOS AGLOMERANTES	91
6.2	CARACTERIZAÇÃO DAS ETAPAS DO PROCESSO PRODUTIVO PADRÃO	93
6.2.1	CARACTERIZAÇÃO DO PÓ MISTURADO	94
6.2.2	CARACTERIZAÇÃO DO PÓ GRANULADO.....	95

6.2.3	CARACTERIZAÇÃO DA PASTILHA PRENSADA	97
6.2.4	CARACTERIZAÇÃO APÓS QUEIMA E SINTERIZAÇÃO	99
6.2.5	CARACTERIZAÇÃO APÓS INFILTRAÇÃO.....	102
6.3	OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO	105
6.3.1	AMOSTRAS SUBMETIDAS A 20 MINUTOS A T_D E A 20 MINUTOS A T_I	106
6.3.2	AMOSTRAS SUBMETIDAS A 20MIN A T_D E A 40MIN A T_I	107
6.3.3	AMOSTRAS SUBMETIDAS A 40MIN A T_D E A 40MIN A T_I	108
6.3.4	COMPARAÇÃO ENTRE AS PASTILHAS PRODUZIDAS PELOS PROCESSOS PADRÃO E OTIMIZADO.....	110
7	<u>CONCLUSÃO</u>	<u>113</u>
	<u>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</u>	<u>115</u>

1 OBJETIVOS

Este trabalho de formatura consiste em duas fases, sendo que a segunda fase é dependente dos resultados da primeira.

A primeira etapa visa à apresentação de um estudo realizado para a seleção do melhor aglomerante para a produção de contatos elétricos de Ag/WC 60/40 através da comparação entre pastilhas deste material, fabricadas através do processo prensagem/sinterização/infiltração, as quais foram produzidas a partir de pós granulados com dois aglomerantes diferentes (aglomerante “A” e aglomerante “B”). O critério utilizado para a escolha do aglomerante será a presença de porosidade na pastilha infiltrada, pois quanto menor for a quantidade de poros encontrada, melhor será o aglomerante.

Após o término da primeira etapa e, consequentemente, a escolha do melhor aglomerante, objetiva-se avaliar a possibilidade de otimização do processo produtivo padrão das pastilhas produzidas com este aglomerante, através da redução do tempo que estas permanecem no forno durante as etapas de queima de aglomerante, sinterização e infiltração. Esta análise será feita comparando-se a microestrutura das pastilhas de contato elétrico produzidas pelo processo produtivo padrão e pelo processo produtivo otimizado.

2 INTRODUÇÃO

Aglomerantes são utilizados na produção de contatos elétricos a base de prata e material refratário para viabilizar a operação de prensagem, pois o pó misturado constituído por estes materiais não apresenta a escoabilidade necessária para alimentar uniformemente as prensas automáticas, causando variações no peso e na espessura das pastilhas, quando estas são produzidas em larga escala. Além disso, o uso de aglomerante aumenta a resistência a verde do produto prensado, permitindo o manuseio das pastilhas antes da sinterização e minimiza a segregação entre as partículas de prata e de material refratário e a formação de poeira.

No entanto, após a prensagem das pastilhas, o aglomerante perde sua função e deve ser eliminado completamente, sem deixar resíduo ou deformar a pastilha. Como os aglomerantes são formados normalmente por polímeros, os quais são decompostos a baixas temperaturas, eles são eliminados em forma de gases através de uma etapa produtiva chamada de queima do aglomerante. Quando esta etapa é feita de maneira incorreta ou quando a queima do aglomerante produz resíduo, ocorre, de acordo com ASM (1988) e Upadhyaya (1998), a formação de negro de fumo, o qual é constituído por carbono.

A contaminação de carbono livre em pastilhas de Ag/W e Ag/WC produzidas através do processo prensagem/sinterização/infiltração é prejudicial, pois, a molhabilidade da prata líquida no carbono é muito baixa, o que faz com que estes dois elementos se repilam durante a infiltração resultando em porosidade.

Este problema, que relaciona a presença de resíduos da queima do aglomerante com a porosidade final da pastilha infiltrada, foi observado na produção de um tipo de contato elétrico Ag/WC 60/40 produzido pela planta chinesa da empresa Umicore.

Para a fabricação deste material, utiliza-se o aglomerante “A” para a granulação do pó de Ag/WC, o qual é removido durante a etapa de queima do aglomerante. No entanto, após a infiltração da pastilha é observada a presença de uma quantidade excessiva de poros. Além disso, a composição química do aglomerante “A” não é conhecida, o que causa muita dependência da empresa com relação ao fabricante deste aglomerante, já que esta situação pode ocasionar um sério problema, caso o preço do aglomerante “A” repentinamente suba muito ou caso o aglomerante “A” deixe de ser produzido.

Este conjunto de fatores levou o departamento de pesquisa em desenvolvimento da unidade alemã da Umicore, onde o presente autor estagiou por cinco meses, a realizar um projeto de engenharia que visava à seleção do melhor aglomerante dentre seis aglomerantes de composições e fornecedores diferentes (aglomerante “A” e outros cinco aglomerantes). No entanto, neste trabalho de formatura, serão comparadas apenas as pastilhas produzidas com o aglomerante “A” e as pastilhas produzidas com o aglomerante que apresentou os melhores resultados durante os testes, o qual será chamado de aglomerante “B”. Os nomes reais destes aglomerantes foram omitidos por determinação da empresa.

Após a comparação entre as pastilhas produzidas utilizando-se o aglomerante “A” e as pastilhas produzidas com o aglomerante “B”, selecionou-se o melhor aglomerante e, com o pó granulado com este aglomerante, foi analisada a possibilidade da otimização do processo utilizado pela planta chinesa, através da redução do tempo de forno do processo padrão, e, consequentemente, dos custos deste processo. Esta análise foi feita comparando-se a microestrutura das pastilhas de contato elétrico produzidas pelo processo produtivo padrão e pelo processo produtivo otimizado.

Na seqüência deste trabalho de formatura serão apresentados outros cinco capítulos: “A Empresa”; “Revisão Bibliográfica”; “Materiais e Métodos”; “Resultados e Discussões”; “Conclusão”.

No capítulo 3, será descrita a empresa Umicore e a unidade de negócios “Materiais Técnicos”, a qual é a unidade onde foi realizada a parte prática deste trabalho de formatura.

No capítulo 4, será realizada uma revisão bibliográfica sobre os contatos elétricos por pressão, a qual descreverá como é o funcionamento destes contatos, quais os tipos de falhas que estes contatos podem sofrer e quais os materiais que podem ser utilizados. Além disso, as principais etapas produtivas utilizadas para a produção de pastilhas de contatos elétricos a base de Ag/W e Ag/WC serão detalhadas.

No capítulo 5, serão apresentados os métodos de caracterização que foram utilizados e quais os procedimentos que foram realizados para que os objetivos traçados no capítulo 1 fossem atingidos.

No capítulo 6, serão analisados e discutidos os resultados referentes às caracterizações dos produtos resultantes de cada etapa produtiva (pó misturado, pó granulado, pastilha prensada, pastilha sinterizada e pastilha infiltrada) do contato elétrico Ag/WC 60/40. Através da análise destes resultados, será possível comparar os aglomerantes “A” e “B” e selecionar qual é o melhor aglomerante para a produção deste contato elétrico. Ainda neste capítulo, serão apresentados e discutidos os resultados referentes à análise da viabilidade da otimização

do processo produtivo padrão deste contato elétrico Ag/WC 60/40 através da comparação entre as pastilhas produzidas através dos processos produtivos padrão e otimizado.

Por fim, no capítulo 7, será apresentada a conclusão deste trabalho de formatura.

3 A EMPRESA

A Umicore é um grupo tecnológico belga com sede em Bruxelas cujas atividades estão centradas em quatro principais áreas de negócio:

- Serviços de metais preciosos;
 - Produtos de metais preciosos e catalisadores;
 - Materiais avançados;
 - Especialidades de zinco.

Cada área de negócio é dividida em unidades de negócio, as quais são responsáveis pelo seu próprio desempenho. A estrutura completa da empresa está apresentada na Figura 3.1.

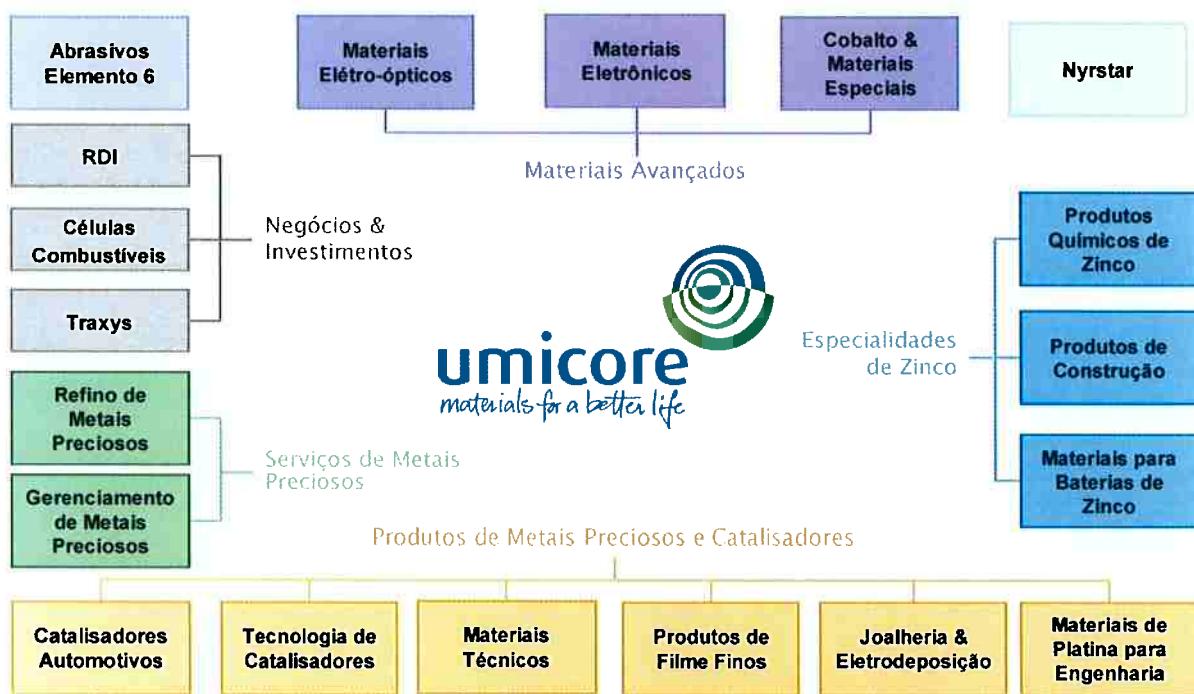


Figura 3.1 – Estrutura da empresa Umicore (Adaptado de Umicore Group, 2008).

A empresa tem como principal foco a atuação nos segmentos em que seus conhecimentos em ciência dos materiais, química e metalurgia podem fazer a diferença, seja para a fabricação de produtos que são essenciais para a vida ou de produtos que estão na ponta de novos desenvolvimentos tecnológicos.

A meta de crescimento sustentável da empresa baseia-se na sua ambição de desenvolver, produzir e reciclar materiais e, assim, oferecer soluções que se enquadrem em sua filosofia de trabalho que é “*Materials for a better life*”, ou seja, materiais para uma vida melhor.

De acordo com a empresa, o grupo Umicore está presente nos cinco continentes, com cerca de 150 sítios espalhados por 41 países diferentes, empregando cerca de 15.800 funcionários. Em 2007, a empresa gerou um volume de vendas de €8,3 bilhões (Umicore Group, 2008).

No Brasil, o grupo Umicore conta com três plantas produtivas localizadas nas cidades de Guarulhos, Americana e Manaus, as quais empregam cerca de 660 funcionários.

3.1 Unidade de Materiais Técnicos

Como o presente autor estagia na unidade de Materiais Técnicos da empresa, apenas esta unidade de negócio será apresentada neste trabalho.

A unidade de Materiais Técnicos da empresa Umicore possui sede em Hanau-Wolfgang na Alemanha e conta com cerca de 1150 funcionários divididos em 8 plantas produtivas em 5 países diferentes – Alemanha, Brasil, Itália, Estados Unidos e China.

No Brasil, a unidade de Materiais Técnicos está presente nas plantas produtivas de Manaus e de Guarulhos e conta com cerca de 200 funcionários. Nestas duas plantas, há a produção de materiais para contatos elétricos e ligas para brazagem. A planta brasileira de Guarulhos é, dentre todas as plantas produtivas da Umicore, a maior produtora de pastilhas de contato elétrico a base de Ag/W e Ag/WC.

Na Alemanha, a unidade de Materiais Técnicos concentra-se em Hanau-Wolfgang e conta com cerca de 220 funcionários. Nesta planta, produzem-se materiais para contatos elétricos, ligas para brazagem, fluxos e pastas. A planta de Hanau não produz pastilhas de contato elétrico de Ag/W e Ag/WC, porém conta com um laboratório altamente equipado, onde o presente autor realizou toda a parte prática do trabalho.

4 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

4.1 Contato elétrico

Segundo Braunovic *et al.* (2006), dá-se o nome de contato elétrico à interface formada pelos membros condutores de corrente elétrica de um dispositivo eletrônico, a qual tem como finalidade assegurar a passagem ininterrupta de corrente pelos circuitos elétricos.

No entanto, segundo Holm (1967), o nome contato elétrico pode também ser utilizado para designar os membros condutores de corrente, os quais são responsáveis pela conexão e desconexão dos circuitos elétricos. Esta terminologia será utilizada no decorrer deste trabalho de formatura.

De acordo com Braunovic *et al.* (2006), de uma maneira bastante generalizada, podemos dividir os contatos elétricos em relação à sua cinemática em dois grandes grupos: contatos fixos e contatos móveis.

Nos contatos fixos, os contatos elétricos são conectados rigidamente às unidades estacionárias de um dispositivo.

Nos contatos móveis, ao menos um contato elétrico é conectado a uma unidade móvel de um dispositivo e, dependendo das condições de operação, estes contatos são subdivididos em duas categorias (Braunovic *et al.*, 2006): contatos deslizantes e contatos por pressão (em inglês *arcig contacts* (Slade, 1999) e em alemão *Schaltender Kontakt* (Vinaricky *et al.*, 2002)).

Nos contatos deslizantes, como o próprio nome já diz, os contatos elétricos deslizam-se uns sobre os outros sem que haja separação. Neste tipo de contato, a passagem de corrente através da zona de contato é acompanhada por fenômenos físicos que provocam alterações nas características da superfície dos contatos elétricos. A severidade dos processos ocorrendo na interface do contato depende da magnitude e do caráter da corrente elétrica, da voltagem aplicada, das condições de operações e dos materiais de contato.

Neste trabalho, os chamados contatos por pressão serão mais focados, pois os materiais de contato Ag/WC e Ag/W pertencem a este grupo de contatos elétricos.

Este tipo de contato elétrico difere-se dos contatos deslizantes no que diz respeito à movimentação das unidades móveis dos dispositivos de comutação, já que os contatos por

pressão se movimentam perpendicularmente às superfícies de contato. Desta maneira, são gerados, sobre estes contatos, arcos voltaicos durante a abertura e o fechamento dos circuitos (ASM, 1990). De acordo com Braunovic *et al.* (2006) e Slade (1999), os contatos por pressão podem ser classificados conforme a severidade de sua aplicação em três diferentes categorias:

- Contatos para aplicações leves, os quais conduzem correntes muito baixas, operam em voltagens de até 250V e, por isso, não apresentam desgaste significativo devido ao arco elétrico. A boa operação destes dispositivos depende principalmente da manutenção de uma baixa e estável resistência ao contato e também da seleção correta dos materiais de contato. Exemplos de uso destes contatos são instrumentos de controle e automação e sistemas de telecomunicação.
- Contatos para aplicações moderadas, os quais conduzem correntes acima de 5A e operam com voltagem de até 1000V. Neste grupo de contatos por pressão, o desgaste elétrico é de muita importância e, por isso, fatores como soldagem dos contatos, transferência de material e erosão são essenciais para a escolha do material de contato. Este tipo de contato é utilizado em dispositivos de controle para aplicações industriais e domésticas.
- Contatos para aplicações severas, os quais conduzem correntes muito altas (dezenas de Amperes) e operam a voltagens muito altas (centenas de quilovolts). A maior parte das pastilhas de contato formadas por Ag/W e Ag/WC faz parte desta categoria e as aplicações mais comuns destes contatos são contatores, motores de partida e disjuntores.

4.2 Funcionamento dos contatos por pressão

Conforme está descrito no capítulo 4.1, nos contatos por pressão, um contato elétrico é montado sobre a unidade móvel de um dispositivo, enquanto o outro contato elétrico é montado sobre a unidade fixa deste dispositivo. A unidade móvel desloca-se perpendicularmente a superfície de contato, de acordo com a Figura 4.1.

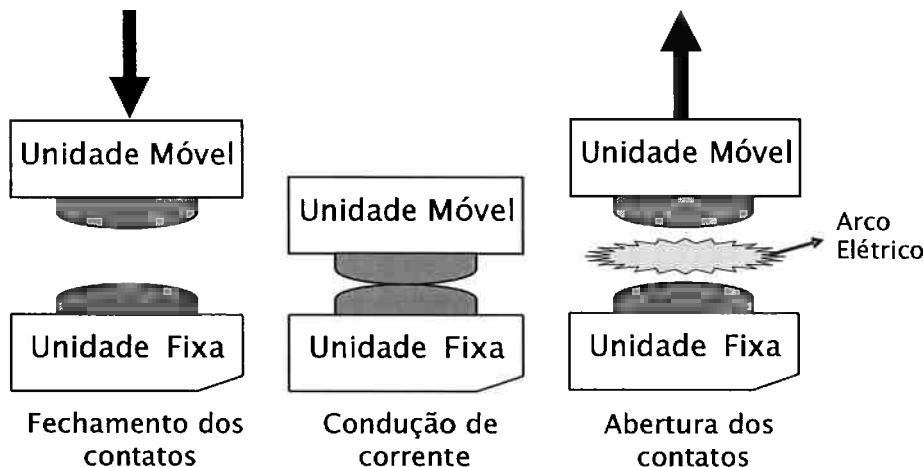


Figura 4.1 – Operações de um contato elétrico por pressão. (Adaptado de Furukawa, 1996).

Na Figura 4.1, pode ser observado que o funcionamento de contatos elétricos por pressão divide-se em três etapas: fechamento dos contatos, condução de corrente elétrica e abertura dos contatos. Estas três etapas serão detalhadas nos itens 4.2.1, 4.2.2 e 4.2.3.

4.2.1 Fechamento dos contatos

Durante esta etapa, ambos os contatos, os quais estavam separados, passam por uma operação de fechamento, na qual sofrem deformações elásticas e plásticas. Quando os contatos fecham, o contato conectado à unidade móvel bate no contato conectado à unidade fixa, o que pode fazer com que a unidade móvel ricocheteie até que toda a energia cinética se esgote.

Segundo Schröder *et al.* (1997), se houver ricochete dos contatos, um arco elétrico aparece, o qual funde a superfície do contato elétrico, tornando a soldagem dos contatos um evento crítico nesta fase. Assim, evitar o ricochete durante o fechamento dos contatos é, portanto, muito importante.

Este arco elétrico, também chamado de arco voltaico, é causado pela ruptura dielétrica dos gases entre dois eletrodos com uma diferença de voltagem. Durante o surgimento do arco, forma-se plasma, o qual é um gás ionizado com cargas livres que permitem a condução de corrente. As temperaturas da região central do arco elétrico são, de acordo com Schmidt (1979), da ordem de 6.000 °C.

Ao final desta etapa, os contatos são fechados e a operação é encerrada e inicia-se a etapa de condução de corrente.

4.2.2 Condução de corrente

Nesta fase, a corrente elétrica é conduzida pelos pontos de contato entre as duas pastilhas de contato. De acordo com Holm (1967), o número de pontos de contato entre duas pastilhas de contato com dureza tendendo ao infinito é no máximo três. No entanto, como os materiais sofrem deformações elásticas e plásticas, estes pontos têm sua área aumentada. A condução de corrente elétrica é realizada apenas por estas regiões, o que faz com que densidades de corrente muito altas passem por elas.

Por causa disso, nesta etapa, a resistência de contato e o superaquecimento são muito importantes, pois podem gerar falhas. Ambos os parâmetros são influenciados pela etapa anterior, principalmente se há a criação de filmes isolantes na superfície dos contatos durante o arco elétrico, o qual prejudica a condutividade e aumenta a temperatura durante a fase de condução de corrente.

4.2.3 Abertura dos contatos

No início desta etapa, os contatos estão fechados e serão forçados a se separarem. O arco voltaico, então, forma-se no momento em que os contatos serão separados e continua ativo até que a corrente torna-se zero. Durante esta fase, o arco elétrico é influenciado pelos campos magnéticos que o geram e este pode levar o dispositivo a falhas, as quais serão descritas na seção 4.3.

Segundo Furukawa (1996), o tempo em que o arco elétrico se mantém é uma função das medidas tomadas para extinguí-lo e do meio em que este se desenvolve, o qual pode ser o ar, um dielétrico ou o vácuo. De acordo com Schröder *et al.* (1997), para acelerar a extinção do arco elétrico, dispositivos de extinção de arco são utilizados e campos magnéticos externos são aplicados.

4.3 Mecanismos de falhas

Para os contatos elétricos contendo Ag/W e Ag/WC existem quatro mecanismos principais de falhas: erosão devido ao arco elétrico; soldagem dos contatos; transferência de material; formação de óxidos superficiais.

4.3.1 Erosão devido ao arco elétrico

Exceto em circuitos com uma voltagem ou uma corrente extremamente baixa, a presença do arco elétrico é o principal fator de falha dos contatos elétricos. Quando um par de contatos elétricos é aberto em um circuito, um arco é freqüentemente gerado entre eles, o qual permanece até que os contatos estejam separados por certa distância. Este arco gerado durante a abertura dos contatos é relativamente mais severo do que o arco que surge durante o fechamento dos contatos.

A erosão causada pelo arco depende de muitos fatores como, por exemplo, a corrente do circuito, a duração do arco, o material do contato, o tamanho do contato, a velocidade de abertura do contato, o dispositivo de extinção do arco.

Quando dois contatos elétricos estão em funcionamento, eles sofrem erosões mecânicas e elétricas. A tensão mecânica e a erosão são relativamente baixas, quando os contatos trabalham sem carga elétrica. No entanto, segundo Vinaricky *et al.* (2002), as tensões mecânicas e a erosão serão maiores, se a unidade de contato for fina, a condutividade térmica for baixa ou o carregamento elétrico for alto. Além disso, quando os contatos operam com passagem de corrente elétrica, a soldagem e a perda de material serão aumentadas significativamente devido ao efeito térmico causado pelo arco elétrico.

O aquecimento rápido e a erosão causada pelo arco podem causar a formação de trincas superficiais quando se utilizam correntes de centenas de Amperes, devido à tensão térmica gerada. Segundo Slade (1999), os defeitos superficiais resultantes de arcos anteriores podem tornar-se pontos críticos em arcos futuros.

Nestas altas taxas de corrente, segundo ASM (1990), o arco causa erosão do contato devido à expulsão de gotas de metais fundidos, vaporização do material e transformação do

metal em jatos de íons. Algumas vezes, o material vaporizado de um dos contatos, condensa-se no outro contato, alterando assim a configuração superficial de ambos. Isto é a chamada transferência de material. Além disso, de acordo com Slade (1999), o arco gera oxidação.

Conforme este autor, materiais de contato formados por prata e material refratário têm maior resistência à erosão causada pelo arco do que todos os outros materiais.

4.3.2 Soldagem

Quando um par de contatos se fecha, o arco voltaico gerado pelo ricochete destes funde uma pequena quantidade de ambos os contatos. Desta forma, quando o material fundido solidifica-se, ocorre a soldagem do par de contatos de maneira análoga à soldagem por fusão.

Um outro tipo de soldagem ocorre depois que os contatos são conectados. Para fazer com que o par de contatos torne-se mais condutor, uma carga mecânica é sempre aplicada aos pares de contato. Este carregamento provoca deformações elásticas e plásticas que fazem com que a área de contato entre os dois contatos elétricos aumente. A corrente é conduzida apenas por estas regiões deformadas, o que gera regiões com passagem de alta densidade de corrente.

Aquecimento é gerado nestas áreas e, se as temperaturas tornarem-se altas demais, os dois pontos de contato são soldados. Ocionalmente, a resistência da região soldada excede a força de abertura dos dispositivos de comutação, resultando em falhas de um sistema elétrico inteiro, pois os contatos falham ao comando de abertura.

Em contatos a base de prata e material refratário, a natureza frágil do material refratário torna-os muito resistentes à soldagem.

4.3.3 Formação de ponte de fusão

Enquanto um par de contatos elétricos está sendo aberto, a área de contato entre eles diminui gradativamente por causa da diminuição gradual da pressão de contato. Durante o processo de abertura, há um aumento muito grande na densidade de corrente passando pelas regiões deformadas, o qual provoca a fusão de materiais nestas áreas.

A separação contínua destes pontos faz com que o metal fundido forme uma ponte condutora de corrente e, à medida que os pontos de contato separam-se, a temperatura da ponte fundida eleva-se. Esta temperatura pode tornar-se alta o suficiente para evaporar os materiais presentes nos contatos antes que o circuito seja completamente aberto.

A formação de ponte de fusão durante a abertura de um par de contatos danifica levemente às superfícies dos contatos e promove a evaporação de parte do material formador da ponte. Isto geralmente resulta em furos em uma das superfícies de contato e acúmulo de material na outra, o que promove erosão em um dos contatos. Além disso, este efeito pode alterar a superfície do par de contatos de modo a interferir na separação mecânica deles.

4.3.4 Oxidação

A oxidação das superfícies de contato, a qual pode ser acelerada pela formação do arco, é um problema sério, pois a maioria dos filmes de óxidos metálicos não são bons condutores. Desta maneira, o filme de óxido pode facilmente aumentar a resistência do contato.

Em circuitos de alta corrente, isto pode causar aquecimento excessivo no contato. Já em circuitos de baixa voltagem e baixa corrente, os filmes de óxidos podem ficar tão espessos que eles isolam completamente as superfícies de contato.

O problema da oxidação acontece com mais freqüência quando um par de contatos opera em ambiente hostil, como, por exemplo, uma atmosfera poluída.

4.4 Materiais para contato

Os contatos elétricos têm sido sempre parte essencial dos circuitos elétricos. Quando os circuitos eletrônicos começaram a ser usados, apenas uma faixa bastante limitada de corrente era utilizada, na qual a corrente máxima era de apenas algumas centenas de Amperes. De acordo com Slade (1999), com o passar do tempo, esta faixa de corrente tem aumentado consideravelmente e, atualmente, contatos elétricos podem ser encontrados tanto em circuitos

de altíssima potência, conduzindo correntes de mais de 10^6 A (Mega-Amperes), quanto em circuitos eletrônicos onde as correntes podem ser tão fracas quanto 10^{-6} A (Microamperes).

Desta forma, devido a esta grande faixa de correntes, não existe um material que possua as características necessárias para todas as aplicações e, sim uma enorme gama de materiais, os quais devem ser corretamente selecionados para as diferentes utilizações possíveis.

Assim, a utilização de um determinado material como contato elétrico depende de uma variedade de propriedades elétricas e mecânicas, do tempo e das condições de serviço e do preço. Mais especificamente, para ser adequado a aplicações como contato elétrico por pressão, o material deve possuir as seguintes propriedades (Adaptado de ASM, 1990):

- Alta condutividade elétrica, pois a condução de eletricidade de um par de contatos elétricos depende somente de alguns poucos pontos de contato entre eles. Assim, quanto maior a condutividade elétrica do material, menor a quantidade de calor que irá ser gerada pela alta densidade de corrente nestas regiões.
- Alta condutividade térmica para dissipar rapidamente o calor gerado pela passagem de corrente e pelo arco elétrico. Esta propriedade também facilita a extinção do arco elétrico.
- Alta resistência a reações químicas, o que evita a formação de filmes isolantes de óxido, de sulfetos e de outros componentes.
- Imunidade aos danos causados pelo arco durante a abertura e o fechamento do contato elétrico.
- Ponto de fusão alto o suficiente para diminuir a erosão causada pelo arco elétrico, a transferência de material e a soldagem dos contatos elétricos. No entanto, o ponto de fusão deve ser baixo o suficiente para aumentar a resistência a reignição do arco elétrico durante a abertura dos contatos, pois, quando o ponto de fusão é alto, os contatos continuam a aquecer o gás presente entre eles, mesmo depois de a corrente cair para zero, o que facilita o fenômeno de reignição.
- Pressão de vapor baixa para minimizar a erosão causada pelo arco e transferência de material.
- Dureza alta para fornecer boa resistência ao desgaste.
- Ductilidade alta o suficiente para garantir a facilidade da fabricação.
- Alta pureza para garantir um desempenho ideal.

- Baixo custo.
- Não causar danos à natureza durante a produção ou o uso.

No entanto, a seleção de um material de contato elétrico não depende somente de suas próprias propriedades, mas também de fatores externos, como características do circuito, características mecânicas da aplicação e o ambiente em que é empregado.

Em relação às características de circuito, a escolha correta de um material de contato depende dos seguintes fatores:

- Tipo de corrente (contínua ou alternada).
- Voltagem do circuito (alta ou baixa).
- Amperagem do circuito (alta ou baixa).
- Tipo de carregamento, o qual pode ser indutivo, capacitivo, resistivo.

Já as características mecânicas da aplicação são importantes na seleção dos materiais de contato, pois durante o fechamento dos contatos, as forças entre os contatos estacionário e móvel são bastante significativas. Por causa disso, os seguintes fatores mecânicos devem ser considerados (ASM, 1990):

- Intensidade da força necessária para fechar os contatos.
- Natureza da força de contato.
- Freqüência das operações.
- Velocidade de abertura e fechamento dos contatos.
- Tamanho do espaço entre os contatos quando o dispositivo está completamente aberto.

Com relação aos fatores ambientais, é importante considerar para a escolha dos materiais de contatos os seguintes fatores:

- A atmosfera da aplicação, pois os materiais de contato podem reagir e formar substâncias indesejáveis.
- A temperatura do ambiente.

- A presença de contaminantes, pois estes podem causar queda drástica no tempo de serviço. Gases podem causar danos na presença de umidade, poeira ou vapores orgânicos.

Outro fator importantíssimo é relacionado à fabricação dos contatos elétricos. Os materiais de contato selecionados devem ter a capacidade de serem soldados, brazados ou fixados de outra maneira aos dispositivos de contato. Além disso, eles devem ter maleabilidade suficiente para permitir a fabricação.

Além disto tudo, segundo Slade (1999), os contatos elétricos devem ser fabricados sempre com fatores de segurança adequados a sua situação de operação. Caso esta regra não seja respeitada, acidentes fatais podem ocorrer. Um bom exemplo para exemplificar a importância da confiabilidade de um contato elétrico são os contatos presentes em um trilho de trem, os quais podem ocasionar um acidente fatal, caso falhem.

4.5 Materiais utilizados em contatos elétricos

Há muitos materiais diferentes que podem ser usados como contatos elétricos e esta escolha, como foi explicado na seção 4.4, depende de uma série de fatores como características mecânicas da aplicação, características do circuito, ambiente de aplicação e propriedades dos materiais.

De acordo com ASM (1990) e Braunovic *et al.* (2006), dentre os materiais utilizados em contatos elétricos, destacam-se o cobre, o tungstênio, o molibdênio, a platina, o paládio, o ouro, a prata e as ligas ou compósitos formados por estes materiais. O alumínio é normalmente um material ruim para contatos elétricos, pois é formado um filme isolante de óxido de alumínio em sua superfície quando esta é exposta ao ar, porém ele é utilizado em algumas aplicações por causa de suas boas propriedades elétricas e mecânicas e sua disponibilidade alta e custo baixo.

Como pode ser imaginado, nenhum elemento puro usado em contatos elétricos por pressão possui todos os requisitos para ser um material de contato ideal. A prata, por exemplo, possui excelente condutividade elétrica e térmica e boa resistência a oxidação, porém sua resistência ao arco elétrico e ao desgaste mecânico é muito baixa. O tungstênio, no entanto,

possui resistências ao arco elétrico e ao desgaste elevadas, mas possui baixa condutividade elétrica e baixa resistência à oxidação.

As propriedades de um material para contato geralmente podem ser melhoradas através da combinação de metais, seja através da formação de uma liga ou através de metalurgia do pó. Entretanto, a melhoria de determinada propriedade é normalmente alcançada às custas da deterioração de outras propriedades.

4.5.1 O uso da prata

Metais preciosos são utilizados em contatos elétricos por não formarem óxidos estáveis na presença de ar. Dentre todos os materiais preciosos, a prata é uma ótima opção para esta aplicação, pois é o metal nobre mais barato.

O cobre, outro material que possui boas propriedades elétricas e, principalmente, quando comparado aos metais nobres, custo relativamente baixo, na maioria das vezes não é um substituto da prata, pois esta possui uma ótima resistência à oxidação no ar. De maneira geral, o óxido de prata não é um problema nos contatos de prata, pois, apesar de este óxido possuir alta resistividade, segundo ASM (1990), ele decompõe-se lentamente em temperaturas de até 175°C, e decompõe-se rapidamente a cerca de 350°C, sendo completamente removido pelo arco elétrico. Esta característica auto-limpante da prata normalmente não é usual entre os metais e é uma das razões principais do uso da prata como um material de contato.

Além disso, conforme ASM (1990) e Braunovic *et al.* (2006), a prata possui as maiores condutividades térmica e elétrica dentre todos os metais na temperatura ambiente. Por causa disso, contatos de prata são capazes de conduzir altas correntes sem aquecimento excessivo. Embora tal condutividade térmica seja desejada durante a aplicação do contato, ela, de acordo com ASM (1990), aumenta a dificuldade de brazar contatos de prata nas bases do dispositivo.

Por causa da alta ductilidade da prata, podem ser fabricados contatos de diferentes formatos como rebites, anéis, pastilhas estampadas. Além disso, a prata é usada amplamente para revestimento de contatos elétricos.

As principais desvantagens da prata são os baixos pontos de fusão e de ebulação, a baixa resistência mecânica, a tendência à soldagem do contato, a baixa dureza e a tendência a formar filmes de sulfetos. Segundo ASM (1990) e Braunovic *et al.* (2006), um outro problema

do uso da prata é a difusão, sob a influência de campos elétricos aplicados, de átomos de prata através de certos materiais isolantes, tais como fibras fenólicas. Este fenômeno pode levar a falha de isolamento e aumenta com a presença de umidade.

A presença de compostos a base de enxofre no ambiente em que o contato elétrico é utilizado produz a formação de camadas indesejáveis de sulfeto de prata (Ag_2S). No entanto, estas camadas não perturbam a atividade dos contatos sujeitos a altas forças de fechamento e a altas correntes, pois os filmes de sulfeto são frágeis e decompõem-se lentamente em temperaturas acima de 360°C e mais rapidamente em altas temperaturas.

De acordo com ASM (1990), estes filmes de sulfeto, no entanto, podem produzir resistência ao contato elevado quando a força de contato, a corrente ou a voltagem são baixas e podem ainda aumentar a erosão e aprisionar poeira. Segundo Braunovic *et al.* (2006), o aparecimento destes filmes é acelerado em atmosferas úmidas, contendo gases como NO_2 , Cl_2 e O_2 e, conforme Vinaricky *et al.* (2002), eles podem se propagar por toda a superfície de contato.

É importante relembrar que a prata pertence ao grupo dos metais nobres e sua quantidade na crosta terrestre é somente $7 \times 10^{-6}\%$ (porcentagem em peso). Segundo Braunovic *et al.* (2006), o consumo de prata excede a produção do metal primário e este déficit é compensado pelo uso de metal secundário. Devido a isto, é muito importante economizar prata na fabricação dos contatos elétricos e realizar a manutenção correta destes contatos.

Contatos de prata pura possuem vida útil grande e podem ser utilizados até 600A. Em contatos de prata pura, a tendência de acontecer transferência de material pode ser um problema e isto gera acúmulos de material em uma das superfícies de contato e erosão na outra. Além disso, quando usados em circuitos de corrente contínua, os contatos de prata são sujeitos à falha por soldagem.

Como, na maioria dos casos, as propriedades dos metais puros não são suficientes para que estes atinjam os requisitos necessários para serem utilizados como contatos elétricos, utilizam-se ligas ou compósitos contendo estes materiais, melhorando assim tais propriedades.

Por exemplo, para muitas aplicações, a prata é muito mole para garantir um desgaste mecânico aceitável. A fabricação de ligas adicionando-se cobre, cádmio, platina, paládio ou ouro é efetiva para aumentar a dureza e melhorar o comportamento do contato, porém estas adições diminuem a condutividade elétrica e a resistência à oxidação. Quando não é possível a formação de ligas, a metalurgia do pó é utilizada para formar compósitos, como é o caso das pastilhas de Ag/W e Ag/WC.

4.5.2 O uso do tungstênio como contato elétrico

O principal uso de tungstênio como contatos elétricos é através da formação de compósitos com prata ou cobre. O tungstênio, o qual, de acordo com ASM (1990), foi um dos primeiros metais a serem utilizados com a prata e o cobre em aplicações de contatos elétricos, é um metal muito duro com excelente resistência ao desgaste, soldagem e transferência de material e com os mais altos pontos de fusão (3110°C) e de ebulição (5930°C) entre todos os metais. Suas principais desvantagens são baixa resistência à corrosão e a oxidação, alta resistividade elétrica e baixa usinabilidade. Por causa do alto ponto de fusão, da alta dureza e da baixa usinabilidade deste material, contatos elétricos feitos deste material são produzidos geralmente por processos de metalurgia do pó.

Após um curto período de operação, um filme de óxido é formado nos contatos, resultando em um aumento considerável na resistência do contato. Para quebrar esse filme é necessária uma alta força de fechamento dos contatos, porém, por causa da alta dureza do tungstênio, isto não causa danos ao contato elétrico.

De acordo com ASM (1990), os contatos elétricos de tungstênio puro são mais adequados para aplicações com faixas de correntes entre 1 e 5A, nas quais o impacto do fechamento dos contatos é maior do que 20N e em circuitos com alta voltagem tais como ignições automotivas, magnetos e reguladores de tensão.

Segundo Braunovic *et al.* (2006), as maiores vantagens de contatos elétricos de tungstênio são suas altas resistências ao surgimento do arco elétrico, à corrosão elétrica e à soldagem, além de um baixo desgaste mecânico.

4.5.3 Compósitos

De acordo com ASM 21 (2001), um compósito é uma combinação macroscópica de dois ou mais materiais diferentes, os quais possuem uma interface reconhecível entre eles. Este tipo de material pode ser utilizado para aplicações estruturais, térmicas, elétricas, tribológicas, ambientais. Os compósitos contendo prata que são utilizados em contatos elétricos podem ser classificados em três categorias:

- Materiais que contêm elementos refratários, tais como tungstênio, molibdênio e seus carbetos.
- Materiais que contêm elementos semi-refratários tais como óxido de cádmio (CdO), óxido de magnésio (MgO) ou óxido de estanho (SnO_2).
- Materiais que contêm elementos que não são capazes de formarem ligas, como a prata e o níquel, pois não apresentam solubilidade entre si.

Neste trabalho de formatura, apenas os compósitos que contêm prata e elementos refratários serão discutidos.

4.5.3.1 Compósitos com materiais refratários – Ag/W e Ag/WC

Os metais refratários e seus carbetos diferem-se dos outros materiais devido aos seus altos pontos de fusão e de vaporização e a sua alta dureza, porém possuem baixa condutividade elétrica e térmica e baixa resistência a oxidação. Assim, eles só podem ser usados como elementos puros, quando a aplicação é feita sob condições de baixa correntes.

Estas propriedades, no entanto, podem ser otimizadas através da formação de compósitos por metalurgia do pó. Desta forma, caso a prata ou o cobre sejam utilizados para formarem compósitos com tungstênio, molibdênio e seus carbetos, o material resultante será um material que poderá suportar maiores correntes e resistir melhor à formação de arco elétrico do que outros materiais para contato. Segundo ASM (1990), a quantidade de material refratário nestes compósitos pode variar de 10 a 90% (em peso), embora normalmente 40 a 80% de material refratário (em peso) sejam usados em disjuntores expostos ao ar ou ao óleo.

Os contatos elétricos a base de Ag/W e Ag/WC unem, então, as altas condutividades elétricas e térmicas da prata com a alta temperatura de fusão e a alta dureza do tungstênio e do seu carbeto, para formar, juntamente com o Ag/Mo, os materiais de contato elétrico mais resistentes à erosão causada pelo arco. Além disso, segundo Slade (1999), a natureza frágil do material refratário e da estrutura do compósito faz com que estes materiais sejam muito resistentes a soldagem do contato.

Esta combinação de propriedades faz com que o Ag/W e o Ag/WC, de acordo com Vinaricky *et al.* (2002), sejam escolhidos para dispositivos que têm que interromper correntes de curto-círcito muito altas.

As vantagens deste tipo de material, no entanto, devem ser balanceadas pela formação de filmes de óxidos de tungstênio e tungstate de prata (Ag_2WO_4) que podem ser formados na superfície de contato (Slade, 1976), os quais elevam significativamente a resistência dos contatos ao longo de sua vida útil. Segundo Vinaricky *et al.* (2002), a formação destes filmes ocorre a temperaturas acima de 500°C, quando os contatos expostos ao ar são submetidos a altas correntes ou a comutações muito freqüentes.

Neste aspecto, o uso de contatos elétricos Ag/WC é mais vantajoso do que o uso de Ag/W. Isto ocorre, pois a formação de tungstate de prata na superfície de contato é eliminada, devido à presença do carbeto de tungstênio, o qual pode, segundo Vinaricky *et al.* (2002), retardar também a formação de óxido de tungstênio. Leung *et al.* (1984) comprovaram este fato quando compararam as microestruturas de contatos Ag/W e Ag/WC, após estes serem submetidos a um teste de resistência de contato. Neste estudo, eles encontraram óxido de tungstênio (WO_3) e Ag_2WO_4 na superfície de contato do Ag/W, porém encontraram somente WO_3 na superfície do Ag/WC. Além disso, eles constataram que a resistência de contato após o teste foi menor para os contatos Ag/WC, o que indica que a presença de Ag_2WO_4 é a causa da maior resistência de contato encontrada no contato elétrico Ag/W após sucessivas operações. A resistência de contato do Ag/W pode ser melhorada com pequena adição de níquel (Witter, 1982) ou de cobalto (Kabayama *apud* Slade 1999).

No que diz respeito à erosão causada pelo arco elétrico, o contato elétrico Ag/WC também é melhor do que o Ag/W. Isto é confirmado por Leung *et al.* (1984), que mostram que a taxa de erosão do Ag/W é maior do que a taxa de erosão do Ag/WC, e por Lindmayer (1979), que mostra que, para correntes acima de 1000A, a erosão do contato Ag/W é maior do que a do Ag/WC. A erosão causada pelo arco é também influenciada pela porosidade. Isto é confirmado por Shea (1998), segundo o qual quanto maior a densidade relativa da pastilha de contato elétrico, menor a taxa de erosão.

De acordo com Vinaricky *et al.* (2002), para melhorar comportamento térmico durante a condução de corrente e aumentar a resistência à soldagem de pastilhas de Ag/W e Ag/WC, estas freqüentemente formam pares com pastilhas de Ag/C nos dispositivos. Isto ocorre, pois a grafite do Ag/C diminui a oxidação do tungstênio e do carbeto de tungstênio.

A Figura 4.2 mostra uma comparação destes dois materiais para outras três propriedades diferentes: densidade, dureza e condutividade térmica. Nela é mostrada que a

densidade dos contatos Ag/W é maior do que a densidade dos contatos Ag/WC. Isto é um ponto positivo para o Ag/WC, pois, para um mesmo volume, os contatos Ag/WC são mais leves do que os contatos Ag/W. Na Figura 4.2 é mostrado também que, em contatos elétricos com a mesma quantidade de W e WC (% em peso), a condutividade do Ag/W é maior do que a condutividade do Ag/WC. Assim, a quantidade de prata (% em peso) em um Ag/WC deve ser maior do que em um Ag/W para que ambos possuam a mesma condutividade elétrica. Isto é uma desvantagem para o Ag/WC, devido ao alto preço da prata. A maior dureza do Ag/WC, indicada pela Figura 4.2 ocorre devido à presença do carbeto de tungstênio, o qual é um dos materiais mais duros que existe.

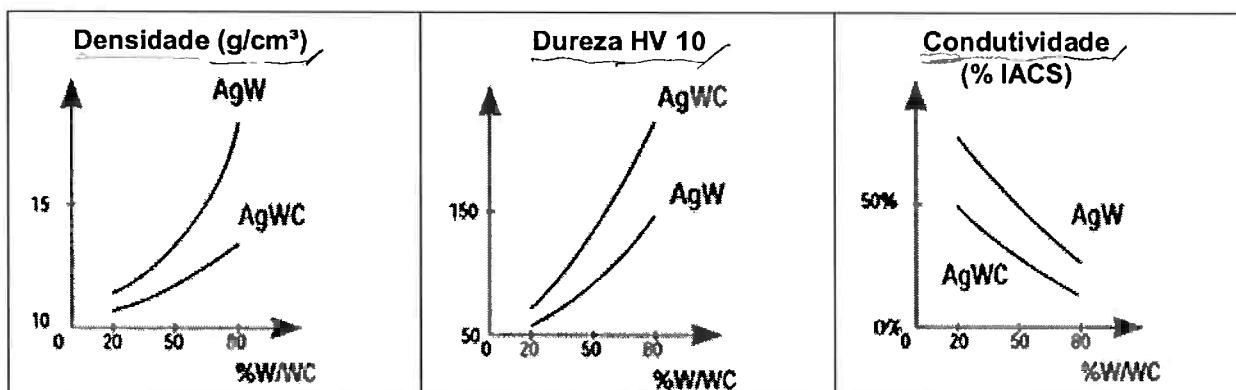


Figura 4.2 – Comparação entre densidade, dureza e condutividade elétrica de Ag/W e de Ag/WC (Metalor Technologies AS, 2008).

A estrutura de pastilhas de Ag/W e de Ag/WC são bastante similares, sendo que a microestrutura destes materiais é definida principalmente pelo tamanho e formato do pó misturado, pois estes materiais não formam ligas entre si. O tamanho de partícula do material refratário influencia na erosão, e, de acordo com Vinaricky *et al.* (2002), quanto menor o tamanho de grão, menor a taxa de erosão.

A Tabela 4.1 apresenta as características dos principais compósitos de Ag/W e Ag/WC utilizados.

Tabela 4.1 – Propriedades físicas de Ag/WC e Ag/W (Slade, 1999) e (Vinaricky *et al.*, 2002).

Material	Ag (% em peso)	Ag (% em vol.)	Densidade (g/cm³)	Condutividade Elétrica (m/Ωmm²)	Condutividade Térmica a 20°C (W/m.K)	Dureza Vickers (HV10)
Ag/WC 60/40	60	69	11,9	34	255	135
Ag/WC 50/50	50	60	12,4	29	-	200
Ag/WC 35/65	35	45	13,2	21	-	290
Ag/W 50/50	50	65	13,5	36	292	115
Ag/W 35/65	35	50	14,7	30	265	-
Ag/W 20/80	20	32	16,3	24	239	190

4.5.4 Principais aplicações dos contatos elétricos

A Figura 4.3 exemplifica as principais aplicações em que contatos por pressão são utilizados. Através desta figura é possível selecionar quais tipos de material para contato podem ser utilizados para cada uma das aplicações. Além disto, dentre os materiais que podem ser utilizados, é possível selecionar aquele que pode ser aplicado para a faixa de correntes desejada.

Principais Aplicações dos Contatos Elétricos

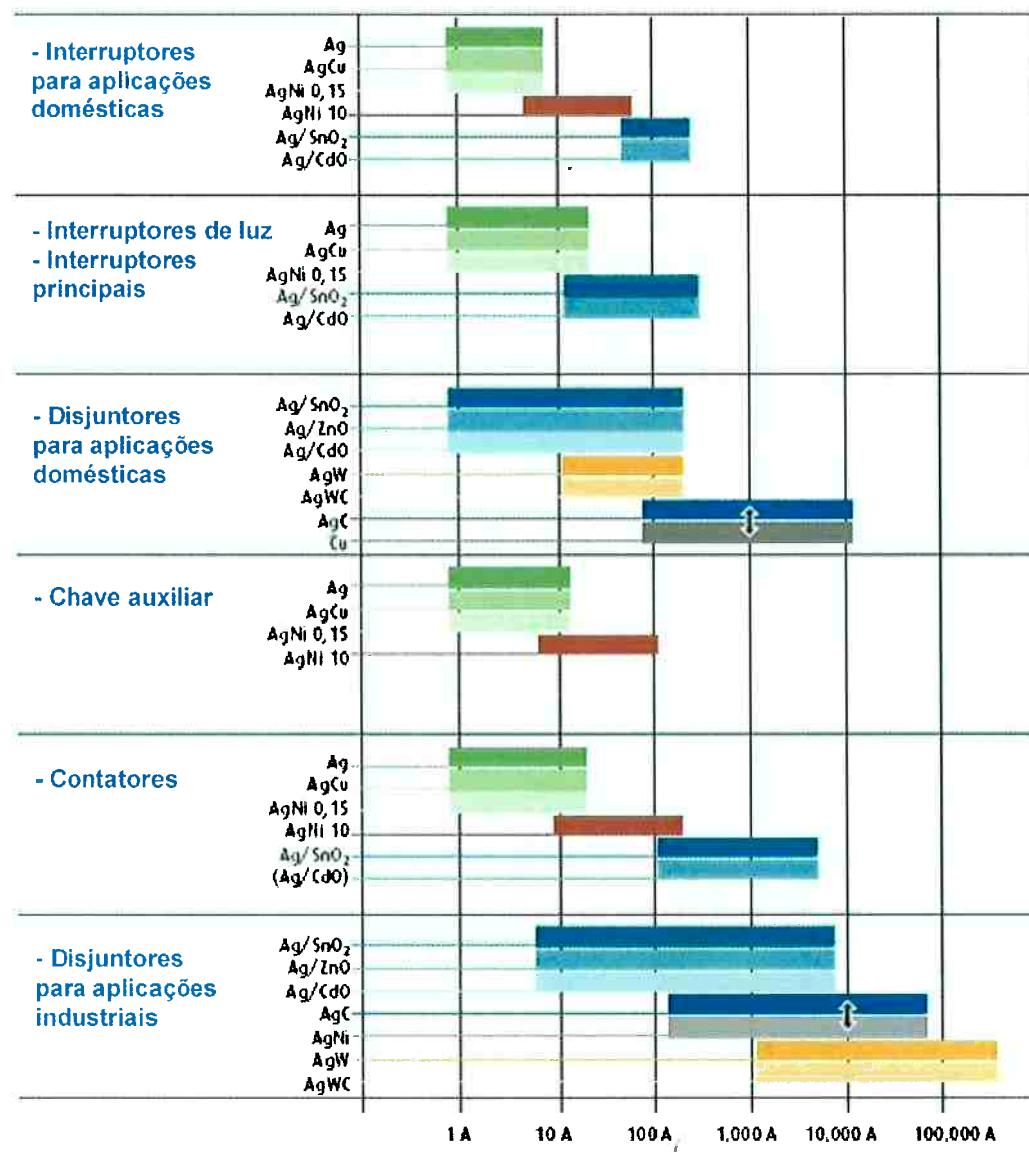


Figura 4.3 – Principais aplicações dos contatos elétricos (Umicore Group, 2008).

4.6 Processo Produtivo

As pastilhas de contato elétrico a base de Ag/W e Ag/WC podem ser produzidas de três maneiras diferentes, as quais geram produtos com características diferentes. O fluxograma que exemplifica genericamente os três métodos de produção destes contatos elétricos está descrito na Figura 4.4.

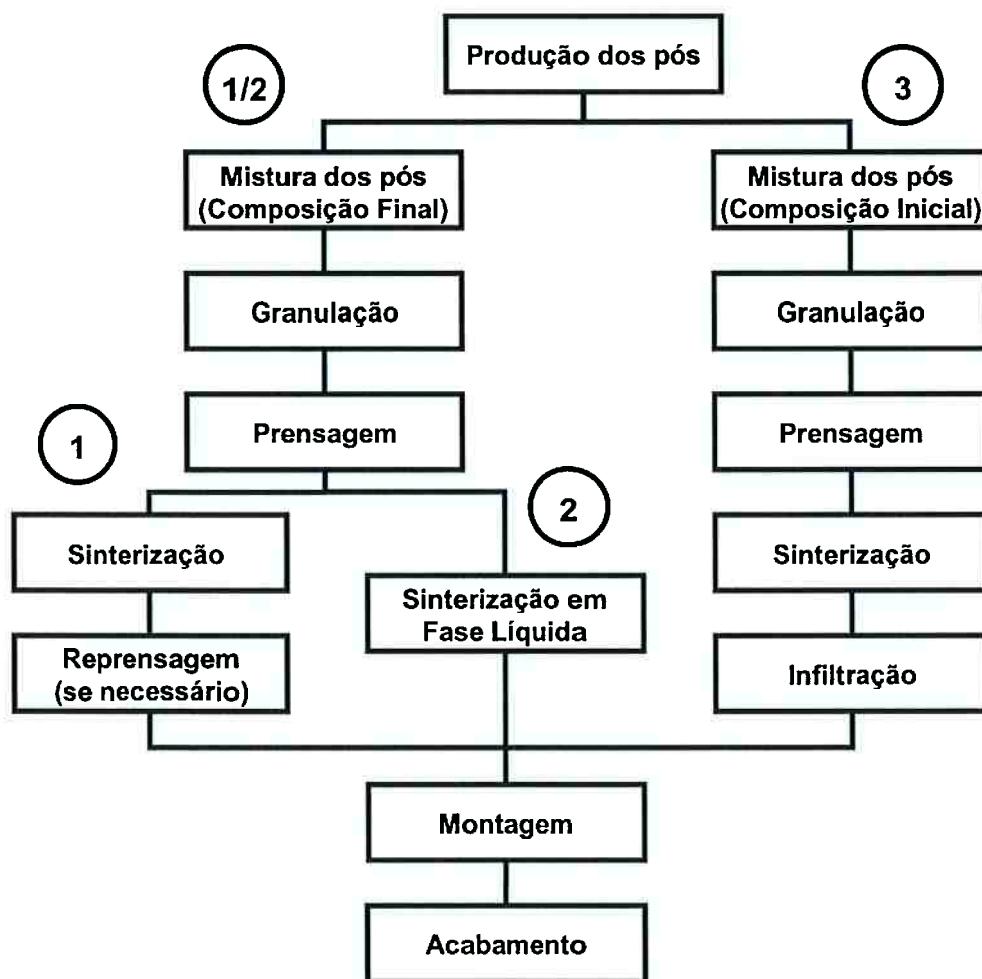


Figura 4.4 – Fluxograma dos métodos de produção de contatos elétricos Ag/W e Ag/WC.

A seleção do processo produtivo correto para a fabricação do produto é realizada a partir do teor de prata desejado no contato elétrico pronto. Como regra geral a Figura 4.5 pode ser seguida:

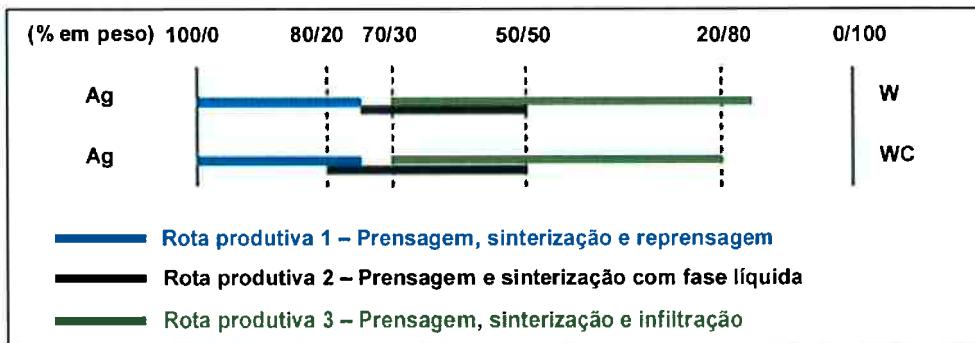


Figura 4.5 – Relação entre a composição final do contato elétrico e o processo produtivo (Metalor Technologies AS, 2008).

Como pode ser visto na Figura 4.5, dependendo da composição final desejada, as pastilhas de contato elétrico a base de Ag/W ou Ag/WC podem ser produzidas pelos métodos 1, 2 ou 3, os quais estão detalhados na Figura 4.4.

Quando se utiliza o processo 3, no qual se eliminam os poros através de infiltração, prensam-se esqueletos formados somente pelo pó do componente refratário ou por uma mistura composta pelo pó do material refratário e por uma pequena quantidade de pó de prata. Depois disso, estes esqueletos porosos são infiltrados com prata para que a composição final desejada seja atingida. Desta forma, quando o processo 3 é utilizado, o processo de mistura produz um pó misturado com uma composição inicial diferente da composição final desejada. No entanto, quando os processos 1 e 2 são selecionados, o contato elétrico possui a mesma composição do pó misturado.

Há um limite mínimo para a quantidade de material refratário no esqueleto, quando o processo produtivo 3 é escolhido. Isto acontece, pois quando a quantidade de tungstênio ou de carbeto de tungstênio é menor do que 30% (em volume), a formação de um esqueleto rígido e uniforme para acomodar a prata infiltrada torna-se difícil. Em termos práticos, o material do esqueleto não infiltrado deve possuir uma quantidade mínima de 45% (em peso) de tungstênio ou 40% (em peso) de carbeto de tungstênio. Desta forma, é possível a produção de pastilhas, através do processo 3, com no mínimo 30% (em peso) de tungstênio ou carbeto de tungstênio após a infiltração.

Qualquer pastilha de contato contendo uma quantidade de material refratário menor do que esta deve ser produzida por um dos dois outros processos. Se a quantidade de prata desejada no produto final for maior do que 75% (em peso), usualmente escolhe-se o processo 1. Para pastilhas de contato a base de Ag/W com composição entre 50% e 75% de prata e para pastilhas a base de Ag/WC com composição entre 50% e 80%, o processo 2 pode ser utilizado.

Para as pastilhas produzidas pelo processo produtivo 3, a quantidade final máxima de tungstênio em pastilhas de Ag/W é de 85% (em peso) e de carbeto de tungstênio em pastilhas de Ag/WC é de 80% (em peso). Este limite máximo é definido pela exigência de haver uma estrutura de poros interconectados no esqueleto sinterizado, o que permite que os poros sejam infiltrados.

As principais etapas produtivas apresentadas na Figura 4.4 serão descritas nas próximas seções.

4.6.1 Produção do pó

O processo produtivo de contatos elétricos a base de Ag/W e Ag/WC começa com a produção dos pós, a qual é de suma importância, pois propriedades do pó como escoabilidade, densidade aparente, formato das partículas, tamanho das partículas e distribuição do tamanho das partículas afetam diretamente o modo produtivo e as características finais do produto.

Estas propriedades geralmente dependem do método de produção do pó e, devido a isso, serão descritos, nos próximos itens, os principais métodos de produção de pós de prata, de tungstênio e de carbeto de tungstênio.

4.6.1.1 *Produção do pó de prata*

O pó de prata é utilizado para a produção de contatos elétricos compostos pelos seguintes materiais: Ag/W, Ag/WC, Ag/Ni, Ag/Fe, Ag/Mo, Ag/CdO, Ag/SnO₂, Ag/C.

Para aplicações eletrônicas, o pó de prata deve ser muito puro e pode ser obtido a partir de três processos principais: atomização, processo eletroquímico ou precipitação química. O processo eletroquímico divide-se em redução eletrolítica e redução galvânica e a precipitação química pode ser feita com agentes redutores orgânicos ou inorgânicos. Cada um destes cinco processos produtivos gera partículas com características diferentes, as quais estão apresentadas na Tabela 4.2.

Tabela 4.2 – Propriedades dos pós de prata utilizados para contatos elétricos (Adaptado de ASM, 1988).

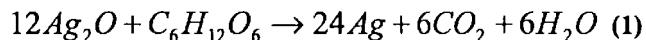
Processo produtivo	Tamanho de partícula (μm)	Densidade aparente (g/cm³)
Atomização	> 40,00	3,00 – 7,00
Precipitação química com agente redutor orgânico	0,50 – 3,00	0,40 – 1,50
Precipitação química com agente redutor inorgânico	3,00 – 20,00	1,00 – 2,00
Processo eletroquímico - Redução eletrolítica	40 – 1000	1,50 – 3,00
Processo eletroquímico - Redução galvânica	>100	1,50 – 4,00

4.6.1.1.1 Produção do pó de prata por precipitação química

Existem vários processos químicos que podem ser utilizados para a produção de pós de prata, pois a maioria dos sais de prata pode ser facilmente reduzida. Os compostos químicos mais comuns para esta aplicação são o nitrato de prata (AgNO_3) e o óxido de prata (Ag_2O).

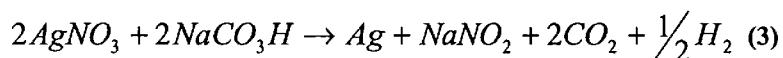
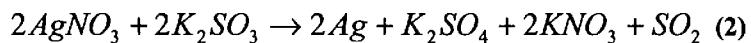
Para promover a redução do composto de prata utilizam-se agentes redutores, os quais podem ser orgânicos como álcool, açúcares e aldeídos ou inorgânicos como hidrazina, sulfito de potássio e formato de sódio.

Os agentes redutores orgânicos são utilizados para reduzir óxido de prata e um exemplo deste tipo de reação está descrito na eq. (1) (ASM, 1988):



A partir do óxido de prata, produzem-se pós de prata, os quais podem possuir partículas menores do que 3μm com densidade aparente de 0,4 a 1,5g/cm³. No entanto, os pós de prata precipitados quimicamente tendem a formar aglomerados de 10 a 50μm. Para evitar a aglomeração, o pó deve ser precipitado na presença de surfactantes e o reator deve possuir pás cisalhantes.

Já os agentes redutores inorgânicos são utilizados na redução do nitrato de prata e exemplos de reações são mostrados nas eq. (2) e (3) (ASM, 1988):



Os pós produzidos pela redução do AgNO_3 são mais grosseiros. A densidade aparente destes pós varia de 1 a $2\text{g}/\text{cm}^3$ e o tamanho de partícula varia de 3 a $20\mu\text{m}$.

4.6.1.1.2 Produção de pó de prata por processos eletroquímicos

Vários processos eletroquímicos podem ser usados na produção de pó de prata, como, por exemplo, redução galvânica e redução eletrolítica.

Na redução galvânica, precipita-se pó de prata a partir de uma solução contendo, por exemplo, nitrato de prata, utilizando-se um metal mais anódico do que a prata, o qual pode ser zinco, cobre ou ferro. O cobre, por exemplo, reduz o nitrato de prata, formando prata pura segundo a eq. (4) (ASM, 1988).



Este processo, o qual está representado na Figura 4.6, produz um pó de formato irregular com densidade aparente variando de 1,5 a $4,0\text{ g}/\text{cm}^3$ e com tamanho de partículas maiores que $100\mu\text{m}$.

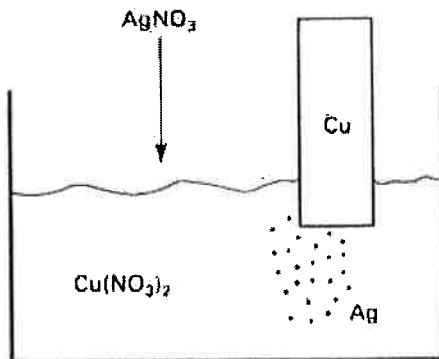


Figura 4.6 – Processo de redução galvânica (ASM, 1988).

Na redução eletrolítica, uma corrente elétrica passa através de um eletrólito produzindo prata cristalina. Neste processo, o ânodo de prata, normalmente uma barra fundida de prata, é dissolvido, e, após a passagem da corrente elétrica pelo eletrólito, o pó de prata cristaliza-se em um cátodo. Este processo está representado na Figura 4.7.

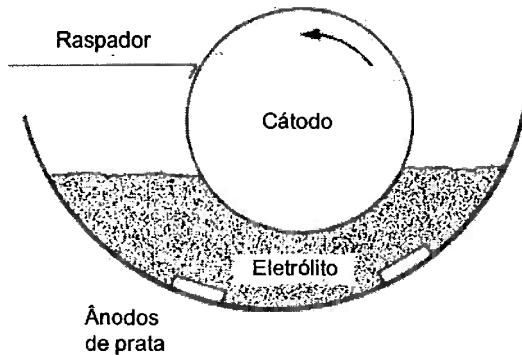


Figura 4.7 – Processo de redução eletrolítica (Adaptado de ASM, 1988).

O pó de prata cristalino resultante deste processo tem formato regular e as partículas variam de $40\mu\text{m}$ até 1mm dependendo das condições de processo e da densidade de corrente passando pelo eletrólito.

4.6.1.1.3 Produção de pó de prata por atomização

O processo mais utilizado para produção de pó de prata para aplicações em contatos elétricos é a atomização da prata. Este processo, segundo Ferreira (2002), gera a desintegração da corrente líquida de um metal fundido em gotículas muito finas, tipicamente com dimensões inferiores a $150\mu\text{m}$. Para isto, aplicam-se jatos de alta pressão de água ou de gás sobre o metal fundido, os quais geram pós finos, com alta dureza e grande homogeneidade. Este processo está representado na Figura 4.8.

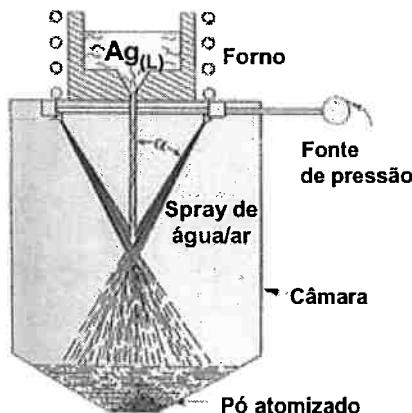


Figura 4.8 – Processo de atomização (Adaptado de German, 1994).

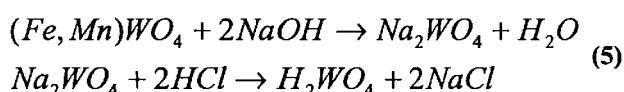
A grande diferença entre se usar um jato de água e um jato de ar comprimido é quanto ao formato da partícula. Quando o fluxo de metal fundido é atomizado por um jato de gás comprimido, as partículas assumem um formato esférico, pois a solidificação da gotícula de metal fundido é realizada de maneira relativamente lenta, o que permite que a partícula seja esferoidizada devido à diminuição da energia superfície. Quando um material é atomizado através de jato de água, as partículas resultantes possuem formato irregular ou rugoso, pois a solidificação é feita muito rapidamente.

O pó de prata atomizado normalmente possui formato esférico, com uma superfície muito lisa e pouca porosidade. Os tamanhos de partícula são geralmente maiores que 40 μm e sua densidade aparente varia de 3,00 a 7,00g/cm³.

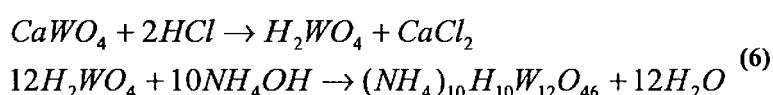
4.6.1.2 Produção do pó de tungstênio

Os minérios mais importantes para a produção de tungstênio são a scheelita (tungstato de cálcio - CaWO₄) e a wolframita (tungstato de ferro e manganês - (Fe,Mn)WO₄). Estes minérios inicialmente passam por um processo de purificação, os quais estão descritos nas eq. (5) e (6) (ASM, 1988).

Reação de purificação da wolframita



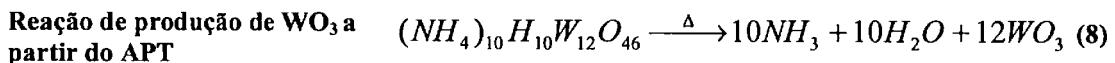
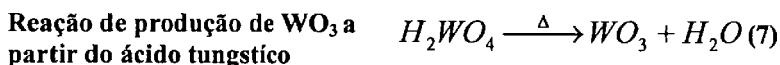
Reação de purificação da scheelita



Os produtos finais da purificação química da wolframita e da scheelita são, respectivamente, o ácido tungstício (H₂WO₄) e o paratungstato de amônia (APT - (NH₄)₁₀H₁₀W₁₂O₄₆).

O ácido tungstício deve ser aquecido ao ar entre 600 e 900°C para ser convertido em trióxido de tungstênio (WO₃) antes de ser reduzido para formar o tungstênio. O APT pode ser tratado da mesma forma para formar WO₃. No entanto, o trióxido de tungstênio formado pelo APT é geralmente convertido em óxido de tungstênio azul (WO_{2,9}), porque a decomposição

do paratungstato de amônia resulta em uma atmosfera levemente redutora. A produção de WO_3 a partir do ácido tungstico e do APT está descrita nas eq. (7) e (8) (ASM, 1988).

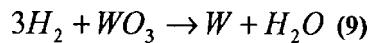


O APT é encontrado comercialmente e é uma típica matéria prima para a produção de pó de tungstênio.

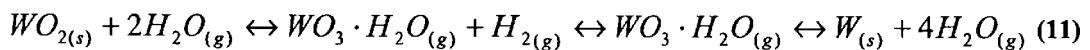
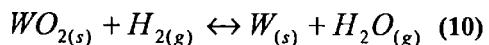
Na produção de pó de tungstênio é comum a adição de dopantes ao WO_3 , os quais têm como papel controlar o tamanho e a distribuição de tamanho de partículas do metal reduzido. Os dopantes são normalmente vaporizados durante a redução e os resíduos são removidos por decapagem do metal reduzido.

Segundo Chiaverini (1992), a condição inicial do óxido original é um dos fatores que influencia no tamanho das partículas de tungstênio, ou seja, quanto mais fino for este óxido, mais fino será o pó de tungstênio resultante. O controle do tamanho de partícula do tungstênio é crítico para a sinterização, pois, quanto menor for o tamanho de partícula, mais efetiva será a sinterização. Além disto, o tamanho de partículas do pó de tungstênio também influencia no tamanho das partículas de carbeto de tungstênio. Segundo ASM (1988), os pós de tungstênio têm um tamanho de partícula que varia comercialmente de 0,5 – 15 microns.

A redução dos óxidos de tungstênio acontece tipicamente quando se coloca o óxido em recipientes, os quais são feitos de níquel, ligas de níquel ou placas de molibdênio, em um forno com atmosfera de hidrogênio. A reação de redução que ocorre está descrita na eq. (9).



Este processo de redução é governado por duas reações intermediárias que competem entre si, as quais estão representadas nas eq. (10) e (11) (ASM, 1988).



A eq. (10) é uma redução gás-sólido que resulta em partículas de tungstênio nucleadas no esqueleto do óxido utilizado.

A eq. (11) é um processo de deposição-redução-vaporização que resulta em transporte de massa da parte rica em umidade para a parte mais seca do recipiente contendo o pó. Quando o processo representado pela eq. (11) domina, ocorre transporte de massa resultando em partículas maiores. O tamanho de partícula é controlado pela temperatura e pela quantidade de água no recipiente contendo o pó. Assim, a profundidade da cama, a quantidade de hidrogênio escoando pela cama, a quantidade de vapor de água no hidrogênio e a presença de dopantes afetam o tamanho de partícula.

Quando pronto, o pó de tungstênio é peneirado normalmente em uma peneira de 200mesh, para remoção de contaminantes. As impurezas geralmente originam-se do óxido. Entretanto a contaminação pode ser resultante do contato com os materiais do recipiente, tais como ferro, níquel e cromo no forno de redução.

O pó de tungstênio não necessita ser armazenado sob condições especiais, pois não adsorve contaminantes presentes na atmosfera. Devido ao tamanho de partícula bastante fino do pó de tungstênio, este material não apresenta boa escoabilidade.

4.6.1.3 Produção do carbeto de tungstênio

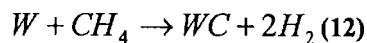
Embora seja possível produzir carbeto de tungstênio a partir dos minérios de tungstênio, do trióxido de tungstênio ou do paratungstato de amônia, o método de produção mais utilizado é a carburação do tungstênio pela adição de quantidades controladas de negro de fumo. Esta adição ajuda a controlar o tamanho de partícula e a distribuição deste tamanho.

Primeiramente, o pó de tungstênio é misturado com negro de fumo de alta qualidade, ou seja, com baixa quantidade de cinzas e de enxofre. Esta mistura, a qual deve ser feita com bastante atenção devido às diferenças de densidade entre os dois materiais, é feita em moinho atrito, em moinho de bolas ou em misturadores especiais. Segundo ASM (1988), os tempos de mistura variam de 2,5 horas (em moinho atrito ou misturadores especiais) até 24 horas (moinho de bolas).

O objetivo do processo de carburação é produzir carbeto de tungstênio estequiométrico, ou seja, com 6,13% em peso de carbono ou com pequeno excesso (0,01 a 0,03% em peso) de carbono livre.

Segundo Upadhyaya (1998), a quantidade de carbono na mistura inicial é normalmente um pouco maior do que a quantidade estequiométrica (6,15 a 6,20% em peso). No entanto, este excesso é normalmente determinado na prática, pois pós finos de tungstênio, contendo mais oxigênio e vapor de água adsorvidos, necessitam de mais negro de fumo do que pós grosseiros de tungstênio. Outros fatores como o fluxo de gases e o tamanho da carga de mistura no forno de carburação também alteram a quantidade de carbono necessária. A falta de carbono resulta na formação da fase η (W_2C), a qual é frágil e pode gerar problemas no produto final.

A carburação é feita sob a presença de hidrogênio a temperaturas variando, de acordo com Upadhyaya (1998), entre 1400 e 2000°C. A estas temperaturas, o hidrogênio reage com o negro de fumo para formar hidrocarbonetos, os quais reagem com o tungstênio para formar carbeto de tungstênio, conforme mostra a eq. (12).



A temperatura mínima necessária para formar o carbeto de tungstênio estequiométrico é 1400°C, conforme está mostrado na Figura 4.9. Temperaturas mais altas são utilizadas para formar pós mais grosseiros, mas as temperaturas normalmente são mantidas o mais baixo possível para prevenir o crescimento de grão dos cristais de carbeto de tungstênio.

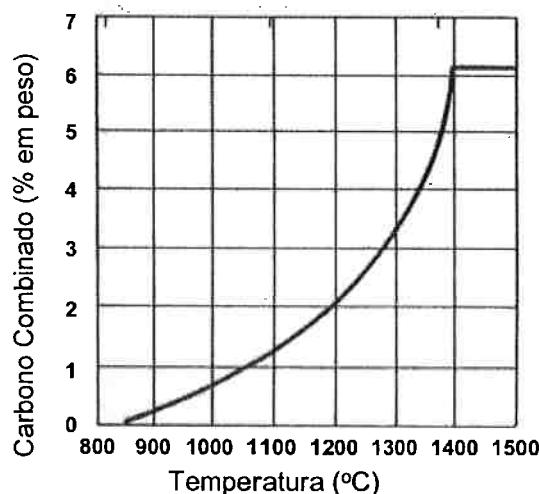


Figura 4.9 – Relação entre temperatura do processo e quantidade de carbono combinado (Adaptado de ASM, 1988).

Na saída do forno de carburação, os pós estão aglomerados e, portanto há necessidade de moagem e peneiramento. O pó resultante possui, de acordo com Upadhyaya (1998), tamanhos típicos entre 0,8 e 7,0 μm . A Tabela 4.3 indica a densidade aparente dos pós de carbeto de tungstênio produzidos comercialmente.

Tabela 4.3 – Propriedades de pós comerciais de carbeto de tungstênio (Adaptado de Upadhyaya, 1998).

Tamanho médio de partícula (μm)	Densidade Aparente (g/cm^3)
0,35 \pm 0,05	0,86 \pm 0,15
1,20 \pm 0,10	2,70 \pm 0,25
1,60 \pm 0,15	2,80 \pm 0,25
3,00 \pm 0,30	3,10 \pm 0,30
6,00 \pm 0,60	3,70 \pm 0,40
8,10 \pm 0,80	4,20 \pm 0,50
12,00 \pm 1,20	4,40 \pm 0,50

4.6.2 Mistura dos pós

ASM (1988) define o processo de mistura como sendo a preparação de uma mistura uniforme de dois ou mais tipos de pós diferentes. Esta etapa é bastante dependente do processo produtivo selecionado. Quando o processo produtivo 3, descrito na Figura 4.4, é utilizado, a eliminação da porosidade é feita através da infiltração de prata nos poros da pastilha sinterizada. Desta forma, a composição final da pastilha é diferente da composição do pó misturado e, portanto, a quantidade de prata no pó misturado deve ser determinada para que o teor de prata na pastilha após infiltração não ultrapasse o limite desejado. No entanto, quando os processos produtivos 1 e 2, também descritos na Figura 4.4, são utilizados, a composição do pó misturado é igual à composição final da pastilha.

A homogeneidade de um pó misturado é muito importante, pois muitas propriedades dos pós e das pastilhas sinterizadas, como escoabilidade, densidade e resistência, são muito sensíveis a pequenas alterações na distribuição do tamanho de partículas e à variação da concentração dos componentes de um pó misturado.

Esta propriedade melhora quando o número de contato entre partículas diferentes aumenta. No entanto, à medida que a homogeneidade de um pó misturado aproxima-se da homogeneidade da mistura teoricamente perfeita, a energia utilizada pelo equipamento de mistura também aumenta. Este estado de mistura teoricamente perfeita é muito difícil de ser

atingido, porém é necessário que se chegue a um estado próximo a ela, no qual os pós estejam distribuídos estatisticamente sem a presença de segregação.

A segregação é proveniente de diferentes taxas de escoabilidade causadas pelas propriedades do pó ou de diferentes gradientes de velocidade criados pela mistura, manuseio ou transporte dos materiais.

De maneira geral, quanto maior for a diferença de tamanho entre as partículas dos materiais que serão misturados, menor será a possibilidade de um resultado bom ser alcançado, pois as partículas finas tenderão a ficar na parte superior do pó misturado. Outro fator que gera problemas na mistura, o qual ocorre no caso de misturas de pó de prata com pó de tungstênio e de pó de prata com pó de carbeto de tungstênio, é a diferença de densidade entre os dois pós. A prata, por ser menos densa, tem a tendência de ficar na parte superior do pó misturado, enquanto, os materiais refratários, têm a tendência de ficar na parte inferior do pó misturado. Desta forma, a presença de segregação pode ser amenizada se as partículas de prata forem maiores do que as do material refratário.

4.6.3 Atmosferas

Antes da apresentação de processos que possam necessitar de fornos para sua realização, como, por exemplo, granulação, queima de aglomerantes ou lubrificantes, sinterização e infiltração, é preciso que haja entendimento sobre a influência da atmosfera na produção dos contatos elétricos.

Os fornos utilizados na sinterização e na infiltração de contatos elétricos precisam trabalhar sob atmosfera protetora. Isto acontece, pois os compactos são porosos, possuindo, assim, uma área de superfície específica muito grande e as temperaturas de sinterização e de infiltração dos contatos elétricos são muito altas (maiores do que 800°C). Esta combinação entre elevada área de superfície específica e alta temperatura aumenta a reatividade entre a área exposta e a atmosfera, possibilitando a oxidação tanto do tungstênio quanto do carbeto de tungstênio caso uma atmosfera protetora não seja utilizada. Além de prevenir a entrada de oxigênio no forno e assim impedir a oxidação do tungstênio e do carbeto de tungstênio, esta atmosfera protetora, de acordo com ASM (1988), possui as seguintes utilidades:

- Possibilita a redução de óxidos de tungstênio, caso a atmosfera seja redutora.
- Transporta o calor mais eficientemente.
- Ajuda na remoção de aglomerantes ou lubrificantes.

Um fator muito importante na atmosfera dos fornos é o chamado ponto de orvalho, o qual é um método utilizado industrialmente para medição da umidade absoluta. O ponto de orvalho é definido como a temperatura até a qual o ar deve ser resfriado para que a condensação de água se inicie, ou seja, para que o ar fique saturado de vapor de água. Desta forma, na temperatura do ponto de orvalho a quantidade de vapor de água presente no ar é máxima. As quantidades de água para cada ponto de orvalho estão mostradas na Figura 4.10.

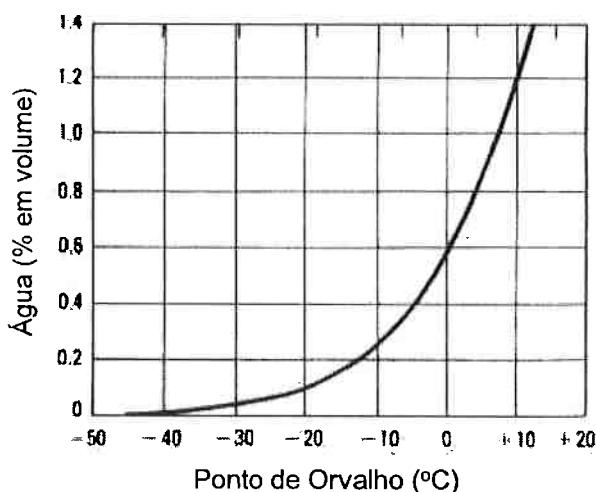
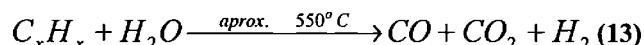


Figura 4.10 – Relação entre o ponto de orvalho e a quantidade de água (ASM, 1988).

Através da medição do ponto de orvalho do forno é possível, então, encontrar a quantidade de água na atmosfera, o que é muito importante, visto que a efetividade de uma atmosfera óxido-redutora pode ser determinada pela razão entre hidrogênio e água. Assim, quanto maior for o valor da razão H_2/H_2O , maior será o poder redutor da atmosfera.

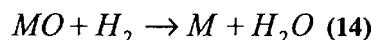
Quando a granulação do pó é feita utilizando métodos úmidos, normalmente adicionam-se aglomerantes a mistura. Além disso, muitas vezes, o uso de lubrificantes que facilitam a prensagem e a extração das pastilhas também se torna necessário. Estes materiais são na maioria das vezes substâncias orgânicas e a queima deles ocorre logo no início da sinterização. Para que esta queima seja bem sucedida, a atmosfera do forno deve possuir quantidades pequenas e controladas de elementos oxidantes, como o vapor de água. Segundo ASM (1988), sem a presença do agente oxidante, os lubrificantes e aglomerantes tendem a se

decompor termicamente em hidrogênio e carbono a temperaturas acima de 400°C. O hidrogênio é eliminado sob a forma de gás, mas o carbono permanece no material como negro de fumo. No entanto, se o agente oxidante estiver presente ocorre oxidação ao invés da decomposição térmica. Assim, o carbono reage com o vapor de água e é removido sob a forma de monóxido de carbono e dióxido de carbono, segundo a eq. (13).



Desta forma, a queima de um lubrificante ou de um aglomerante é mais efetiva caso uma atmosfera circulante com ponto de orvalho mais alto do que o normal (atmosfera um pouco mais úmida) seja usada.

Quando a sinterização é iniciada, a atmosfera precisa desempenhar um outro papel, que é o de proteger a matriz de W ou WC da oxidação e assim o ponto de orvalho deve ser baixo. Durante a sinterização, os óxidos como o WO_3 , que eventualmente possam existir, são reduzidos a metal pelo hidrogênio existente na atmosfera, de acordo com a eq. (14):



Na sinterização e infiltração de pastilhas de contato elétrico utilizam-se misturas de hidrogênio e nitrogênio em diferentes proporções. A escolha da proporção depende principalmente de fatores como custo e segurança.

O hidrogênio puro é a atmosfera redutora mais efetiva, pois possui a mais alta razão H_2/H_2O . Para a queima de lubrificantes e aglomerantes, no entanto, o hidrogênio puro é ineficiente, pois possui baixo ponto de orvalho. Além disso, o hidrogênio é a atmosfera mais condutora utilizada na indústria.

O nitrogênio, por sua vez, é um gás barato e abundante. Empresas que consomem muito nitrogênio possuem, muitas vezes, a sua própria instalação para a produção de nitrogênio. O nitrogênio possui um ponto de orvalho baixo e é bastante inerte.

O nitrogênio previne a entrada de ar no forno, protegendo, assim, as pastilhas de um contato prejudicial com o ar durante a sinterização. Nitrogênio puro, no entanto, não reduz óxidos, porém, através da adição de alguns gases como hidrogênio e vapor de água, o nitrogênio pode atender a todas as funções necessárias em atmosferas de sinterização e infiltração.

As características principais do hidrogênio puro e do nitrogênio puro encontram-se na Tabela 4.4. Os valores encontrados nesta tabela podem ser modificados através da mistura entre estas duas atmosferas e da adição de aditivos como, por exemplo, água.

Tabela 4.4 – Propriedades das atmosferas compostas por nitrogênio puro ou hidrogênio puro (Adaptado de ASM, 1988).

Atmosfera	Ponto de orvalho (°C)	Nitrogênio (% em volume)	Hidrogênio (% em volume)	Água (% em volume)	H ₂ /H ₂ O
Hidrogênio Puro	-80	-	100	0,001	100.000
Nitrogênio Puro	-80	100	-	0,001	-

As quantidades de nitrogênio, hidrogênio e dos gases aditivos podem ser controladas de maneira bem flexível por um painel de regulagem, o qual faz com que os gases cheguem ao forno com a proporção desejada.

O hidrogênio aumenta o poder de redução do nitrogênio, devido ao seu alto valor de H₂/H₂O. Desta forma, quanto maior a proporção H₂/N₂ na atmosfera do forno, mais redutora será a atmosfera, porém maiores serão os custos.

A água atua como agente oxidante, e pequenas adições de vapor de água podem melhorar a queima de lubrificantes e aglomerantes, sem que haja a formação de negro de fumo.

A atmosfera também auxilia no processo de refrigeração transferindo calor eficientemente das paredes refrigeradas do forno para as peças no interior deste. A transferência de calor depende da condutividade térmica dos gases formadores da atmosfera e do grau de circulação desta atmosfera. As atmosferas ricas em hidrogênio são mais condutoras de calor do que atmosferas ricas em nitrogênio e quando há grande circulação de gases da atmosfera, a taxa de transferência de calor aumenta.

Uma idéia interessante para otimizar o processo produtivo e diminuir os custos é a utilização de fornos que permitam utilizar atmosferas com diferentes composições, vazões e direções em suas diferentes zonas.

É importante ressaltar que trabalhar com gases pode ser perigoso e problemas como asfixia, envenenamento ou explosão podem ocorrer. O nitrogênio puro, por exemplo, é asfixiante e o hidrogênio puro, além de ser altamente inflamável, também pode causar asfixia.

4.6.4 Granulação

Perry *apud* Parikh (2005) define o processo de granulação como qualquer processo no qual pequenas partículas são acumuladas em massas maiores e permanentes, nas quais as partículas originais ainda podem ser identificadas. Neste processo, as partículas do pó granulado, ou simplesmente grânulos, formadas podem possuir tamanhos de partícula variando de 100 μm até alguns milímetros dependendo da aplicação.

Um processo de granulação tem quatro principais objetivos, os quais são minimizar a segregação dos componentes da mistura, aumentar a escoabilidade dos pós na prensa, aumentar a resistência a verde da pastilha prensada e diminuir a quantidade de poeira.

Como foi descrito na seção 4.6.2, um problema que ocorre na mistura é a segregação devido a diferenças dos tamanhos das partículas e da diferença de densidades dos componentes da mistura. Para solucionar este problema, uma técnica de granulação pode ser utilizada. Segundo Bernardes (2006), uma granulação ideal conterá todos os componentes da mistura na proporção correta em cada grânulo, dificultando a segregação dos componentes. Isto pode ser observado na Figura 4.11.

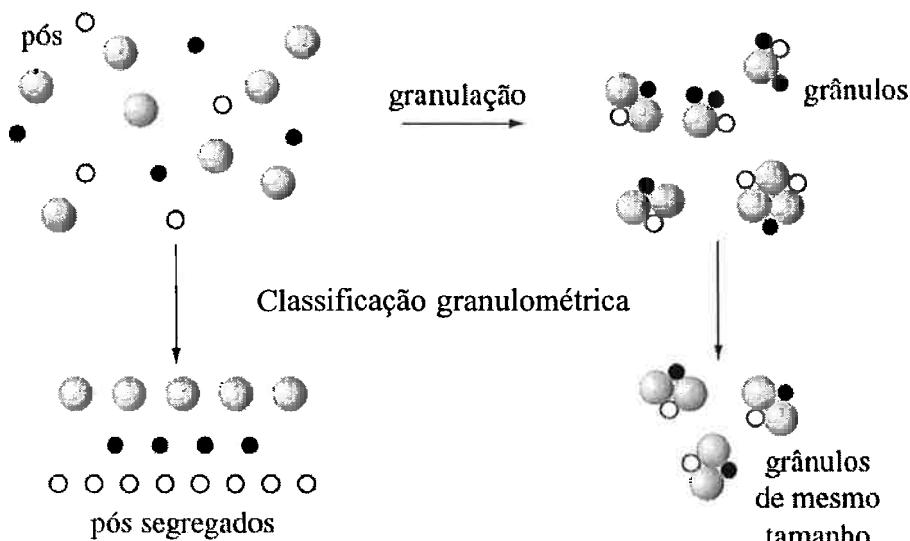


Figura 4.11 – Formação de grânulos e eliminação do problema de segregação (Bernardes, 2006).

É importante que a distribuição do tamanho das partículas do pó granulado seja bastante uniforme. Se houver ampla diferença entre o tamanho das partículas do pó granulado, embora os componentes do pó estejam homogeneousmente distribuídos em cada grânulo, haverá

segregação entre os grânulos maiores e menores. Isto gera um problema durante a prensagem, pois existirá uma grande diferença de peso e espessura entre os produtos prensados.

A escoabilidade também pode ser melhorada através de técnicas de granulação. Muitos pós não apresentam boa escoabilidade devido a sua morfologia, pois são muito finos e irregulares, e a suas propriedades superficiais, pois são muito aderentes. Isto, novamente, acarreta em um problema de variação de peso e espessura durante a prensagem, pois o volume de pó preenchendo a cavidade da matriz da prensa será diferente para cada peça. A granulação minimiza este problema, pois aglomera várias partículas pequenas, formando grânulos relativamente grandes e com formato regular (na maioria das vezes, esférico), aumentando, assim, a escoabilidade do pó.

A resistência a verde das pastilhas prensadas é aumentada com a granulação, principalmente quando se utilizam aglomerantes, os quais são, normalmente, suspensões ou emulsões poliméricas com boas propriedades adesivas, para granular o pó. As técnicas de granulação por via úmida promovem uma distribuição uniforme do aglomerante sobre a superfície dos grânulos. Desta forma, quando estes pós são compactados, o aglomerante promove uma melhor adesão entre as partículas, aumentando assim a resistência a verde da peça prensada. A quantidade de aglomerante deve ser a mínima possível para que os grânulos sejam formados e, normalmente, situa-se entre 0,5 e 2,5% do peso total do pó misturado. Como a diferença de densidade entre o aglomerante (cerca de 1g/cm^3) e os componentes das misturas Ag/W ou Ag/WC é muito grande, embora esta porcentagem em peso seja pequena, ela representa uma elevada porcentagem volumétrica. Por isso, se a quantidade de aglomerante for superior à que foi mencionada acima, quando ocorrer a queima do aglomerante, a pastilha poderá sofrer uma queda muito acentuada de resistência, a qual pode gerar defeitos.

Quando uma técnica de granulação é utilizada, minimiza-se também a quantidade de poeira produzida, já que os grânulos possuem maior massa e tamanho do que as partículas do pó não-granulado.

Existem três grandes grupos de granulação, que são a granulação via seca, a granulação via úmida e a granulação via líquida. Estes três grupos serão discutidos nas próximas seções.

4.6.4.1 Granulação via úmida

Na granulação via úmida, um líquido é adicionado a um pó previamente misturado, resultando em uma lama com umidade adequada. O líquido utilizado neste processo normalmente é uma mistura entre um aglomerante e um solvente, o qual deve ser volátil o suficiente para ser eliminado antes do aglomerante e, normalmente, é a água ou álcoois comerciais. Esta lama passa, então, por um processo de granulação e o pó granulado resultante passa por um processo de secagem. O mecanismo genérico de produção de grânulos através da granulação por via úmida está representado na Figura 4.12.

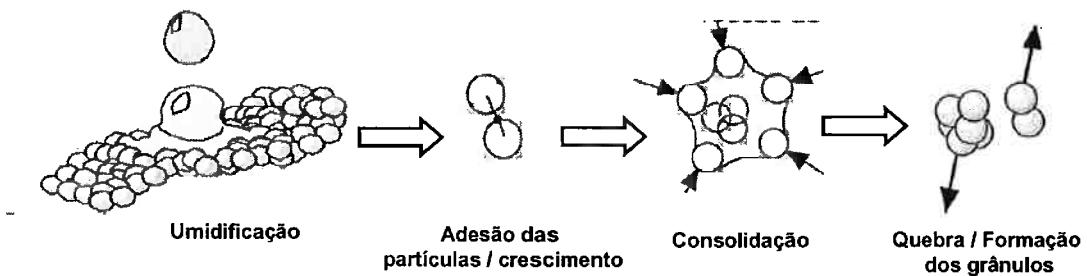


Figura 4.12 – Mecanismo de formação de grânulos através da granulação via úmida (Adaptado de Parikh, 2005).

Um método de granulação via úmida bastante utilizado é a “granulação por peneira”. Neste método, a lama é forçada a passar através de uma peneira para produzir o pó aglomerado úmido, o qual deve passar por um processo de secagem. Após a secagem um peneiramento é realizado para separar a faixa granulométrica desejada, sendo que as partículas do pó granulado que forem rejeitadas podem ser granuladas novamente. Segundo Bernardes (2006), quando a solução de aglomerante com solvente é adicionada em excesso, material na forma de macarrão pode ser formado e se a mistura estiver muito seca, não ocorrerá a formação de grânulos.

Outro tipo de granulação via úmida que pode ser utilizado são os granuladores de leito fluidizados. Neste processo, o pó misturado é injetado no equipamento através de uma corrente de ar, ao mesmo tempo em que o aglomerante (com água) é borrifado sobre as partículas. À medida que as partículas do pó misturado são umidecidas, estas se tornam pegajosas e, quando se colidem com outras partículas, aderem-se e formam grânulos. Estes grânulos são, então, secos dentro do mesmo equipamento. A Figura 4.13 ilustra este processo.

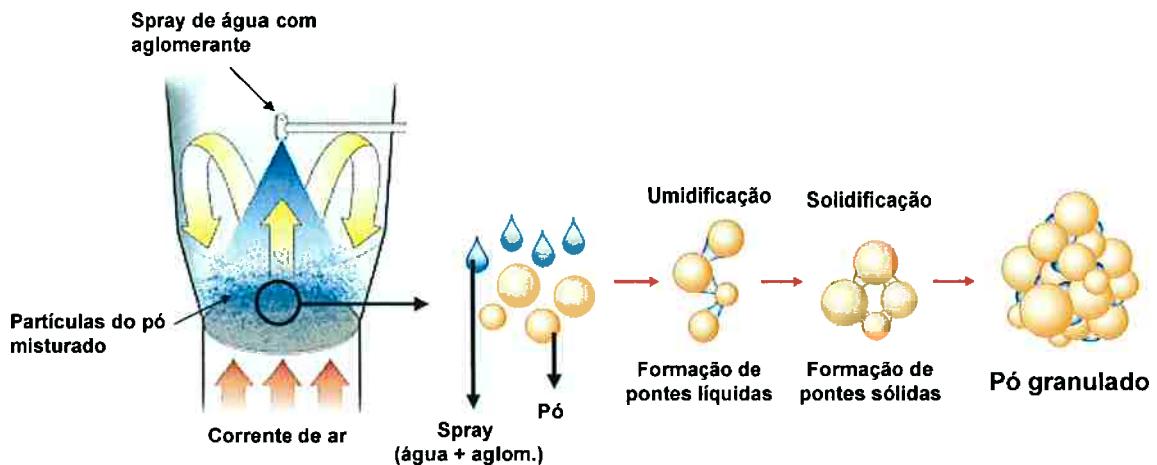


Figura 4.13 – Processo de granulação em leito fluidizado (Adaptado de Glatt Group, 2008).

Existem também os granuladores de alta intensidade. Estes granuladores são compostos por um recipiente, o qual possui um eixo rotativo central e, na lateral do recipiente, um pequeno agitador, conforme apresenta a Figura 4.14.

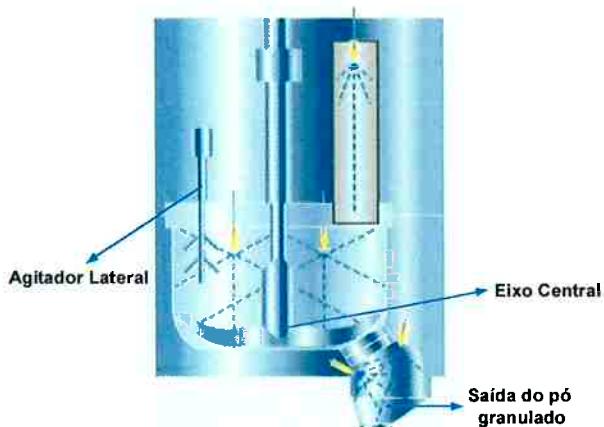


Figura 4.14 – Granulador de alta intensidade (Adaptado de GEA Pharma Systems, 2008).

A grande vantagem deste tipo de granulador é que a homogeneização e a granulação são feitas em um mesmo equipamento. Inicialmente, o pó é homogeneizado através das altas rotações do eixo central e do agitador lateral. Depois de homogeneizado, o agitador lateral é desligado e o aglomerante é adicionado ao pó misturado. Após o aglomerante ser homogeneamente disperso no pó misturado através da ação do eixo central, o agitador lateral é novamente acionado visando à desagregação da massa úmida e à formação dos grânulos. Assim que a faixa granulométrica desejada é atingida, os grânulos são peneirados e passam por um processo de secagem.

4.6.4.2 Granulação via líquida

A granulação via líquida difere-se da granulação via úmida, pois o pó granulado é obtido a partir de uma suspensão formada pelo pó misturado, o aglomerante e o solvente, a qual é granulada através da técnica de *spray drying*. Segundo Masters (1985), *spray drying* é a transformação da carga, a qual se encontra em um estado fluido, em uma partícula seca, através da pulverização desta carga dentro de uma câmara de secagem. Este processo, o qual é realizado em um equipamento que se chama *spray dryer*, pode ser dividido em quatro estágios diferentes.

No primeiro estágio, ocorre a transformação da carga em um *spray*, através da passagem desta por atomizadores, que podem ser discos rotativos ou bicos de pressão. Após a formação do *spray*, inicia-se uma segunda etapa, na qual o *spray* entra em contato com o fluxo de ar existente na câmara de secagem, o qual irá determinar como que o *spray* será seco. Em produtos sensíveis ao calor, este fluxo de ar deve possuir o mesmo sentido de movimentação que as partículas e, em produtos resistentes ao calor, o fluxo deve ser contrário ao movimento das partículas, pois isto permite um melhor aproveitamento do calor. Após o contato com o fluxo de ar, inicia-se a etapa de evaporação do solvente, a qual é feita durante toda a extensão câmara de secagem. Por fim, ocorre a separação do produto seco, a qual ocorre em duas etapas. A primeira parte do produto é recuperada, através da ação da força de gravidade, na base da câmara de secagem. Uma pequena parte do produto permanece ainda suspensa no ar e é recuperada através de equipamentos de separação como, por exemplo, ciclones e depuradores de ar. A Figura 4.15 retrata o equipamento e os locais onde ocorrem as etapas descritas acima.

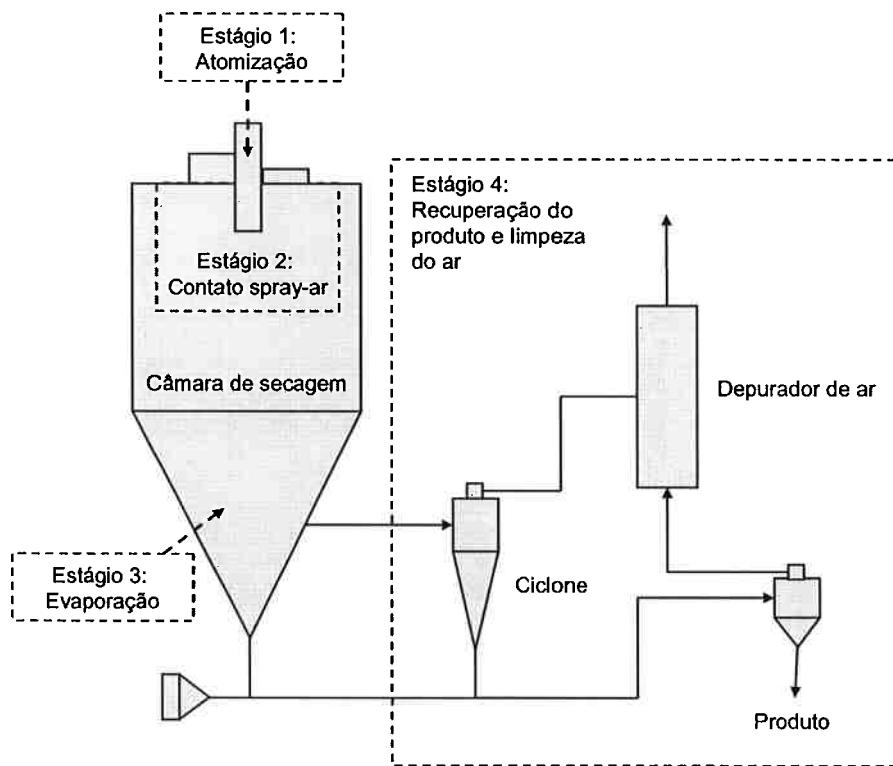


Figura 4.15 – Spray-dryer (Adaptado de Masters, 1985).

4.6.4.3 Granulação via seca

Na granulação via seca, a granulação ocorre sem que haja a utilização de um líquido. Neste tipo processo, a granulação das partículas pode ser feita através da prensagem dos pós a altas pressões ou através de temperatura.

Quando se utiliza alta pressão para realizar a granulação, dois métodos podem ser utilizados. Segundo Bernardes (2006), no primeiro método um pó misturado é compactado dentro de um molde por uma prensa formando um briquete e no outro método o pó misturado é compactado entre dois rolos compactadores formando uma folha laminada de material.

Neste processo, as partículas são comprimidas, sofrem deformação plástica e suas interfaces são conectadas através de soldagem a frio. Ao final ocorre uma recuperação elástica, porém as partículas permanecem soldadas umas às outras. A Figura 4.16 representa este processo.

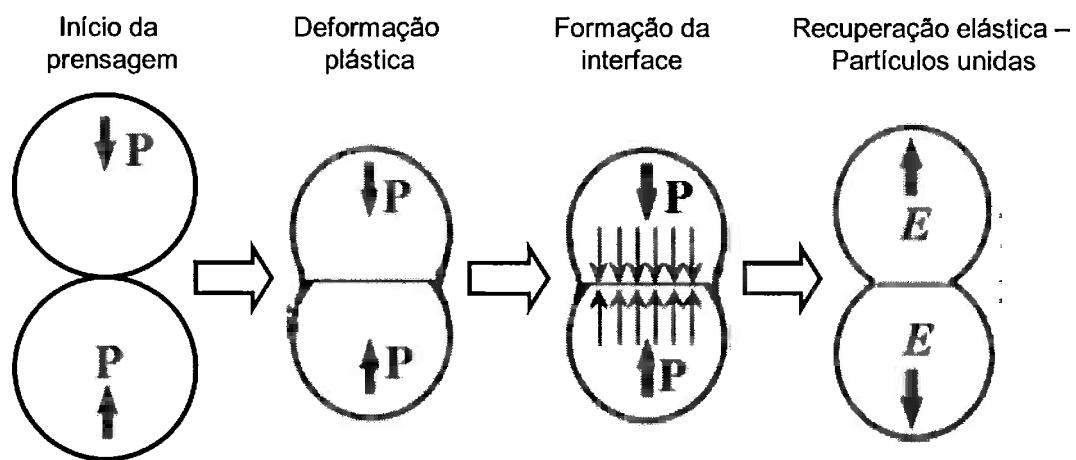


Figura 4.16 – Processo de granulação utilizando pressão (Adaptado de Parikh, 2005).

Após a compactação do pó misturado, este passa por um processo de moagem, o qual é seguido por um processo de peneiramento.

De acordo com Schreiner (1971), a granulação térmica é um processo, no qual o pó é pré-sinterizado e moído. Deste modo, o formato, o tamanho, a distribuição de tamanho e a estrutura do pó são alterados. A temperatura de sinterização é escolhida de forma que o pó seja levemente sinterizado e o corpo sinterizado possa ser comuniúdo com a ajuda de um processo de moagem. Logo após, o pó é peneirado e um pó com boa escoabilidade é obtido.

Para ambos os processos de granulação via seco, acontece, durante a moagem, uma outra densificação, cujo grau depende da plasticidade do material particulado. Desta forma, de acordo com Schreiner (1971), para materiais muito deformáveis como a prata, pode ocorrer aprisionamento de gases, devido a uma densificação localizada muito alta. Isto pode causar problemas durante a sinterização ou a infiltração, como, por exemplo, expansões, trincas ou alterações indesejadas nos formatos dos materiais.

4.6.5 Prensagem

A prensagem é o método mais comum de conformação de pós metálicos. Neste processo, com o auxílio de um dosador adaptado à prensa de compactação, o pó granulado preenche a cavidade da matriz. Após o enchimento da cavidade da matriz, ocorre a compressão dos grânulos, a qual é realizada pelo movimento vertical dos punções da prensa, aplicando-se a pressão de compactação previamente definida, de acordo com as dimensões e a

densidade a verde desejada. A operação é concluída quando a pastilha prensada é extraída com auxílio do punção inferior e ejetada pelo alimentador. A Figura 4.17 ilustra a operação de prensagem.

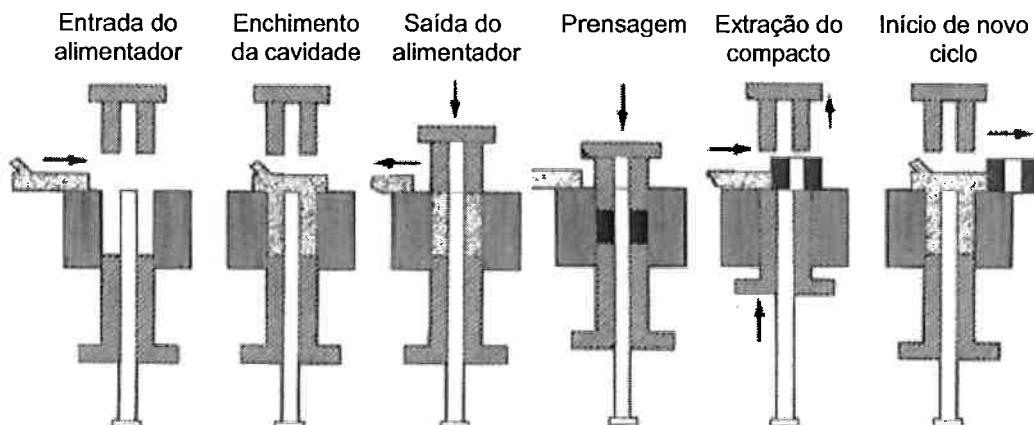


Figura 4.17 – Etapas da prensagem (Turkish Powder Metallurgy Association, 2008).

A compactação do pó solto provoca inicialmente um rearranjo das partículas. Estas partículas movimentam-seumas contra as outras, o que gera soldagem a frio entre os pontos de contato das partículas. Quando a pressão de compactação aumenta, ocorre a interpenetração e deformação plástica das partículas, o que promove o aumento da área de contato entre estas. A pastilha resultante do processo de prensagem é uma pastilha constituída pelos componentes do pó misturado e por poros.

Segundo ASM (1988), a soldagem a frio e a interpenetração das partículas são os fatores responsáveis pelo aumento da resistência a verde dos corpos prensados. De acordo com Ferreira (2002), por motivos econômicos e para o aumento da vida útil dos punções, a resistência mecânica das pastilhas prensadas deverá ser a mínima indispensável à manutenção da sua integridade geométrica durante as fases subsequentes.

Como mostra a Figura 4.18, a relação entre a densidade do compacto com a pressão de compactação segue uma relação hiperbólica. Isto ocorre devido à plasticidade das partículas do pó prensado. No início da prensagem, uma pequena alteração na pressão de compactação promove um grande aumento na densidade da pastilha prensada, ou seja, o gradiente de aumento de densidade é bastante elevado. Conforme a pressão de compactação aumenta, o gradiente de aumento da densidade da pastilha prensada é diminuído por causa do encruamento das partículas e do atrito. Quando pressões de compactação muito altas são

utilizadas, o gradiente de aumento de densidade estabiliza-se, o que torna muito difícil prensar um corpo livre de poros.

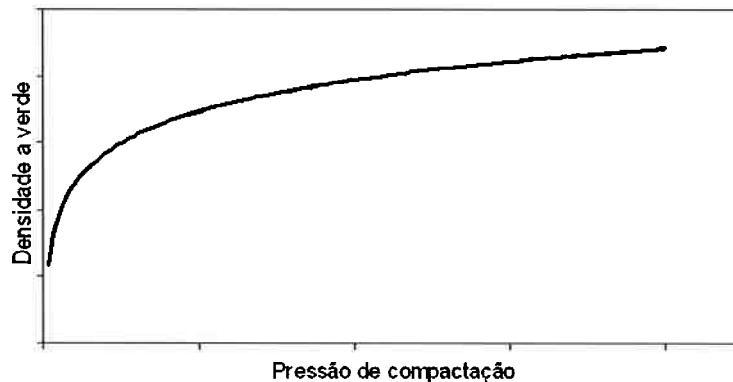


Figura 4.18 – Curva típica de variação da densidade a verde com a pressão de compactação (Adaptado de Ferreira, 2002).

Quando um corpo é prensado em uma prensa uniaxial, existe uma distribuição diferente de densidade pelo corpo. Se apenas o punção superior mover-se e o punção inferior permanecer fixo, a região em contato com o punção móvel possuirá uma densidade mais elevada, gerando assim uma grande diferença de densidade e resistência entre as duas superfícies da peça. Para minimizar este efeito, nas prensas utilizadas para prensagem de Ag/W e Ag/WC, os dois punções se movimentam, o que faz com que as densidades sejam mais bem distribuídas pelo corpo prensado.

4.6.6 Queima do aglomerante/Sinterização

Neste trabalho de formatura, duas etapas do processo serão tratadas dentro desta mesma seção: a queima do aglomerante e a sinterização. Isto acontecerá, pois normalmente estas duas etapas são feitas juntamente sem que as peças sejam retiradas do forno.

Quando o pó é granulado via úmido ou via líquido, aglomerantes são utilizados para promover aumento de escoabilidade, minimizar a segregação e aumentar a resistência a verde do pó compactado. No entanto, após a etapa de prensagem estes aglomerantes não possuem mais utilidade e devem ser removidos, sem que haja danos físicos ou alterações químicas nas pastilhas prensadas.

Como os aglomerantes são polímeros, a técnica utilizada para a remoção do aglomerante é volatilizar este através do aquecimento em fornos com atmosfera controlada, a qual é conhecida por queima do aglomerante. Para a realização deste processo, é muito importante conhecer a faixa de temperatura na qual o aglomerante é eliminado. Esta faixa pode variar bastante visto que as composições dos aglomerantes podem ser bem diversas. Segundo Upadhyaya (1998), caso as temperaturas excederem a temperatura ideal de queima, a possibilidade de formação de carbono ou negro de fumo aumenta. No caso de materiais infiltrados por prata, contaminação por carbono é muito prejudicial, uma vez que a molhabilidade da prata no carbono é bastante baixa, o que faz com que estes materiais se repilam.

Se a etapa de granulação é feita corretamente, o aglomerante é distribuído uniformemente pela superfície das partículas e quando as peças são submetidas à temperatura de queima do aglomerante, o aglomerante presente na superfície destas é removido. Upadhyaya (1998), diz que, quando o aglomerante da superfície é eliminado, o aglomerante presente no interior das peças difunde-se para a superfície e este processo prossegue até que o aglomerante seja totalmente removido das peças. De acordo com Lei *et al.* (2006), a zona do forno onde a queima de aglomerante ocorre deve possuir taxa de aquecimento lenta com múltiplos patamares de temperatura para que a pressão associada aos produtos de degradação do polímero não se torne muito alta, pois isso pode gerar trincas ou defeitos na peça.

A atmosfera do forno possui também um efeito importante sobre a queima do aglomerante, pois quanto maior for a exposição da área de superfície das peças, melhor será a remoção do aglomerante. Além disso, conforme já foi citado na seção 4.6.3, a queima de um lubrificante ou de um aglomerante é mais efetiva caso uma atmosfera com ponto de orvalho um pouco mais alto do que o normal seja usada, pois a eliminação do aglomerante é feita por oxidação, a qual evita a formação de negro de fumo.

Em seu trabalho, Lei *et al.* (2006) apresenta a remoção de PVA, o qual é o aglomerante mais utilizado na indústria cerâmica, em compactos formados por $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Ni}$ e a variação da resistência mecânica destes compactos com a temperatura está mostrada na Figura 4.19. Nesta figura, é possível observar que a resistência mecânica na temperatura ambiente do compacto com PVA é maior do que a do compacto sem PVA, devido à presença do aglomerante. Ao passo que a temperatura aumenta, a resistência do compacto com PVA diminui, pois poros estão sendo formados devido à eliminação do aglomerante. Se o compacto for removido do forno nesta hora, ele estará muito frágil e provavelmente quebrará. No entanto, caso o compacto permaneça no forno, a sua resistência aumentará novamente com o

aumento da temperatura, devido ao processo de sinterização. Este processo acontece também em pastilhas de contato elétrico feitas com aglomerante e, por isso, a queima do aglomerante e a sinterização devem ser feitas em um único processo.

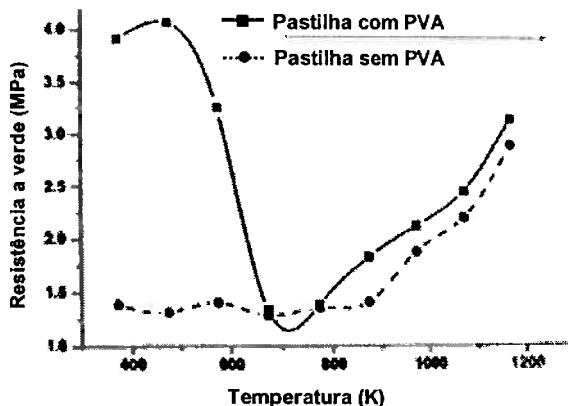


Figura 4.19 – Comparação da variação da resistência mecânica de compactos de $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Ni}$ com e sem aglomerante, quando se aumenta a temperatura (Lei *et al.*, 2006).

A sinterização é um processo usado para densificar materiais através da aplicação de energia térmica, no qual se verifica uma difusão a nível atômico que faz com que as partículas presentes no corpo compactado se unam e cresçam até que os poros sejam eliminados. As operações de sinterização são controladas pela redução da energia livre de superfície total.

Para pastilhas de Ag/WC e Ag/W, existem dois métodos de sinterização: sinterização em estado sólido, na qual a sinterização é realizada em uma temperatura abaixo do ponto de fusão dos componentes da mistura, e sinterização em estado líquido, na qual a sinterização é realizada em uma temperatura acima do ponto de fusão da prata, porém abaixo do ponto de fusão do tungstênio/carbeto de tungstênio.

De maneira geral, o processo de sinterização é dependente da temperatura e do tempo de sinterização, do tamanho das partículas e da pressão de compactação.

Quanto maior for a temperatura, mais efetiva será a densificação, pois a mobilidade dos átomos, e, consequentemente, a taxa de difusão aumentam. O aumento do tempo de sinterização também aumenta a densificação das peças prensadas, porém este aumento é bem menor do que quando se aumenta a temperatura.

Peças prensadas com pó com partículas finas apresentarão melhor densificação. Isto acontece, pois o processo de sinterização é controlado pela redução de energia livre de superfície. Assim, quanto menor for o tamanho das partículas, maior a área superficial do material e, portanto, mais efetivo é o processo de sinterização.

Outro fator que afeta a sinterização é a pressão de compactação, pois quanto maior for esta pressão, maior será a densidade relativa da peça, e, consequentemente, menor será a quantidade de poros que devem ser eliminados.

Quando um corpo é sinterizado, a sua resistência mecânica, a qual possibilita que este seja manuseado, aumenta. Esta propriedade, segundo o ASM (1988), é muito dependente da densidade relativa do material. Assim, quanto maior for a densidade relativa, maior será a resistência mecânica da peça. No entanto, mesmo quando as peças não apresentam densificação após a sinterização, como geralmente é o caso das pastilhas de Ag/W e Ag/WC que serão infiltradas para atingirem a densidade teórica, a resistência mecânica aumenta, pois ocorre o rearranjo das partículas, o que promove aumento nas áreas de contato entre estas.

Segundo Kang (2005), a sinterização em estado sólido é constituída de três estágios: estágio inicial, estágio intermediário e estágio final.

No estágio inicial, as partículas ligam-se por adesão e formam-se pescoços entre elas. A área de superfície é reduzida significativamente e uma pequena contração da peça é observada. Durante o estágio intermediário, ocorre uma densificação considerável e quase todos os poros abertos se fecham. No estágio final, ocorre o arredondamento e o isolamento dos poros e a máxima densidade é atingida.

Para sinterização de fase líquida, Cannon *apud* Kang (2005) propôs um modelo clássico, o qual é formado por três estágios: rearranjo das partículas, “achatamento” da área de contato por solução-precipitação e sinterização em estado sólido.

No estágio de rearranjo das partículas, ocorre a formação de um líquido que molha o sólido, se espalha e une as partículas por pressão capilar, causando alguma densificação. Após este estágio, ocorre a etapa de solução-precipitação, na qual, de acordo com Kingery (1959), as partículas sólidas pequenas são dissolvidas na fase líquida e precipitam-se nas superfícies das partículas grandes, formando os pescoços. Como um resultado deste transporte de massa, a área de contato aumenta e ocorre um “achatamento” da área de contato. Ao mesmo tempo, os poros contraem-se continuamente e a peça é densificada. No último estágio, ocorre uma densificação final através de uma sinterização em estado sólido.

4.6.7 Infiltração

A infiltração é um processo, no qual o infiltrante fundido penetra pelos poros do esqueleto sinterizado devido à ação da força de capilaridade. A redução da energia livre total de superfície do sistema durante a infiltração é o fator que determina se um esqueleto pode ser infiltrado por um líquido. Em um sistema em que a energia livre de superfície seja reduzida após a infiltração, este processo pode ser usado para que sejam atendidos os seguintes objetivos:

- Densidades próximas da densidade teórica sem que seja necessária repressagem ou altas pressões de compactação.
- Características de superfície que permitem a pré-aplicação de ligas de brazagem.
- Distribuição homogênea das fases.

4.6.7.1 Mecanismo de infiltração

A taxa de infiltração é relacionada com a lei de Poisseuille, eq. (15), a qual define a taxa de fluidez ou de ascensão de um líquido em um capilar de vidro.

$$h = \frac{2\gamma \cos \theta}{\rho gr} \quad (15)$$

Onde:
 γ – tensão de superfície entre o ar e o líquido [J/m²]
 θ – ângulo de contato
 ρ – densidade do líquido [kg/m³]
 g – aceleração da gravidade [m/s²]
 r – raio do tubo [m]

Esta lei foi confirmada para os primeiros estágios de infiltração para um grande número de sistemas. Entretanto, como os esqueletos prensados são formados por canais não-retilíneos, tornam-se insensatas comparações com o modelo de capilares retos. Além disso, em muitos sistemas envolvendo metais, a infiltração é acompanhada por um segundo fenômeno, a reação entre o metal fundido e a matriz.

Segundo ASM (1988), o sucesso do processo de infiltração requer que a energia livre total de superfície do esqueleto preenchido com o metal líquido seja menor do que a energia livre total de superfície do esqueleto antes da infiltração. Este balanço energético inclui as energias livres de superfície das fases sólida (γ_s) e líquida (γ_l), assim como a energia da interface entre a fase sólida e líquida (γ_{sl}) e essa relação é expressa pela eq. (16).

$$\gamma_{sl} = \gamma_s - \gamma_l \cos \theta \quad (16)$$

Onde: θ – ângulo de contato ou de molhamento

Segundo Deshpande (2006), o ângulo de contato formado entre um metal fundido e um substrato sólido é utilizado para definir o termo molhabilidade. Desta forma, se o ângulo de contato for menor do que 90° , o metal “molha” o substrato e, caso for maior, não molha. A Figura 4.20 apresenta o método de determinação do ângulo de contato.

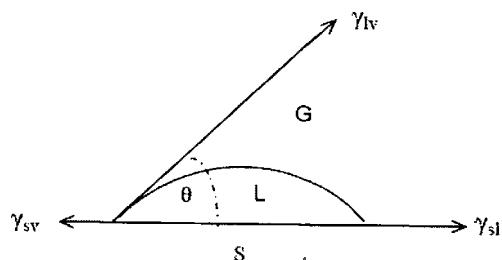


Figura 4.20 – Definição de ângulo de contato (Deshpande, 2006).

Através da eq. (16), é observado que uma alta molhabilidade, ou um baixo ângulo de contato, entre as fases sólida e líquida é essencial para que a infiltração ocorra. O uso de aditivos surfactantes pode diminuir o ângulo de contato e, assim, melhorar a infiltração. No entanto, além desta condição termodinâmica, algumas outras condições também devem ser cumpridas para que a infiltração tenha sucesso.

O esqueleto, por exemplo, deve ser formado por uma rede de partículas que permaneçam sólidas durante todo o processo de infiltração. Os poros deste esqueleto devem formar um sistema de canais interconectados, cuja espessura permita a ação da força capilar.

A pressão de compactação destes esqueletos deve ser alta o suficiente para que as pastilhas possuam resistência a verde, porém deve ser baixa o suficiente para evitar que porosidade fechada apareça, pois o infiltrante não poderá penetrar nestes poros, deixando vazios no interior do contato, o que é indesejável em contatos elétricos.

O infiltrante deve ter um ponto de fusão abaixo daquele do esqueleto. Para a facilitação do preenchimento dos poros, é desejado que o infiltrante possua uma alta fluidez no estado líquido. Além disso, caso o infiltrante tenha uma expansão térmica muito alta, deformação plástica na matriz pode ocorrer. Outro fator importante é que o infiltrante líquido não reaja com o material da matriz, pois se reagir pode haver problemas de porosidade residual.

4.6.7.2 Técnicas de infiltração

Existem várias técnicas de infiltração, porém três técnicas se destacam: infiltração por imersão-capilaridade; infiltração por imersão total; infiltração por contato.

Na infiltração por imersão-capilaridade, um corpo é infiltrado quando é parcialmente imerso em um metal fundido e na infiltração por imersão total, um corpo sofre infiltração através de sua total imersão em um infiltrante metálico líquido.

A técnica de infiltração por contato é a mais utilizada para contatos elétricos, pois este método eleva o processo produtivo, já que elimina a necessidade de recipientes contendo metal líquido e permite que o cálculo da exata quantidade de metal necessária para infiltrar os poros seja feito. Além disso, esta técnica permite que a infiltração seja feita em fornos que operam sob atmosfera protetora e redutora.

Neste método, o infiltrante sólido é colocado em justaposição com o esqueleto sinterizado sobre um recipiente, o qual pode comportar centenas de pastilhas. O infiltrante pode ser colocado no topo da peça, na base da peça ou em ambos os lados. Após as pastilhas e os infiltrantes serem colocados no recipiente, este é levado ao forno de infiltração, onde um filme líquido é formado e penetra os poros. Este processo pode ser observado na Figura 4.21.

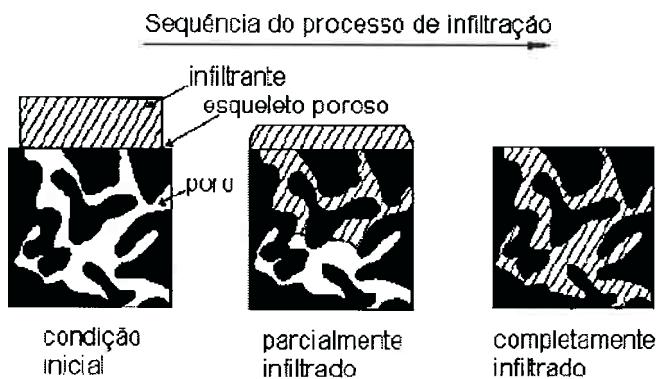


Figura 4.21 – Seqüência do processo de infiltração (Furukawa, 1996).

Se o infiltrante é colocado na parte superior do esqueleto, a tensão superficial pode espalhar um filme de infiltrante líquido sobre todas as faces do esqueleto antes que ocorra a penetração para o interior do esqueleto. No entanto, se o infiltrante for colocado sob o esqueleto, facilita-se a saída dos gases presentes nos poros e diminui-se a possibilidade do surgimento de bolhas.

É importante ressaltar que o material do recipiente deve ser corretamente escolhido para que não reaja com o esqueleto ou com o infiltrante líquido. Além disso, a molhabilidade do infiltrante no material do recipiente deve ser a menor possível, evitando-se assim que o recipiente seja infiltrado.

4.6.7.3 Infiltração de Ag/W e Ag/WC

Ag/W e Ag/WC estão entre os produtos mais antigos produzidos por infiltração (ASM, 1990). Estes materiais são infiltrados através da técnica de infiltração por contato e este processo normalmente é feito em fornos que permitem o controle de variáveis como tempo, temperatura e atmosfera. Através deste processo, densidades de 96 a 99% da densidade teórica podem ser atingidas.

Os sistemas Ag/W e Ag/WC possuem os requisitos básicos para que a infiltração ocorra. A solubilidade dos metais refratários e de seus carbetos na prata é praticamente nula e, além disso, a molhabilidade da prata nestes metais é excelente.

A prata é usada como infiltrante devido a sua alta condutividade térmica e elétrica, além da alta resistência a oxidação. Para aplicações em ambientes não corrosivos como óleo,

vácuo ou atmosferas inertes, cobre, o qual custa menos, porém não possui alta resistência à corrosão, pode ser utilizado.

Quando um esqueleto de material refratário é infiltrado, combinam-se as propriedades do metal refratário e do metal condutor. Além disso, durante a formação do arco elétrico, a alta temperatura a que os contatos são submetidos faz com que o infiltrante seja fundido e, consequentemente, o calor de fusão do infiltrante absorve parte do calor gerado pelo arco. O esqueleto de material refratário, o qual é um elemento de alto ponto de fusão, não irá fundir até que toda a prata evapore.

O esqueleto de material refratário também previne que o infiltrante fundido escorra, devido à ação da força de capilaridade. Devido a este fato, a erosão do contato é baixa.

Um compósito, o qual possui alta quantidade de material refratário no esqueleto tem alta dureza e melhor resistência ao desgaste, porém, no entanto, sua capacidade de conduzir corrente elétrica é mais baixa. Por um outro lado, uma alta quantidade de prata torna o material melhor condutor elétrico e térmico, porém o material é mais mole.

4.6.8 Montagem

Dispositivos formados por pastilhas de contato elétrico e por bases, normalmente de cobre, são montados através de brazagem. Este processo, segundo (ASM, 1993), é um processo utilizado para unir metais sólidos através da utilização de uma liga de brazagem, a qual possui ponto de fusão acima de 450°C. Para a brazagem destes dispositivos, utilizam-se técnicas usuais de brazagem como brazagem por resistência, por indução, por maçarico ou em forno.

Assim como na infiltração, o fenômeno físico que garante a boa qualidade da brazagem é a força de capilaridade. Desta forma, a molhabilidade da liga de brazagem na base e na pastilha de contato é muito importante para a formação de uma junta rígida. A diminuição de energia livre total de superfície é muito importante para esse processo e, assim, o ângulo de contato entre as peças que serão brazadas e a liga de brazagem fundida deve ser menor que 90°. Caso isto ocorra, a liga de brazagem será capaz de se infiltrar nas peças que serão brazadas e, quando o conjunto estiver a uma temperatura abaixo da temperatura *solidus* da liga de brazagem, será formada uma ligação forte entre a pastilha e a base, se houver interação entre os metais que serão brazados e a liga de brazagem.

Além disso, existem outros fatores que também devem ser considerados, dentre os quais se destacam a presença de óxidos na superfície e seus efeitos sobre a molhabilidade, a rugosidade da superfície e os efeitos causados pela atmosfera de brazagem. A viscosidade da liga de brazagem fundida também é muito importante, pois quanto menor for a viscosidade melhor será a fluidez da liga fundida. Assim, ligas de brazagem com pequena faixa de solidificação, isto é, ligas com composição próxima da eutética, têm menores viscosidades do que aquelas com ampla faixa de fusão.

Existem diversas ligas de brazagem que podem ser aplicadas para a brazagem de pastilhas de contato elétrico de Ag/W e Ag/WC nas bases dos dispositivos. Estas ligas encontram-se na Tabela 4.5. No entanto, as ligas mais utilizadas são as ligas a base de cobre e fósforo (BCuP), as quais são amplamente utilizadas para brazagem quando a base é formada por cobre puro. Estas ligas possuem baixo custo, se comparadas às ligas a base de prata, e têm a vantagem especial de não necessitarem de fluxos para a soldagem de pastilhas em bases de cobre puro, devido à presença de fósforo, o qual reduz óxidos de cobre. No entanto, quando bases de ligas de cobre são brazadas, o uso de fluxos pode ser necessário, pois fósforo reduz apenas os óxidos de cobre. De acordo com ASM (1993), a liga BCuP-5 é a mais utilizada para contatos elétricos. No entanto, em algumas aplicações, a ampla faixa de fusão, a alta temperatura de trabalho e a baixa ductilidade das ligas BCuP, tornam-nas menos adequadas do que as ligas BAg. Em aplicações que requerem alta ductilidade e resistência à corrosão, por exemplo, as ligas a base de prata podem ser preferidas para braçar bases de cobre, apesar da necessidade de fluxo.

Tabela 4.5 – Principais ligas de brazagem utilizadas com contatos elétricos (Adaptado de ASM, 1993).

Ligas de brazagem	Composição Nominal (% em peso)						Temperatura <i>solidus</i> (°C)	Temperatura <i>liquidus</i> (°C)	Condutividade %IACS	
	Ag	Cu	P	Zn	Cd	Ni	Li			
BCuP-1	-	95,00	5,00	-	-	-	-	710	900	N/A
BCuP-2		92,75	7,25	-	-	-	-	710	795	N/A
BCuP-4	6,00	86,75	7,25	-	-	-	-	645	725	N/A
BCuP-5	15,00	80,00	5,00	-	-	-	-	645	800	10
BAg-1	45,00	15,00	-	16,00	24,00	-	-	605	620	28
BAg-1A	50,00	15,50	-	16,50	18,00	-	-	625	635	24
BAg-2	35,00	26,00	-	21,00	18,00	-	-	605	700	29
BAg-3	50,00	15,50	-	15,50	16,00	3,00	-	630	690	18
BAg-5	45,00	30,00	-	25,00	-	-	-	675	745	19
BAg-8	77,00	23,00	-	-	-	-	-	780	780	N/A
BAg-SA	72,00	27,80	-	-	-	-	0,20	765	765	89
BAg-19	92,50	7,30	-	-	-	-	0,20	780	890	88

5 MATERIAIS E MÉTODOS

Conforme já foi citado no capítulo 1, a parte experimental deste trabalho de formatura tem como objetivos:

- Selecionar o melhor aglomerante para a produção de contatos elétrico de Ag/WC 60/40 através da comparação entre pastilhas deste material que foram produzidas utilizando dois aglomerantes diferentes (aglomerante “A” e aglomerante “B”);
- Avaliar a possibilidade de otimização do processo produtivo destas pastilhas através da redução do tempo em que estas permanecem no forno durante as etapas de queima de aglomerante, sinterização e infiltração.

O aglomerante “A” é utilizado na planta da Umicore China para a etapa de granulação do pó Ag/WC. As pastilhas produzidas com este pó granulado apresentam porosidade excessiva e, após um levantamento feito pelos engenheiros do departamento de pesquisa e desenvolvimento da Umicore AG (Alemanha) sobre as possíveis causas do aparecimento destes poros residuais, concluiu-se que um ponto crítico do processo é o aglomerante “A”.

A tese de que o aglomerante “A” é o causador da porosidade se baseia na possibilidade de que o aglomerante não é totalmente eliminado da pastilha após a etapa de queima do aglomerante. Desta forma, o carbono, presente no resíduo da queima do aglomerante, pode contaminar a pastilha sinterizada, impossibilitando, assim que a prata infiltre em determinadas regiões da pastilha.

Outro fator de descontentamento com o aglomerante “A” é não se saber a composição química do mesmo. Isto causa muita dependência da empresa com relação ao fabricante do aglomerante, o que pode ocasionar um sério problema, se o preço do aglomerante “A” repentinamente subir muito ou caso o aglomerante “A” deixe de ser produzido.

Visando buscar alternativas para o uso do aglomerante “A”, a empresa realizou um projeto de engenharia, no qual o aglomerante “A” e outros cinco aglomerantes de composições e fornecedores diferentes foram testados. No entanto, neste trabalho de formatura, serão comparadas apenas as pastilhas produzidas com o aglomerante original “A” e as pastilhas produzidas com o aglomerante que apresentou os melhores resultados durante os testes, o qual será chamado de aglomerante “B”.

Após a comparação entre as pastilhas produzidas utilizando-se o aglomerante “A” e as pastilhas produzidas com o aglomerante “B”, foi analisada a possibilidade da otimização do processo, através da redução do tempo de forno do processo padrão, e, consequentemente, dos custos deste processo.

Neste capítulo, serão apresentados as matérias-primas, os principais métodos de caracterização e os processos produtivos utilizados para a realização da parte prática deste trabalho de formatura.

5.1 Nomenclatura

O material investigado no projeto são pastilhas de contato elétrico de Ag/WC 60/40. Nesta nomenclatura, o primeiro número indica a fração mássica do primeiro elemento e o segundo número indica a fração mássica do segundo elemento do material. Desta maneira, o pó de Ag/WC 40/60 utilizado para a prensagem das pastilhas possui 40% (em peso) de prata e 60% (em peso) de carbeto de tungstênio e as pastilhas infiltradas de Ag/WC 60/40 possuem 60% (em peso) de prata e 40% (em peso) de carbeto de tungstênio.

Esta nomenclatura equivale às quantidades de carbeto de tungstênio e de prata nominais, pois o cliente exige que, para a pastilha que será apresentada neste trabalho, a porcentagem em peso de prata esteja entre 60% e 64%. Assim, para os testes, foi assumido que a quantidade de prata teria que ser aproximadamente 62% do peso da pastilha infiltrada, sendo que o restante da pastilha é constituído por carbeto de tungstênio.

5.2 Métodos de caracterização

5.2.1 Densidade teórica, densidade relativa e porosidade

Um dado muito importante que se deve conhecer quando o processo de infiltração é utilizado é a densidade teórica dos materiais. De acordo com Ashby (1993), quando um

conjunto de materiais, que não reagem entre si, formam um compósito sem porosidade residual, a densidade deste compósito é dada exatamente pela regra das misturas.

Segundo Askeland *et al.* (1994), a regra das misturas é uma regra que assume que as propriedades de um material compósito são funções das frações volumétricas de cada um dos materiais que o constituem. Desta forma, estima-se a densidade teórica de acordo com a eq. (17):

$$\rho_{Teórica} = \sum(f_i \cdot \rho_i) \quad (17)$$

Onde: f_i – fração volumétrica do material i
 ρ_i – densidade do material i (g/cm³)

Para facilitar a resolução da eq. (17), é necessário conhecer as eq. (18) e (19), as quais indicam respectivamente como calcular a densidade e a fração volumétrica dos materiais.

$$\rho_i = \frac{m_i}{V_i} \quad (18)$$

$$f_i = \frac{V_i}{\sum V_i} \quad (19)$$

Onde: m_i – massa do material i (g)
 V_i – volume do material i (cm³)

Extrapolando a eq. (17), para o compósito Ag-WC-aglomerante, tem-se que:

$$\rho_{Teórica} = f_{Ag} \rho_{Ag} + f_{WC} \rho_{WC} + f_{Aglom.} \rho_{Aglom.} \quad (20)$$

Substituindo as eq. (18) e (19), na eq. (20), chega-se a eq. (21):

$$\rho_{Teórica} = \frac{V_{Ag}}{V_{Ag} + V_{WC} + V_{Aglom.}} \cdot \frac{m_{Ag}}{V_{Ag}} + \frac{V_{WC}}{V_{Ag} + V_{WC} + V_{Aglom.}} \cdot \frac{m_{WC}}{V_{WC}} + \frac{V_{Aglom.}}{V_{Ag} + V_{WC} + V_{Aglom.}} \cdot \frac{m_{Aglom.}}{V_{Aglom.}} \quad (21)$$

Simplificando a eq. (21), tem-se que:

$$\rho_{Teórica} = \frac{m_{Ag} + m_{WC} + m_{Aglom.}}{V_{Ag} + V_{WC} + V_{Aglom.}} \quad (22)$$

Como são conhecidas apenas a densidade e a fração mássica dos elementos que constituem a pastilha, são necessários mais alguns arranjos para a determinação da densidade teórica do compósito.

Substituindo-se a eq. (18) na eq. (22), tem-se que:

$$\rho_{Teórica} = \frac{m_{Ag} + m_{WC} + m_{Aglom.}}{\frac{m_{Ag}}{\rho_{Ag}} + \frac{m_{WC}}{\rho_{WC}} + \frac{m_{Aglom.}}{\rho_{Aglom.}}} \quad (23)$$

É conhecido também que:

$$m_{Total} = m_{Ag} + m_{WC} + m_{Aglom.} \quad (24)$$

e

$$m_i = C_i \times m_{Total} \quad (25)$$

Onde: C_i – fração mássica do material i

Por fim, substituindo-se as eq. (24) e (25) na eq. (23) e fazendo as devidas simplificações, tem-se que:

$$\rho_{Teórica} = \frac{1}{\frac{C_{Ag}}{\rho_{Ag}} + \frac{C_{WC}}{\rho_{WC}} + \frac{C_{Aglom.}}{\rho_{Aglom.}}} \quad (26)$$

A densidade teórica de um compósito é muito importante para pastilhas de contato elétrico que serão infiltradas, pois com esta informação é possível o cálculo da densidade relativa. Segundo Askeland *et al.* (1994), a densidade relativa pode ser obtida através da eq. (27):

$$\rho_{Relativa} = \frac{\rho_{Real}}{\rho_{Teórica}} \quad (27)$$

Onde: ρ_{Real} – densidade real da amostra [g/cm³]

A densidade relativa é importante, pois através dela é possível estimar a porosidade presente nas pastilhas. A quantidade de poros (em porcentagem de volume) é encontrada através da eq. (28).

$$\%_{poros} = (1 - \rho_{Relativa}) \times 100 \quad (28)$$

A fração volumétrica de poros em uma pastilha de contato elétrico é importante tanto para a fabricação quanto para a aplicação destas. Através do volume de poros de uma pastilha de contato elétrico sinterizada, é possível, no caso de esta ser infiltrada, determinar a quantidade de infiltrante que poderá ser utilizada, e, desta forma, calcular o teor final de prata na pastilha infiltrada. No produto final, a porosidade deve ser evitada, pois esta prejudica o desempenho da pastilha, aumentando a erosão causada pelo arco e aumentando a resistividade, sendo por isto um motivo de reclamação de clientes das empresas produtoras de pastilhas de contato elétrico.

Neste trabalho de formatura, quantidade de poros acima de 2,5% (em volume) foi considerada porosidade excessiva. Este valor de porosidade é um pouco inferior ao valor médio de porosidade encontrado para Ag/WC 60/40, o qual é, segundo ASM (1990), 3,5% (em volume). Utilizou-se um valor inferior ao encontrado na literatura, pois o valor apresentado por ASM (1990) se refere a pastilhas feitas pelo processo prensagem/sinterização/reprensagem, o qual normalmente gera porosidade residual maior do que o processo prensagem/sinterização/infiltração, o qual foi utilizado para a produção das pastilhas apresentadas neste trabalho.

5.2.1.1 Cálculo da densidade teórica

Para uma análise completa do processo produtivo é necessário o cálculo da densidade teórica de quatro materiais diferentes:

- Ag/WC 40/60 – a densidade teórica deste material será utilizada para a caracterização do pó sem aglomerante e da pastilha após a queima do aglomerante e a sinterização.

- Ag/WC 40/60 com aglomerante “A” e Ag/WC 40/60 com o aglomerante “B” – as densidades teóricas destes materiais serão utilizadas para a caracterização do pó granulado e da pastilha após a prensagem.
- Ag/WC 60/40 – a densidade teórica deste material será utilizada para a caracterização da pastilha infiltrada. É importante ressaltar que esta é a composição nominal da pastilha, porém a quantidade de prata desejada na pastilha infiltrada é de 62% (em peso), conforme descrito na seção 5.1.

Para se calcular a densidade teórica, necessita-se das densidades da prata, do carbeto de tungstênio e dos aglomerantes “A” e “B”. As densidades destes materiais encontram-se na Tabela 5.1.

Tabela 5.1 – Densidades dos materiais que constituem a pastilha.

Material	Densidade (g/cm ³)
Ag	10,49
WC	15,63
Aglomerante “A”	1,06
Aglomerante “B”	1,05

Utilizando-se os dados da Tabela 5.1 e a eq. (26), calculam-se as densidades teóricas dos materiais citados acima. Estas informações encontram-se na Tabela 5.2:

Tabela 5.2 – Densidades teóricas.

Material	% mássica de Ag	% mássica de WC	% mássica do aglomerante “A”	% mássica do aglomerante “B”	Densidade teórica (g/cm ³)
Ag/WC 40/60	40,00%	60,00%	0%	0%	13,07
Ag/WC 40/60 com aglomerante “A”	39,55%	59,30%	1,15%	0%	11,56
Ag/WC 40/60 com aglomerante “B”	39,55%	59,30%	0%	1,15%	11,55
Ag/WC 60/40	62,00%	38,00%	0%	0%	11,99

5.2.2 Ensaio de escoabilidade

Um pó tem escoabilidade quando uma amostra deste é capaz de escoar através de uma unidade de área por uma unidade de tempo. Esta propriedade é determinada conforme a norma européia EN ISO 4490:2008, utilizando o equipamento descrito na Figura 5.1 e na

Figura 5.2. O canal de saída do funil *Hall* que foi utilizado nos testes possuía um diâmetro de 5,00 mm, para facilitar a passagem do pó granulado. Esta alteração também está prevista na norma EN ISO 4490:2008.

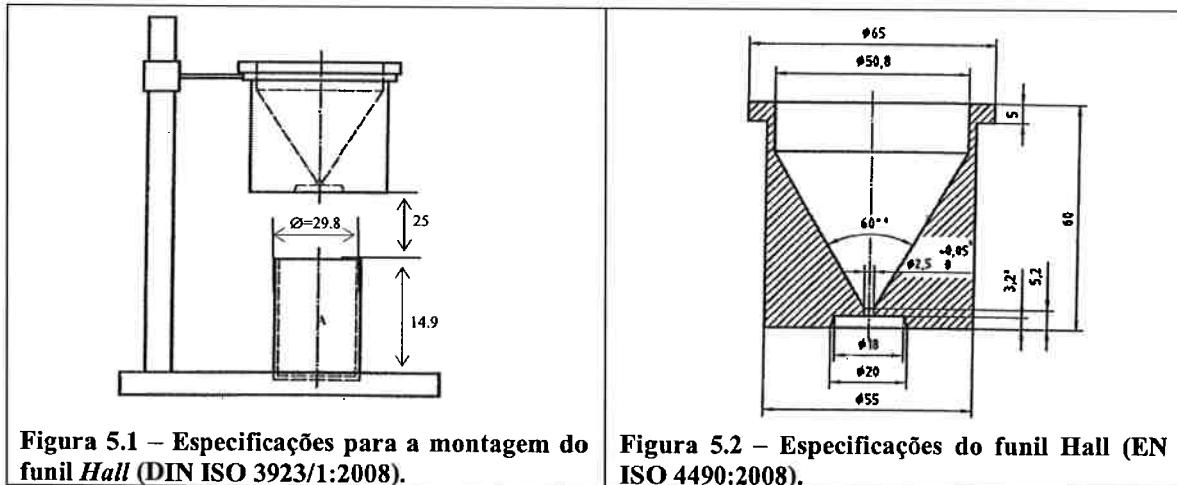


Figura 5.1 – Especificações para a montagem do funil *Hall* (DIN ISO 3923/1:2008).

Figura 5.2 – Especificações do funil *Hall* (EN ISO 4490:2008).

Neste ensaio, o funil é preenchido com 100g de pó, enquanto o canal de saída do funil é fechado com a ponta do dedo indicador. Depois que o funil é completamente preenchido, inicia-se a cronometragem do tempo de escoabilidade do pó ao mesmo tempo em que se retira o dedo do canal de saída do funil. Quando todo o pó escoar através do canal de saída do funil, o cronômetro deve ser parado. A taxa de escoabilidade é definida como o tempo necessário para que 100g de pó escoem pelo funil *Hall* e ela é expressa por [s/100g]. Segundo Ferreira (2002), esta propriedade é principalmente dependente do formato das partículas, do tamanho das partículas e da distribuição do tamanho das partículas. Além disso, ela é afetada pela presença de lubrificantes e aditivos. Ainda segundo este autor, alta escoabilidade é necessária para alta taxa produtiva, por que as matrizes das prensas são preenchidas pelos pós que escoam devido à ação da força da gravidade e, portanto, quanto maior é a escoabilidade de um pó, menor é o tempo para preencher a cavidade da matriz.

5.2.3 Definição de densidade aparente

Segundo ASM (1988), a densidade aparente de um pó metálico, que é o peso de uma unidade de volume de um pó solto expresso em [g/cm^3], é uma das propriedades fundamentais dos materiais particulados.

Segundo Ferreira (2002), a densidade aparente é uma propriedade muito importante na produção de pastilhas prensadas, pois o preenchimento das cavidades das matrizes das prensas é controlado pelo volume do pó não compactado. Esta propriedade é influenciada pela forma da partícula, pelo tamanho das partículas, pela distribuição do tamanho das partículas e pela porosidade das partículas.

A densidade aparente é determinada segundo a norma internacional DIN ISO 3923/1:2008 usando o mesmo equipamento utilizado para determinar a escoabilidade do pó. A densidade aparente é calculada depois de se pesar o recipiente “A”, indicado na Figura 5.1, completamente preenchido pelo pó que escoou através do funil. Caso o pó não escoe pelo funil, a norma permite o uso de um fio fino para auxiliar a passagem do pó pelo canal de saída do funil. A eq. (29) é usada para o cálculo da densidade aparente.

$$\rho_{\text{Aparente}} = \frac{m}{V} \quad (29)$$

Onde: V – volume do recipiente “A” = 10,392 cm³

m – massa [g]

ρ_{aparente} – densidade aparente [g/cm³]

5.2.4 Teste de Compressão

Neste teste, o corpo de prova é colocado em uma máquina de compressão, a qual permite a determinação do comportamento dos materiais submetidos a carregamentos de compressão. Para isto, a amostra é comprimida e registra-se a deformação para vários carregamentos. A partir destes dados é possível plotar diagramas de tensão por deformação, os quais são utilizados para determinação de várias propriedades dos materiais.

Uma das propriedades que podem ser obtidas a partir deste ensaio é a resistência à compressão que é a capacidade de um material de suportar cargas compressivas uniaxiais. Quando o limite de resistência à compressão é alcançado, ocorre a fratura do material. No caso de uma amostra prensada que não foi sinterizada, a máxima tensão de compressão que uma amostra pode suportar sem quebrar é a chamada resistência a verde.

Assim, quando a força é aplicada uniaxialmente, como mostra a Figura 5.3 esta resistência é calculada através da eq. (30).

$$\sigma = \frac{F}{A} \quad (30)$$

Onde: F – força aplicada [N]
 A – área sobre a qual a força é aplicada [mm^2]
 σ – resistência a compressão [MPa]

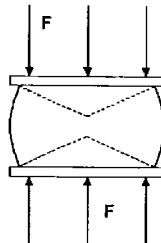


Figura 5.3 - Representação de um teste de compressão.

Normalmente, os corpos de prova para este tipo de ensaio devem ser padronizados segundo normas técnicas. No entanto, neste trabalho de formatura, os testes de compressão foram realizados com as próprias pastilhas prensadas. Isto aconteceu, pois se objetivou apenas uma comparação dos efeitos do uso dos aglomerantes “A” e “B” na resistência a verde da pastilha prensada, ou seja, não havia interesse em se extrair propriedades intrínsecas dos materiais envolvidos.

5.3 Matéria-prima utilizada

Para a realização deste projeto foram utilizados os seguintes materiais:

- Pó de Ag/WC 40/60, produzido pela Umicore da China.
- Fita de prata pura (infiltrante), produzido na Umicore AG (Alemanha).
- Aglomerante original “A” e aglomerante alternativo “B”, comprados de dois fornecedores diferentes.

Ambos aglomerantes, antes de serem utilizados para a granulação dos pós, foram caracterizados, para que algumas propriedades importantes destes materiais fossem determinadas e esta caracterização está apresentada na seção 6.1. As outras matérias-primas utilizadas não foram caracterizadas.

5.4 Processo Produtivo Padrão

O processo produtivo da pastilha de contato elétrico Ag/WC 60/40 apresentada neste trabalho de formatura é formado por seis etapas produtivas principais que são mistura, granulação, prensagem, queima de aglomerante, sinterização e infiltração, além de uma etapa de controle de qualidade que é a metalografia das amostras.

Visando facilitar a compreensão da seqüência das operações produtivas, construiu-se o fluxograma do processo, o qual está apresentado na Figura 5.4. Os procedimentos utilizados para a realização de cada etapa produtiva estão detalhados nas próximas seções deste capítulo. Após a realização de cada processo produtivo, o produto resultante (pó misturado, pó granulado, pastilha prensada, pastilha sinterizada ou pastilha infiltrada) foi caracterizado e os resultados desta caracterização são apresentados e discutidos no capítulo 6.

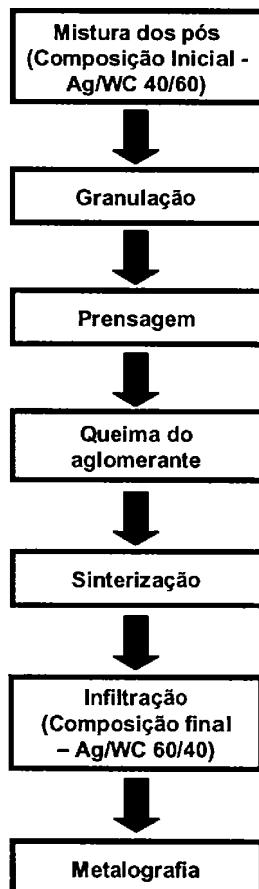


Figura 5.4 – Fluxograma do processo produtivo da pastilha Ag/WC 60/40.

5.4.1 Mistura

O pó de Ag/WC 40/60 foi misturado na Umicore China e, após esta etapa, foi enviado a Umicore AG (Alemanha), para o início do projeto. A quantidade de pó utilizada neste trabalho foi de 7,5kg. A única informação fornecida sobre a mistura foi que esta foi feita em um moinho atritor com bolas.

A mistura de pó recebida da China foi separada em 3 lotes diferentes, os quais estão descritos abaixo:

- Lote “TESTE” – 500g de pó de Ag/WC 40/60, os quais foram destinados para a caracterização do pó recebido.
- Lote “PA” – 3,5kg de pó de Ag/WC 40/60, os quais foram destinados para a granulação com o aglomerante “A”.
- Lote “PB” – 3,5kg de pó de Ag/WC 40/60, os quais foram destinados para a granulação com o aglomerante “B”.

5.4.2 Granulação

A granulação foi feita através do método “granulação por peneira” em uma empresa produtora de máquinas de granular. A granulação contou com o acompanhamento de alguns funcionários da empresa Umicore, inclusive do presente autor.

Para esta visita, os lotes de pó “PA” (o qual será granulado com o aglomerante “A”) e “PB” (o qual será granulado com o aglomerante “B”) foram utilizados, sendo que a quantidade de 3,5kg de pó em cada lote é a quantidade mínima de pó que pode ser granulada pela máquina.

O primeiro lote a ser granulado foi o lote “PA”. Primeiramente, colocou-se todo o lote em uma batedeira. Em seguida, preparou-se uma solução de água com o aglomerante “A”, a qual foi lentamente adicionada ao pó na batedeira, para a devida homogeneização.

A quantidade de aglomerantes utilizada na solução foi calculada para garantir que o teor de sólidos para os dois lotes de pó fosse o mesmo (1,15%), pois esta é a mesma quantidade que era utilizada pela Umicore China antes do início do projeto.

Para isto, como os aglomerantes são suspensões ou emulsões poliméricas, foi necessário determinar a quantidade de sólido presente neles. Isto foi realizado, utilizando-se uma balança contendo uma lâmpada de halogênio, a qual aquecia o aglomerante a uma temperatura de 101°C, fazendo com que toda água presente evaporasse, para que através de diferença de peso, fosse possível determinar o teor de sólidos do aglomerante. Estes dados encontram-se na Tabela 5.3:

Tabela 5.3 – Teor de sólidos nos aglomerante “A” e “B”.

Aglomerante	Teor de sólidos (% em peso)
A	41,2
B	45,0

A partir dos dados presentes na Tabela 5.3, foi possível calcular a quantidade de aglomerante necessária para que o pó granulado possuisse 1,15% de aglomerante. Estas quantidades, calculadas para 3,5kg de pó, encontram-se na Tabela 5.4.

Tabela 5.4 – Quantidade de aglomerante necessária para granulação.

Aglomerante	Quantidade de pó (g)	Teor de sólido (%)	Quantidade de aglomerante sólido (g)	Quantidade de aglomerante (mL)
A	3500	1,15	40,7	98,8
B	3500	1,15	40,7	90,5

Após o término da adição da solução de água com o aglomerante “A”, a lama ainda não apresentava a consistência ideal para realização da granulação e, portanto, mais água foi adicionada ao pó na batedeira.

Depois de atingir a consistência ideal, a qual foi determinada pela experiência do operador da máquina, o pó foi retirado da batedeira e colocado na máquina de granular, onde foi realizada a “granulação por peneira”. Neste processo a lama é raspada através de uma peneira formando um pó granulado com tamanho de partícula inferior à abertura desta peneira (0,8mm).

Ao sair da máquina de granular, o pó foi colocado em uma bandeja e esta foi colocada em um forno a 150°C por 2 horas para que toda a umidade fosse eliminada.

Em seguida, peneirou-se todo o pó para que este permanecesse com um tamanho de partícula entre 0,3mm e 0,8mm. As partículas menores que 0,3mm e maiores que 0,8mm

poderiam ter sido misturadas novamente com água e regranuladas, o que é um dos pontos fortes deste processo de granulação, pois o processo possui um altíssimo rendimento, já que não apresenta perdas de matéria-prima. No entanto, devido ao pouco tempo que se teve na empresa produtora da máquina de granular, o reaproveitamento das partículas finas não foi feito.

De maneira análoga à descrita acima, o lote “PB” foi granulado com uma solução do aglomerante alternativo “B”.

As principais características do processo de granulação estão apresentadas na Tabela 5.5.

Tabela 5.5 – Características do processo de granulação.

Pó	Carga (kg)	Aglomerante	Quantidade de aglomerante (mL)	Quantidade de aglomerante sólido (g)	Tamanho de partícula
PA	3,5	A	98,8	40,7	300µm<x<800µm
PB	3,5	B	90,5	40,7	300µm<x<800µm

5.4.3 Prensagem

Após a granulação, o pó foi prensado em pastilhas de 2g com dimensões de 5,38 x 5,38 x 9,00mm (volume igual a 0,2605cm³), utilizando-se uma prensa hidráulica uniaxial com uma célula de carga acoplada. O desenho destas pastilhas encontra-se na Figura 5.5.

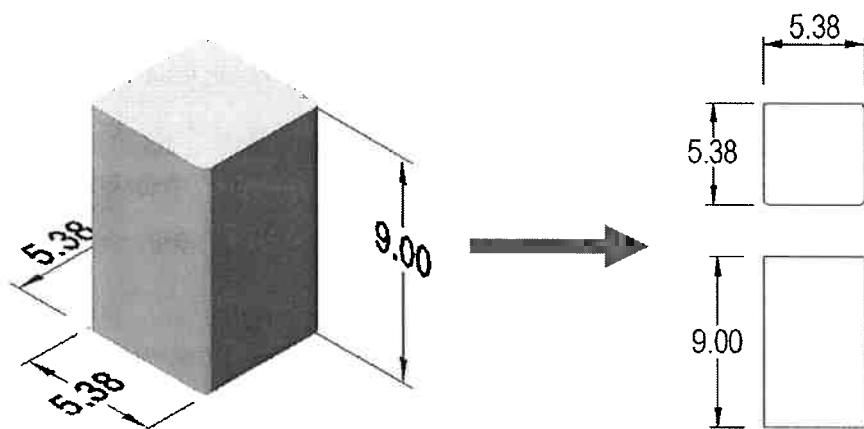


Figura 5.5 – Desenho esquemático da pastilha prensada.

5.4.3.1 Determinação da pressão de compactação

A pressão de compactação foi escolhida, utilizando-se uma curva que descreve a relação entre densidade a verde, que é o nome dado à densidade da pastilha após a prensagem, e pressão de compactação para este material.

Esta curva foi construída, prensando-se 20 amostras cilíndricas, as quais possuíam 10,00mm de diâmetro, com o pó do lote “PA”. A pressão de compactação variou de 50MPa até 1000MPa e, após a prensagem das amostras, as densidades a verde destas pastilhas foram determinadas utilizando-se, devido à simplicidade geométrica das peças, uma balança de precisão e um micrômetro. Esta curva está apresentada na Figura 5.6.

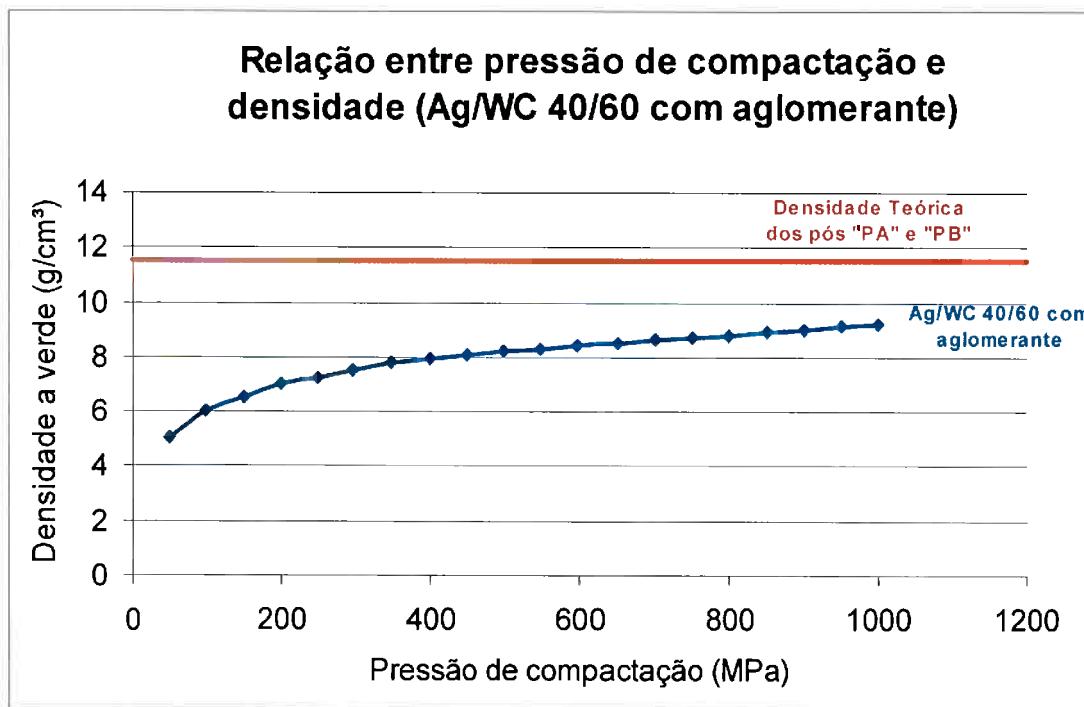


Figura 5.6 – Relação entre pressão de compactação e densidade a verde.

Traçada a curva é necessário o cálculo da densidade a verde desejada, a qual depende da quantidade de poros necessária para que a pastilha atinja a sua composição final após a infiltração.

Para isto é necessário saber qual é a quantidade de infiltrante necessária para que se atinja a composição final desejada. A massa do infiltrante pode ser encontrada através do balanço de massa descrito na eq. (31):

$$m_{inicial} \times C_{inicial} + m_{Ag} = m_{final} \times C_{final} \quad (31)$$

Onde: $m_{inicial}$ – massa inicial (g)
 $C_{inicial}$ – Teor inicial de prata (porcentagem de peso) = 40%
 m_{Ag} – massa de infiltrante (g)
 m_{final} – massa final = $m_{inicial} + m_{Ag}$ (g)
 C_{final} – Teor final de prata (porcentagem de peso) = 62%

Antes de resolver a equação acima, necessita-se descontar a quantidade de aglomerante contida nos 2g de pastilha. De acordo com a Tabela 5.2, sabe-se que 1,15% do peso da pastilha é constituído pelo aglomerante “A”, no caso de pastilhas prensadas com pó do lote “PA”, ou pelo aglomerante “B”, no caso de pastilhas prensadas com o pó do lote “PB”. Assim, após a queima do aglomerante, o peso da pastilha será 1,977g (valor da massa inicial).

Utilizando o peso da pastilha sem aglomerantes, encontra-se, através da eq. (31), que 1,144g de infiltrante são necessários para que se atinja a composição desejada de prata na pastilha (62%). Utilizando a eq. (18), tem-se que o volume de infiltrante necessário para se atingir a composição final da pastilha é igual a 0,1091cm³.

Antes do próximo passo para a estimativa da densidade a verde, é necessário conhecer os volumes de cada elemento presente nas pastilhas prensadas com o pó do lote “PA” e com o pó do lote “PB”. Como as densidades do aglomerante “A” e do aglomerante “B” são praticamente idênticas o cálculo para a determinação da densidade a verde desejada será feito apenas para o aglomerante “A” e, depois expandido para o aglomerante “B”. Estes dados encontram-se na Tabela 5.6:

Tabela 5.6 – Peso e volume dos elementos da pastilha.

Elementos	Peso de cada elemento (g)	Volume de cada elemento da pastilha prensada com pó do lote “PA” (cm ³)
Ag	0,791	0,0754
WC	1,186	0,0759
Aglomerante “A”	0,023	0,0217
Total	2,000	0,1730

O volume de infiltrante (0,1091cm³) equivale ao volume de poros da pastilha prensada mais o volume de poros que serão originados pela queima do aglomerante (0,0217cm³), ou seja, o volume de aglomerante da pastilha prensada. Assim, tem-se que o volume de poros da pastilha é 0,0874cm³.

Dividindo-se o volume de poros pelo volume total da pastilha (0,2605cm³) tem-se que a porcentagem volumétrica de poros é 33,6%.

Utilizando-se este último dado na eq. (28), encontra-se que a densidade relativa necessária é 66,4%.

Como a densidade teórica do pó do lote “PA” é $11,56\text{g}/\text{cm}^3$, tem-se que a densidade a verde necessária é igual a $7,7\text{g}/\text{cm}^3$.

Sabendo a densidade a verde necessária, utiliza-se a Figura 5.6 para determinar a pressão de compactação desejada, a qual é 330MPa. O modo de determinação da pressão de compactação está apresentado na Figura 5.7.

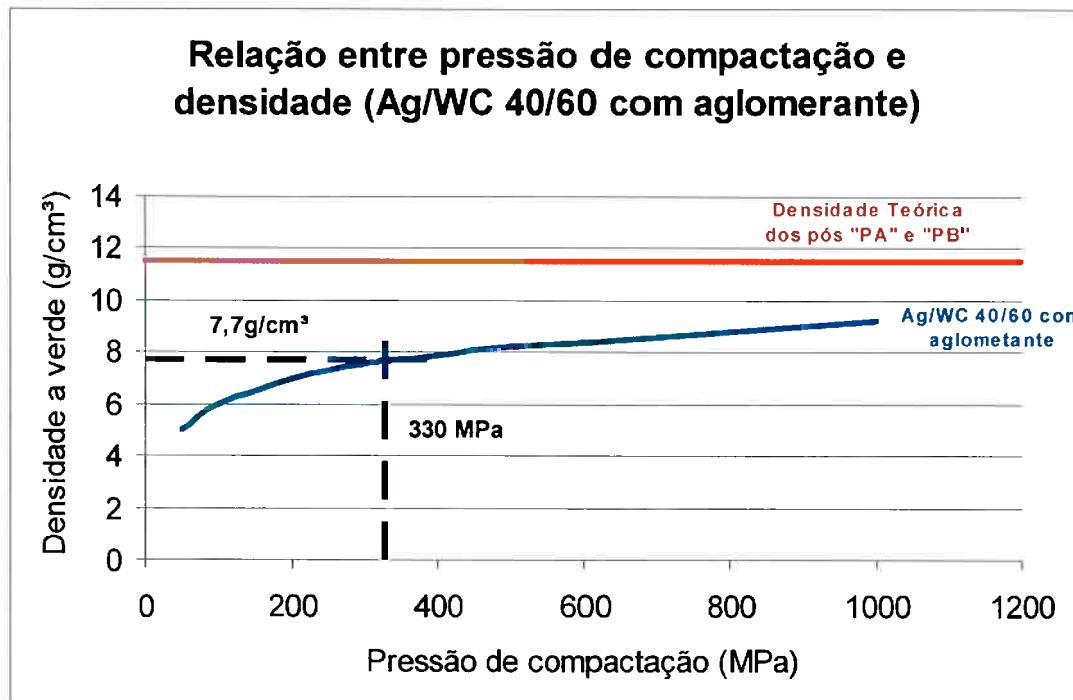


Figura 5.7 – Determinação da pressão de compactação.

5.4.4 Queima do aglomerante e sinterização

No processo padrão de produção destas pastilhas, elas são sinterizadas por 1 hora na temperatura “ T_A ”, por 4 horas a temperatura “ T_B ” e por 1 hora a temperatura “ T_C ” em uma atmosfera moderadamente redutora ($T_A < T_B < T_C < 960^\circ\text{C}$). A fim de reproduzir as condições produtivas da planta chinesa da empresa, o processo padrão foi mantido neste primeiro momento. Nesta etapa, o aglomerante é eliminado através de sua queima e a pastilha adquire a

resistência a verde necessária para seu manuseio através da sinterização. A omissão dos valores das temperaturas e da atmosfera utilizada foi uma exigência da empresa.

5.4.5 Infiltração

Após a sinterização, estas pastilhas foram infiltradas com prata por 30 minutos a temperatura “ T_C ” e por 40 minutos a temperatura “ T_I ” ($T_I > 960^{\circ}\text{C}$) em uma atmosfera altamente redutora. As quantidades de prata que deveriam ser utilizadas para infiltração só puderam ser determinadas após a caracterização das pastilhas sinterizadas e estão apresentadas na Tabela 6.7. No entanto, para assegurar que todos os poros abertos da pastilha tenham sido realmente infiltrados, a infiltração foi realizada com as quantidades de prata da Tabela 6.7 acrescidas de um excesso de 5%. Estes valores encontram-se na Tabela 6.8.

5.5 Otimização do processo

Depois de concluída a etapa de comparação entre as pastilhas produzidas com o aglomerante “A” e as pastilhas produzidas com o aglomerante “B” e da escolha do melhor aglomerante, teve início a segunda parte do projeto que consistiu em uma avaliação da viabilidade de otimização do processo produtivo. A necessidade de melhoria do processo apareceu, pois, no processo padrão, os processos de queima de aglomerante, sinterização e infiltração consomem muito tempo (cerca de sete horas), o que gera um custo muito alto para empresa.

Esta etapa de tentativa de redução de tempo de processo foi realizada apenas com o aglomerante escolhido após a realização da etapa de comparação entre os dois aglomerantes. Para isto, definiu-se que, para realização das etapas de queima de aglomerante, sinterização e infiltração, apenas dois patamares de temperatura seriam utilizados (T_D e T_I , sendo que $T_A < T_D < T_C$). Além do tempo, outra variável que foi ajustada neste processo de otimização foi o poder de redução da atmosfera do forno. Desta forma, duas atmosferas diferentes foram testadas: atmosfera moderadamente redutora e atmosfera altamente redutora. A pedido da

empresa, as atmosferas e temperaturas utilizadas não serão detalhadas neste trabalho de formatura. Para a determinação dos tempos para cada temperatura e das atmosferas do processo, amostras foram submetidas a três testes diferentes, os quais foram subdivididos em outros dois testes:

- 20 min a T_D e 20 min a T_I :
 - Atmosfera moderadamente redutora
 - Atmosfera altamente redutora
- 20 min a T_D e 40 min a T_I :
 - Atmosfera moderadamente redutora
 - Atmosfera altamente redutora
- 40 min a T_D e 40 min a T_I :
 - Atmosfera moderadamente redutora
 - Atmosfera altamente redutora

Todas as pastilhas que foram utilizadas nestes testes foram prensadas de modo análogo àquelas apresentadas na seção 5.4.3. A quantidade de prata utilizada para as infiltrações foi de 1,15g. Teoricamente, esta quantidade de infiltrante é suficiente para garantir que todos os poros sejam infiltrados, caso o processo produtivo seja adequado.

6 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo, os resultados obtidos através da caracterização dos aglomerantes e dos produtos resultantes de cada etapa produtiva apresentada na seção 5.4 serão apresentados e discutidos. Através da análise destes resultados, será possível comparar os dois aglomerantes e, sobretudo, selecionar qual é o melhor aglomerante para a produção de pastilhas de contato elétrico a base de Ag/WC 60/40.

Além disso, serão apresentados e discutidos os resultados referentes à análise da viabilidade da otimização do processo produtivo destas pastilhas de contato elétrico, cujo procedimento foi descrito na seção 5.5. As pastilhas produzidas através do processo otimizado serão caracterizadas e os resultados desta caracterização serão comparados com os resultados das caracterizações das pastilhas produzidas através do processo padrão e, assim, será possível definir se é viável a alteração do processo produtivo.

6.1 Caracterização dos aglomerantes

Depois que as amostras dos dois aglomerantes foram recebidas, estes foram caracterizados. Esta caracterização foi feita através de dois ensaios: espectrometria de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) e análises termogravimétricas.

Os aglomerantes que foram utilizados nos testes eram emulsões ou suspensões poliméricas e, por isso, fez-se o ensaio de FTIR para caracterizá-los. Este ensaio permite identificar compostos poliméricos através da identificação de suas ligações químicas, as quais possuem freqüências de vibração específicas. Se uma radiação de infravermelho com determinado comprimento de onda interagir com a molécula, isto é, se esta radiação produzir uma variação do momento dipolo elétrico das moléculas, devido aos movimentos rotacionais ou vibracionais destas, um espectro característico será formado. Repetindo-se esta operação para os comprimentos de onda da região do infravermelho, é possível construir um gráfico comprimento de onda (cm^{-1}) por transmitância (%), o qual possibilita a identificação das ligações químicas da amostra. Os resultados destes testes encontram-se na Figura 6.1 e na Figura 6.2.

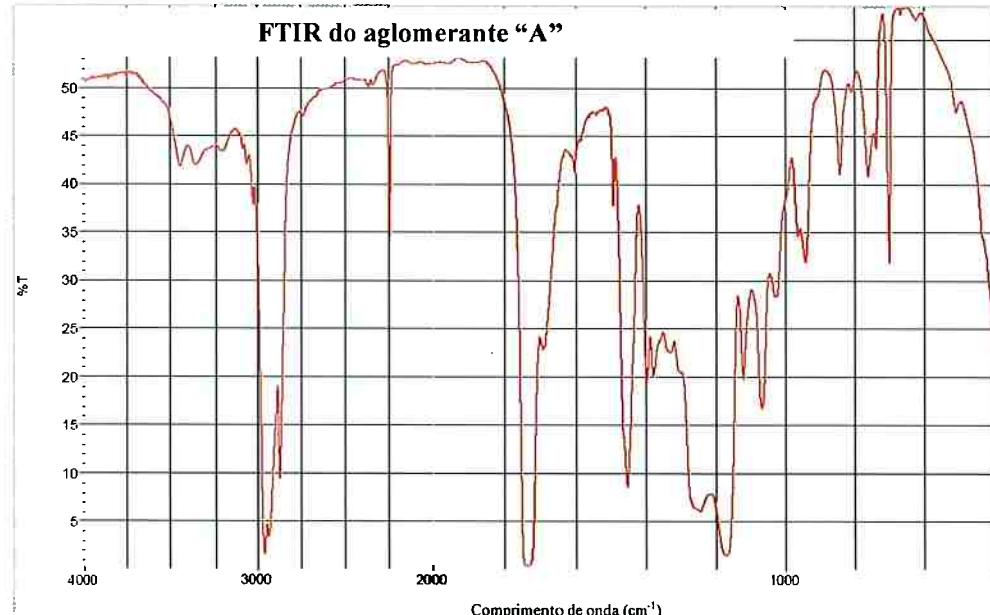


Figura 6.1 – FTIR do agglomerante “A”.

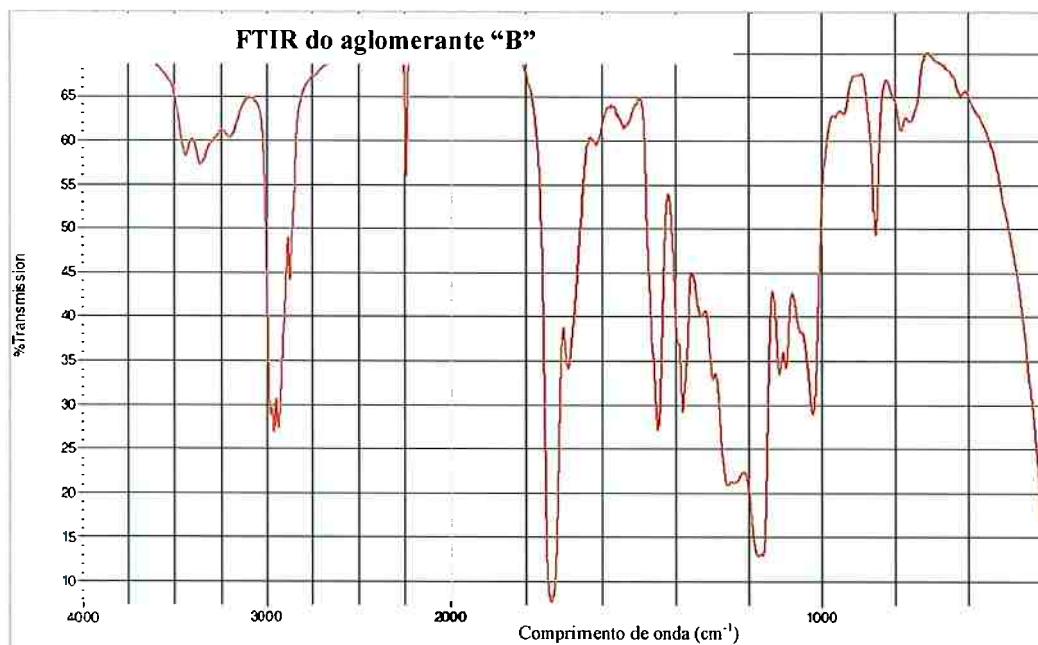
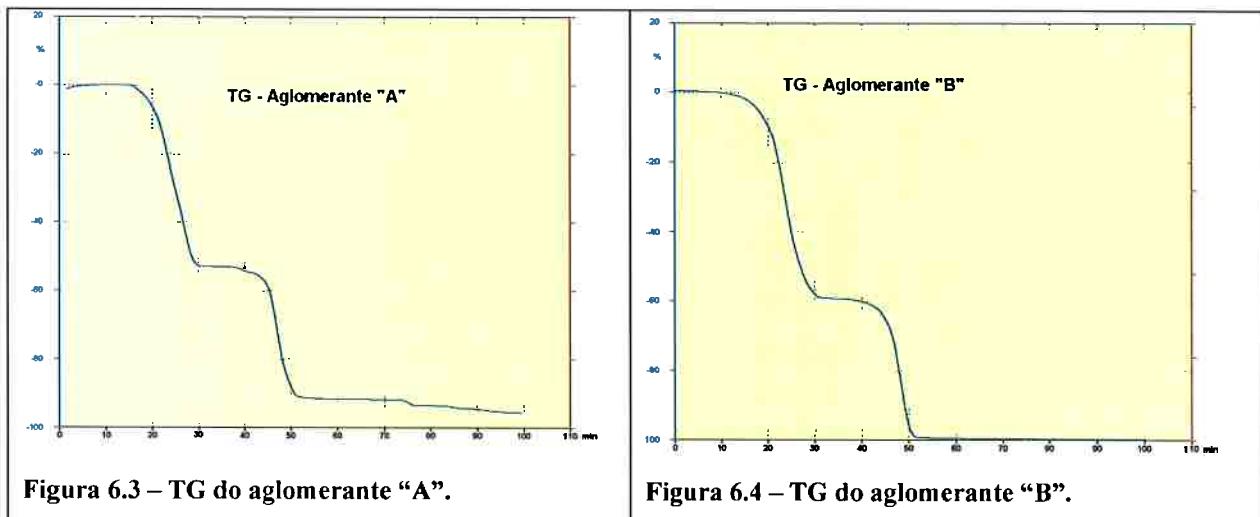


Figura 6.2 – FTIR do agglomerante “B”.

Através do FTIR feito com o agglomerante "A" (Figura 6.1), foi descoberto, pelo laboratório de caracterização de materiais da Umicore, que este é um copolímero contendo ao menos poliestireno e poliacrilato. Já o agglomerante "B", de acordo com a FTIR da Figura 6.2 realizada pelo mesmo laboratório, é um copolímero contendo poli(etilacrilato) e poliacrilamida.

A análise termogravimétrica foi feita para indicar a quantidade de resíduo sólido que permanece nas pastilhas de contato após a queima do aglomerante. Neste teste, uma amostra de 2g de cada aglomerante foi colocada sobre um braço de uma balança de precisão, o qual foi colocado em um forno, cujo ciclo térmico não pode ser descrito por indicar dados do processo produtivo da empresa. Os resultados desta caracterização encontram-se na Figura 6.3 e na Figura 6.4.



Analizando-se a Figura 6.3 e a Figura 6.4, observa-se que o resíduo do aglomerante “A” após a queima foi de 5% (em peso) enquanto o resíduo do aglomerante “B” foi de 0,5% (em peso). Estes resíduos são formados por negro de fumo, o qual pode prejudicar o processo de infiltração, pois a molhabilidade da prata no carbono é baixa. Desta forma, o aglomerante “B” tende a interferir menos na infiltração do que o aglomerante “A”, já que produz menor quantidade de resíduos após a queima. Outro dado interessante obtido através da Figura 6.3 e da Figura 6.4 é o tempo gasto para que os aglomerantes sejam queimados, o qual é de cerca de 20 minutos para ambos aglomerantes, o que permite que o tempo do processo produtivo padrão possa, teoricamente, ser diminuído.

6.2 Caracterização das etapas do processo produtivo padrão

Nesta seção serão apresentados e discutidos os resultados da caracterização dos produtos resultantes de cada etapa produtiva apresentada na seção 5.4.

6.2.1 Caracterização do pó misturado

O lote “TESTE” do pó misturado foi submetido a um ensaio de escoabilidade e a um ensaio de densidade aparente. Além disso, foi feita uma foto utilizando um microscópio eletrônico de varredura, a qual está mostrada na Figura 6.5. Esta foto será utilizada para comparação entre o pó misturado e o pó granulado.

Os resultados da caracterização da mistura do pó encontram-se na Tabela 6.1. O valor entre parênteses corresponde à densidade relativa, a qual foi calculada para o pó misturado utilizando a densidade teórica do Ag/WC 40/60 (13,07g/cm³).

Tabela 6.1 – Resultados da caracterização do pó misturado.

Material	Eescoabilidade (s/100g)	Densidade aparente (g/cm ³)
Pó Ag/WC 40/60	Pó sem escoabilidade	2,7 ± 0,1 (20,7%)

Analizando a Tabela 6.1, pode ser observado que o pó misturado não apresentou escoabilidade nenhuma. Este dado indica que haveria problemas para a realização da prensagem deste material. Isto ocorreria, pois sem escoabilidade haveria uma variação de peso e espessura entre as pastilhas prensadas se este material fosse produzido em larga escala, pois o volume de pó que preenche a matriz seria diferente para cada pastilha. Embora não sejam conhecidas as características dos pós de Ag e de WC, a falta de escoabilidade do pó misturado já era esperada, pois as partículas de WC comerciais, segundo Upadhyaya (1998), possuem tamanhos típicos entre 0,8 e 7,0µm, ou seja, são muito finas. Este pequeno tamanho de partícula, juntamente com o formato irregular deste pó e com a alta quantidade deste material no pó misturado (60% em peso) ocasionou a falta de escoabilidade desta mistura.

O valor da densidade aparente do pó misturado não pode ser discutido, pois não se tem conhecimento sobre as características dos pós de Ag e de WC utilizados. Desta forma, este dado será apenas utilizado como base de comparação para a densidade aparente dos pós granulados.

6.2.2 Caracterização do pó granulado

Após o processo de granulação descrito na seção 5.4.2, os pós granulados que foram chamados de pó “PA” (pó granulado com o aglomerante “A”) e de pó “PB” (pó granulado com o aglomerante “B”) passaram por um processo de caracterização. Primeiramente, foram tiradas fotos do pó misturado (Figura 6.5) e do pó granulado “PB” (partículas entre 0,3mm e 0,8mm, mostradas na Figura 6.7) utilizando um microscópio eletrônico de varredura (MEV), para que os benefícios trazidos pela granulação no formato e no tamanho do pó granulado pudessem ser observados. Além disso, para efeito de comparação, foram tiradas também fotos da parte fina do pó granulado “PB” (<0,3mm, mostradas na Figura 6.6 e na Figura 6.8), a qual normalmente voltaria ao processo de granulação para ser regranulada.

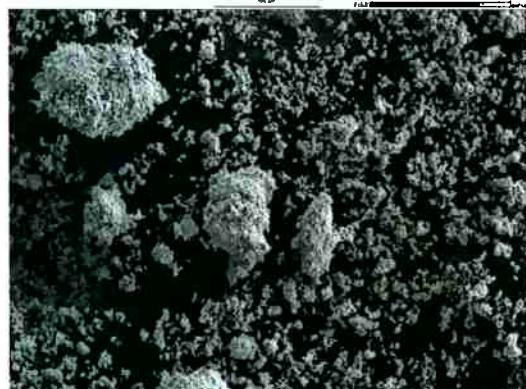


Figura 6.5 – Microestrutura do pó Ag/WC 40/60 sem aglomerante (250:1)¹.



Figura 6.6 – Microestrutura da parte fina do pó granulado “PB” (<0,3mm) (250:1)¹.



Figura 6.7 – Microestrutura do pó granulado “PB” (partículas entre 0,3 e 0,8mm) (50:1)².



Figura 6.8 – Microestrutura da parte fina do pó granulado “PB” (<0,3mm) (50:1)².

¹ A barra de escala é igual a 100µm nas figuras com ampliação de 250:1.

² A barra de escala é igual a 500µm nas figuras com ampliação de 50:1.

A volta da parte fina do pó granulado (<0,3mm) ao processo de granulação ocorre, pois, conforme pode ser visto na Figura 6.7 e na Figura 6.8, as partículas do pó granulado “PB” (entre 0,3 e 0,8mm) são muito maiores do que as partículas finas do pó granulado (<0,3mm). Esta grande diferença de tamanho entre estas partículas, de acordo com Bernardes (2006), é prejudicial, pois gera segregação entre os grânulos maiores e menores causando problemas de variações mássicas e volumétricas durante a prensagem.

As fotos da parte fina do pó granulado (Figura 6.6 e Figura 6.8) foram utilizadas para auxiliar na comparação entre as partículas do pó misturado e do pó granulado “PB” (partículas entre 0,3 e 0,8mm), devido à dificuldade de comparação destes dois materiais em um mesmo aumento. Para um aumento de 250 vezes, o qual era o menor aumento em que as partículas do pó misturado apresentavam-se de maneira nítida, não era possível a correta observação do formato das partículas do pó granulado “PB”, visto que apenas um grânulo aparecia na foto. Desta maneira, comparou-se o pó granulado (partículas entre 0,3mm e 0,8mm, mostradas na Figura 6.7) com a parte fina do pó granulado (<0,3mm, mostrada na Figura 6.8) para um aumento de 50 vezes. Uma pequena região da foto que apresenta a parte fina do pó granulado (Figura 6.8), a qual está indicada em vermelho, foi aumentada em 250 vezes e, desta forma, comparou-se esta região com a foto do pó misturado (Figura 6.5) em um mesmo aumento.

Através das comparações destas figuras, é possível observar que o processo de granulação, como esperado, promoveu a agregação das partículas do pó misturado (Figura 6.5), as quais eram bastante finas e irregulares, formando grânulos bem grandes com morfologia regular (Figura 6.7).

É importante ressaltar que apenas fotos de MEV do pó granulado “PB” foram apresentadas. Isto aconteceu, pois não foram tiradas fotos de MEV do pó granulado “PA”. No entanto, a morfologia e as dimensões dos grânulos do pó granulado “PA” eram idênticas às dos grânulos do pó granulado “PB”.

Depois de conhecidas as dimensões e a morfologia dos pós granulados “PA” e “PB”, foram feitos mais dois testes para a caracterização destes pós: a determinação da taxa de escoabilidade e a determinação da densidade aparente. A realização destes testes foi feita conforme descrito nas seções 5.2.2 e 5.2.3 e o resultado destes testes está descrito na Tabela 6.2.

Tabela 6.2 – Resultado dos testes da caracterização dos pós granulado “PA” e “PB”.

Pó	Escoabilidade (s/100g)	Densidade aparente (g/cm ³)
PA	17,5 ± 0,3	2,92 ± 0,02 (25,3%)
PB	16,3 ± 0,5	2,97 ± 0,03 (25,7%)

Para o cálculo da densidade relativa, a qual se encontra entre parênteses, foram utilizadas as densidades teóricas presentes na Tabela 5.2.

Analisando a Tabela 6.2, é possível observar que devido ao processo de granulação, os pós granulados “PA” e “PB” apresentaram escoabilidade. Esta propriedade, a qual permite a estabilidade dimensional das pastilhas de contato elétrico produzidas em larga escala, é, segundo Ferreira (2002), dependente do formato e do tamanho das partículas. Desta forma, o tamanho grande e a morfologia regular dos grânulos destes pós, os quais podem ser exemplificados pelos grânulos do pó granulado “PB” apresentados na Figura 6.7, foram os responsáveis pela obtenção da escoabilidade. Comparando-se as escoabilidades do pó granulado “PA” e do pó granulado “PB”, observa-se que o uso do aglomerante “B” proporcionou ao pó granulado “PB” uma escoabilidade maior do que a do pó granulado “PA”. Assim, o tempo necessário para o preenchimento da cavidade de uma matriz será menor quando o pó granulado “PB” for utilizado.

A densidade aparente dos pós granulados “PA” e “PB” são bem próximas e comparando-se as densidades aparentes destes pós granulados com a densidade aparente do pó misturado (Tabela 6.1), observa-se que houve um aumento desta propriedade após a granulação.

6.2.3 Caracterização da pastilha prensada

Para caracterizar as pastilhas prensadas foram determinadas as densidades e as resistências a verde destas pastilhas. As densidades a verde de 20 pastilhas diferentes foram determinadas utilizando-se um micrômetro e uma balança de precisão devido à simplicidade geométrica das pastilhas prensadas (Figura 5.5). A Tabela 6.3 apresenta o valor médio das densidades das pastilhas produzidas com o pó granulado “PA” e com o pó granulado “PB”.

Tabela 6.3 – Densidade das pastilhas prensadas.

Pastilha prensada com o pó	Densidade a verde (g/cm³)
PA	7,67 ± 0,03 (66,3%)
PB	7,66 ± 0,05 (66,3%)

A densidade relativa, a qual se encontra entre parênteses foi determinada utilizando os valores presentes na Tabela 5.2.

A pressão de compactação utilizada foi 330MPa e foi determinada através da curva descrita na Figura 5.7, a qual determina a relação entre pressão de compactação e densidade a verde para o pó Ag/WC 40/60 granulado. Esta pressão de compactação corresponde ao valor necessário para a prensagem de pastilhas com densidade a verde de 7,7g/cm³, a qual foi a densidade determinada, de acordo com o procedimento descrito na seção 5.4.3.1, para garantir que se fosse atingido 62% (em peso) de prata na pastilha infiltrada.

Assim, analisando os valores de densidade apresentados na Tabela 6.3, observa-se que os valores encontrados para as pastilhas prensadas com o pó granulado “PA” (7,67g/cm³) e para as pastilhas prensadas com o pó granulado “PB” (7,66g/cm³) foram muito próximos do valor desejado (7,7g/cm³), o que mostra que a curva apresentada na Figura 5.7 é bastante confiável.

Após a determinação da densidade a verde, três pastilhas prensadas com cada um dos pós foram submetidas a ensaios de compressão, conforme descrito na seção 5.2.4. A realização destes ensaios teve como objetivo uma comparação dos efeitos do uso dos aglomerantes “A” e “B” sobre a resistência a verde da pastilha prensada. Desta forma, o teste foi realizado com as próprias pastilhas prensadas, e não com corpos de prova padronizados através de normas.

Os resultados deste ensaio estão mostrados na Tabela 6.4, na Tabela 6.5, na Figura 6.9 e na Figura 6.10.

Tabela 6.4 – Resistência a verde de pastilhas feitas com “PA”.

Amostra	Resistência a verde (N/mm²)
“PA” 1	31,2
“PA” 2	33,3
“PA” 3	29,5
“PA”	31,3 ± 1,9

Tabela 6.5 – Resistência a verde de pastilhas feitas com “PB”.

Amostra	Resistência a verde (N/mm²)
“PB” 1	37,5
“PB” 2	40,8
“PB” 3	42,0
“PB”	40,1 ± 2,3

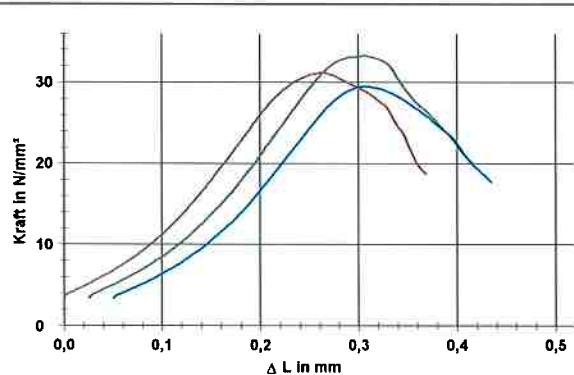


Figura 6.9 – Resistência a verde de pastilhas feitas com “PA”.

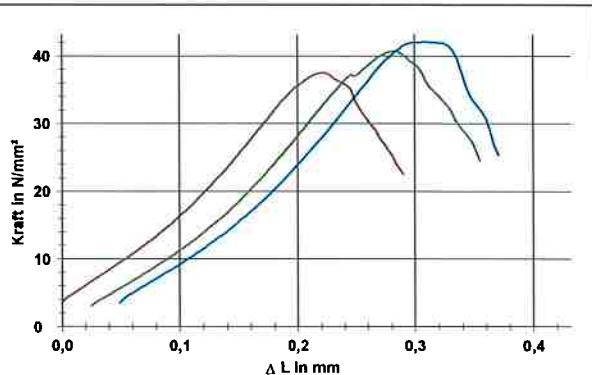


Figura 6.10 – Resistência a verde de pastilhas feitas com “PB”.

Analizando os resultados apresentados pela Tabela 6.4 e pela Tabela 6.5 e na Figura 6.9 e na Figura 6.10, observa-se que a resistência a verde das pastilhas produzidas com o pó granulado “PB” é 28% maior do que a resistência a verde das pastilhas produzidas com o pó granulado “PA”. Esta informação é muito importante, já que a resistência a verde das pastilhas prensadas com o pó granulado “PA” foi suficiente para garantir que estas pastilhas fossem manuseadas sem que se quebrassem. Assim, teoricamente é possível reduzir a quantidade de aglomerante “B”, utilizado para a granulação do pó Ag/WC 40/60, para prensar pastilhas com a mesma resistência a verde daquelas prensadas com o pó granulado “PA” (31,3MPa), o que acarretará em uma redução de custos para a empresa. Isto, no entanto, só é possível caso a diminuição da quantidade de aglomerante “B” não implique de maneira muito negativa na escoabilidade do pó granulado resultante. No entanto, o estudo da viabilidade desta redução de aglomerante não foi feito, pois não estava no escopo do projeto.

6.2.4 Caracterização após queima e sinterização

Após a queima do aglomerante e o processo de sinterização, que foram descritos na seção 5.4.4, as pastilhas foram retiradas do forno e a perda de massa e a densidade destas foram determinadas. Para o cálculo da perda de massa, que é a quantidade de aglomerante que foi eliminada durante a queima, as pastilhas foram pesadas antes e depois da queima do aglomerante e a perda foi calculada de acordo com a eq. (32).

$$\%m.p. = \frac{m_i - m_f}{m_i} \times 100 \quad (32)$$

Onde:
 $\%m.p.$ – porcentagem de massa perdida
 m_i – massa inicial (g)
 m_f – massa final (g)

A densidade das pastilhas sinterizadas foi calculada geometricamente utilizando-se um micrômetro e uma balança de precisão. A densidade relativa das pastilhas, valor entre parênteses, foi determinada utilizando-se o valor da densidade teórica do pó misturado ($13,07\text{g/cm}^3$). A partir do volume encontrado durante a determinação da densidade, calculou-se também a contração das pastilhas, em porcentagem, utilizando-se o volume inicial destas que era $0,2605\text{cm}^3$ e a eq. (33).

$$\%R_{vol} = \frac{V_i - V_f}{V_i} \times 100 \quad (33)$$

Onde:
 $\%R_{vol}$ – porcentagem de contração volumétrica
 V_i – volume inicial = $0,2605\text{cm}^3$
 V_f – volume final [cm^3]

A quantidade de aglomerante eliminado após a queima, a contração volumétrica das pastilhas sinterizadas e a densidade destas encontram-se na Tabela 6.6.

Tabela 6.6 – Quantidade de aglomerante eliminada e densidade das pastilhas sinterizadas.

Pastilha prensada com o pó	Quantidade de aglomerante eliminado (% mássica)	Contração volumétrica (%)	Densidade (g/cm^3)
PA	1,17	4,6%	7,95 (60,8%)
PB	1,16	2,2%	7,75 (59,3%)

A quantidade perdida de aglomerante para ambos pós granulados foi bastante próxima e está de acordo com a quantidade esperada que era de 1,15% (em peso).

A densidade da pastilha produzida com o pó “PA” aumentou 3,7% em relação à média das densidades das pastilhas prensadas ($7,67\text{g/cm}^3$) e a densidade da pastilha produzida com o pó “PB” aumentou 1,2% em relação ao valor médio da densidade das pastilhas prensadas ($7,66\text{g/cm}^3$). Este aumento de densidade tão grande, principalmente da pastilha produzida com o pó “PA”, não era esperado, pois normalmente não ocorre redução volumétrica significativa para este tipo de material para as temperaturas de sinterização utilizada. Além disso, houve perda de peso devido à queima do aglomerante, o que faz com que a densidade diminua.

As contrações foram superiores ao que se era esperado, pois as temperaturas de sinterização de contatos elétricos Ag/WC que serão produzidos utilizando infiltração, as quais são menores que o ponto de fusão da Ag (960°C), são muito baixas para promover redução volumétrica das pastilhas feitas deste material. Por exemplo, de acordo com Furukawa (1996), o qual testou várias temperaturas de sinterização para a produção de pastilhas de Ag/WC 70/30, para se atingir um grau de contração que permita a obtenção de pastilhas deste material com porosidade residual aceitável, a menor temperatura de sinterização que pode ser utilizada é 1075°C, a qual é muito superior às temperaturas utilizadas para a sinterização das pastilhas prensadas com Ag/WC 40/60.

Ainda analisando o trabalho apresentado por Furukawa (1996), o autor comparou a densificação de pastilhas de Ag/WC 70/30 com a densificação de pastilhas de Ag/WC 85/15 sinterizadas a 930°C sob atmosfera de hidrogênio puro, para diferentes pressões de compactação. O resultado desta comparação foi que o grau de densificação da pastilha diminui com o aumento da quantidade de WC e com o aumento da pressão de compactação.

Ferreira (2002) reforça esta idéia, afirmando que quanto menor a densidade relativa de um material, maior é a tendência de ocorrer a contração. Assim, embora a tendência de haver densificação diminua com o aumento da quantidade de WC, como é o caso das pastilhas de Ag/WC 40/60, a contração observada pode ser explicada pela baixa pressão de compactação utilizada, a qual faz com que as pastilhas tenham uma baixa densidade relativa, e, consequentemente uma alta quantidade de porosidade, a qual é aumentada significativamente após a queima do aglomerante.

A partir das densidades relativas, apresentadas na Tabela 6.6, é possível determinar, utilizando-se a eq. (28), a quantidade volumétrica de poros presente nas pastilhas. Sabendo-se que o volume de poros é igual ao volume da prata que deverá ser utilizada para que a pastilha seja completamente infiltrada, determina-se, através da eq. (18), a massa de infiltrante necessária para infiltração. Além disso, foi calculada a porcentagem mássica de prata na pastilha infiltrada através da eq. (34). Estes valores encontram-se na Tabela 6.7.

$$\%_{Ag} = \frac{m_{inicial} \cdot Ag_{inicial} + m_{inf}}{(1 - C_{aglom}) \cdot m_{inicial} + m_{inf}} \quad (34)$$

Onde: $m_{inicial}$ – massa da pastilha prensada = 2g

$Ag_{inicial}$ – composição inicial da pastilha prensada = 39,55% (Tabela 5.2)

m_{inf} – massa do infiltrante utilizada (g)

C_{aglom} – composição do aglomerante na pastilha prensada = 1,15% (Tabela 5.2)

Tabela 6.7 – Volume de poros da pastilha sinterizada e massa de infiltrante necessária para infiltração.

Pastilha prensada com o pó	Volume de poros (% volumétrica)	Volume de poros (cm ³)	Massa de infiltrante (g)	Quantidade de prata na pastilha (%mássica)
PA	39,2%	0,102	1,070	61,1
PB	40,7%	0,106	1,111	61,6

É importante ressaltar que as quantidades de prata apresentadas na Tabela 6.7 são bastante próximas à quantidade de prata desejada na pastilha infiltrada (62%). Isto mostra que os cálculos apresentados na seção 5.4.3.1 são bastante confiáveis e possibilitam uma boa previsão dos resultados práticos.

No entanto, para assegurar que todos os poros abertos das pastilhas tenham sido realmente preenchidos por prata, a infiltração foi realizada com as quantidades de prata da Tabela 6.7 acrescidas de um excesso de 5%. Estes valores, juntamente com a nova quantidade de prata presente na pastilha infiltrada, encontram-se na Tabela 6.8.

Tabela 6.8 – Massa de infiltrante utilizada para infiltração e quantidade de prata da pastilha infiltrada.

Pastilha prensada com o pó	Massa de infiltrante (g)	Quantidade de prata na pastilha (%mássica)
PA	1,124	61,7%
PB	1,167	62,3%

6.2.5 Caracterização após infiltração

Após a infiltração, as densidades das pastilhas infiltradas foram determinadas e as suas porosidades residuais foram calculadas. Os cálculos das porosidades residuais foram feitos através da eq. (28) e, para isto, utilizaram-se as densidades relativas destas pastilhas, as quais foram determinadas usando-se a densidade teórica da pastilha Ag/WC 60/40 (11,99g/cm³). Estes dados encontram-se na Tabela 6.9, sendo que os valores entre parênteses são as densidades relativas destas pastilhas.

Tabela 6.9 – Densidade da pastilha infiltrada e porosidade residual.

Pastilha prensada com o pó	Densidade (g/cm ³)	Porosidade (%volumétrica)
PA	11,45 (94,8%)	5,2
PB	11,78 (98,3%)	1,7

A Tabela 6.9 indica que a porosidade da pastilha que foi produzida com o pó granulado “PA” é cerca de três vezes maior do que a da pastilha que foi feita com o pó granulado “PB”. Além disto, a porosidade da pastilha que foi produzida com o pó granulado “PA” é superior ao valor determinado na seção 5.2.1 como porosidade excessiva (2,5% em volume). Após a caracterização, estas pastilhas foram enviadas para a metalografia, onde fotografias foram feitas por um microscópio óptico. Estas fotos estão apresentadas na Figura 6.11, na Figura 6.12, na Figura 6.13 e na Figura 6.14.

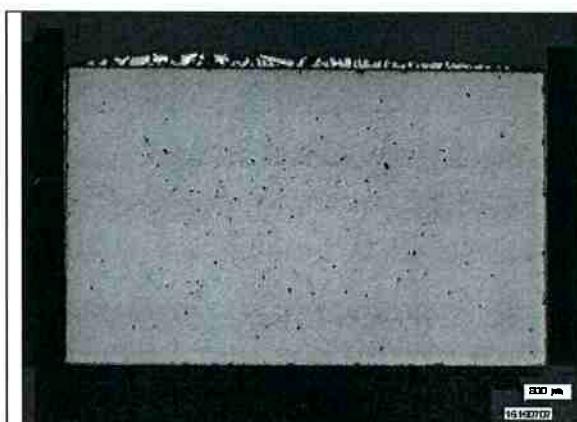


Figura 6.11 – Microestrutura da pastilha feita com pó “PA” (12,5:1)³.



Figura 6.12 – Microestrutura da pastilha feita com pó “PA” (100:1)⁴.

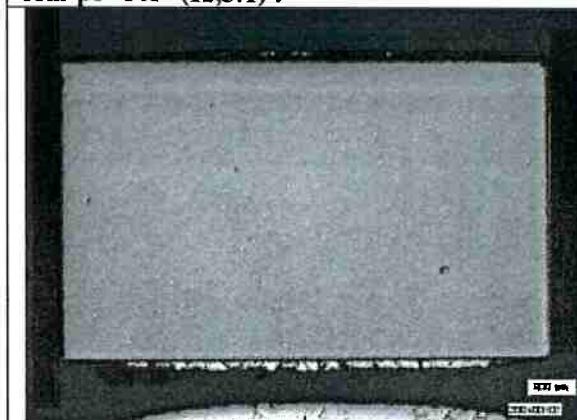


Figura 6.13 – Microestrutura da pastilha feita com pó “PB” (12,5:1)³.



Figura 6.14 – Microestrutura da pastilha feita com pó “PB” (100:1)⁴.

Analizando-se as microestruturas das pastilhas infiltradas que foram feitas com o pó granulado “PA” (Figura 6.11 e Figura 6.12) e com o pó granulado “PB” (Figura 6.13 e Figura 6.14), observa-se que as pastilhas infiltradas que foram produzidas com o pó granulado “PA” apresentaram pontos pretos em seu interior, os quais são provavelmente poros não infiltrados.

³ A barra de escala é igual a 800μm nas figuras com ampliação de 12,5:1.

⁴ A barra de escala é igual a 100μm nas figuras com ampliação de 100:1.

Isto, no entanto, não é observado com a mesma intensidade nas pastilhas produzidas com o pó granulado “PB”.

Para avaliar se realmente os pontos pretos presentes na Figura 6.11 e na Figura 6.12 representavam porosidade, uma microscopia eletrônica de varredura foi feita na amostra feita com o pó “PA”. As imagens resultantes da microscopia eletrônica de varredura encontram-se na Figura 6.15 e na Figura 6.16.

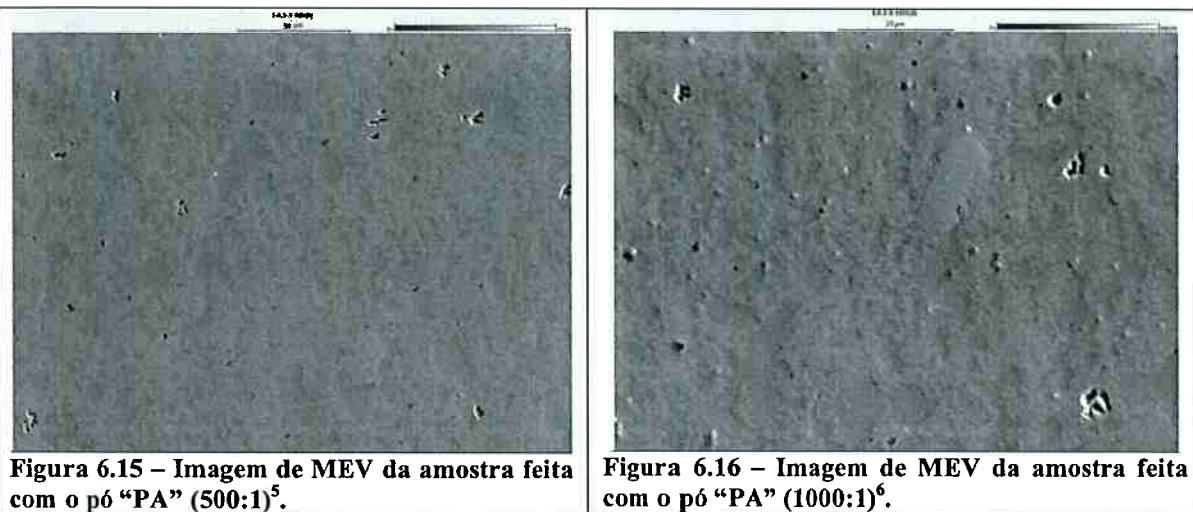


Figura 6.15 – Imagem de MEV da amostra feita com o pó “PA” (500:1)⁵.

Figura 6.16 – Imagem de MEV da amostra feita com o pó “PA” (1000:1)⁶.

Através das imagens do microscópio eletrônico de varredura, constatou-se que os pontos pretos realmente eram poros. Desta forma, nas imagens de microscópio eletrônico de varredura (MEV) da Figura 6.15 e da Figura 6.16, as partículas de coloração cinza escuro são constituídas pratas, as partículas de coloração cinza claro são carbeto de tungstênio e os pontos pretos são porosidades. No entanto, é importante ressaltar que, nas imagens produzidas pelo microscópio óptico, os pontos pretos são poros, as partículas de coloração cinza claro são partículas de pratas e as de coloração cinza escuro são carbeto de tungstênio.

Com a confirmação de que os pontos pretos são poros, é possível relacionar os valores das porosidades encontrados na Tabela 6.9 com a porosidade observada na Figura 6.11 e na Figura 6.13 e constatar que realmente existe uma maior quantidade de poros nas pastilhas prensadas com o pó granulado “PA”. Isto ocorre provavelmente devido aos resultados apresentados na Figura 6.3 e na Figura 6.4, que apresentam, respectivamente, as análises termogravimétricas dos aglomerantes “A” e “B”, já que neste ensaio foi observado que a quantidade de resíduos do aglomerante “A” é dez vezes maior do que a quantidade de resíduos do aglomerante “B”. Segundo ASM (1988) e Upadhyaya (1998), quando os

⁵ A barra de escala é igual a 50μm na figura com ampliação de 500:1.

⁶ A barra de escala é igual a 25μm na figura com ampliação de 1000:1.

aglomerantes, os quais são, de acordo com a Figura 6.1 e com a Figura 6.2, copolímeros, não são eliminados completamente, ocorre a formação de negro de fumo, o qual é constituído por carbono. A presença de carbono pode, então, contaminar a pastilha sinterizada, ocasionando porosidade, já que a molhabilidade da prata no carbono é muito baixa, o que faz com que estes dois elementos se repilam. Assim, quando se utiliza o aglomerante “A” a porosidade das pastilhas infiltradas é maior, pois a quantidade de resíduo é maior, o que torna o aglomerante “B” o mais indicado para a produção de pastilhas de contato elétrico de Ag/WC 60/40.

Para avaliar a qualidade da pastilha infiltrada produzida com o pó granulado “PB”, esta amostra foi levada ao microscópio eletrônico de varredura onde, através de espectrometria de fluorescência de raios-X por energia dispersiva (EDX), as quantidades de prata e de carbeto de tungstênio presentes em seis pontos diferentes de sua superfície metalográfica foram determinadas. Para determinar a quantidade de WC através deste equipamento, foi assumido que todo tungstênio encontrado durante a caracterização estava ligado com carbono sob a forma de carbeto de tungstênio. Os valores encontrados durante esta caracterização encontram-se na Tabela 6.10.

Tabela 6.10 – Porcentagem mássica da Ag e do WC determinadas através de EDX.

Teste	Ag (% mássica)	WC (% mássica)
1	61,5	38,5
2	60,9	39,1
3	61,7	38,3
4	61,3	38,7
5	61,5	38,5
6	62,1	37,9
Média	$61,5 \pm 0,4$	$38,5 \pm 0,4$

Analizando-se a Tabela 6.10, observa-se que a porcentagem de prata (em peso) encontrada foi 61,5%, o que é bem próximo da quantidade de prata desejada que é 62%.

6.3 Otimização do processo

Nesta seção, serão apresentados os resultados referentes à etapa de otimização do processo produtivo, a qual visa à diminuição do tempo do processo padrão e que foi descrita na seção 5.5. Todos os resultados apresentados nesta seção são provenientes de testes feitos com o pó granulado “PB”.

6.3.1 Amostras submetidas a 20 minutos a T_D e a 20 minutos a T_I

No primeiro teste realizado, o tempo de forno total foi de 40 minutos, sendo que durante 20 minutos as amostras foram submetidas a uma temperatura T_D e durante os outros 20 minutos as amostras foram submetidas a uma temperatura T_I . O tempo utilizado para queima do aglomerante/sinterização foi definido através da análise termogravimétrica do aglomerante “B” (Figura 6.4), a qual mostrou que o aglomerante necessita de no mínimo 20 minutos para ser totalmente eliminado. Utilizando este tempo de forno, foram testadas duas atmosferas: atmosfera moderadamente redutora e atmosfera altamente redutora.

Após a realização do teste, foram tiradas fotos das pastilhas para análise visual e estas foram enviadas para a metalografia, onde foram feitas fotografias de suas microestruturas. Estas fotos estão apresentadas na Figura 6.17, na Figura 6.18, na Figura 6.19 e na Figura 6.20.



Figura 6.17 – Aspecto visual da pastilha submetida à atmosfera moderadamente redutora.

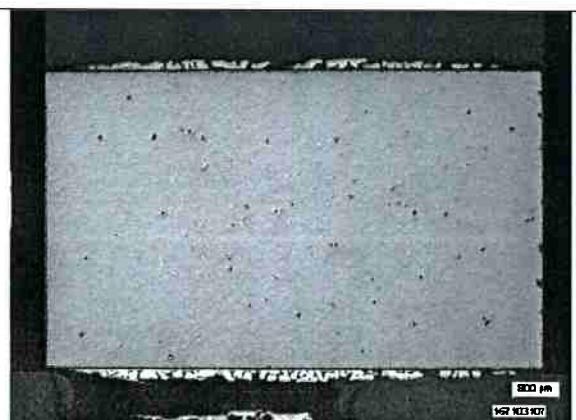


Figura 6.18 – Microestrutura da pastilha submetida à atmosfera moderadamente redutora (12,5:1)³.

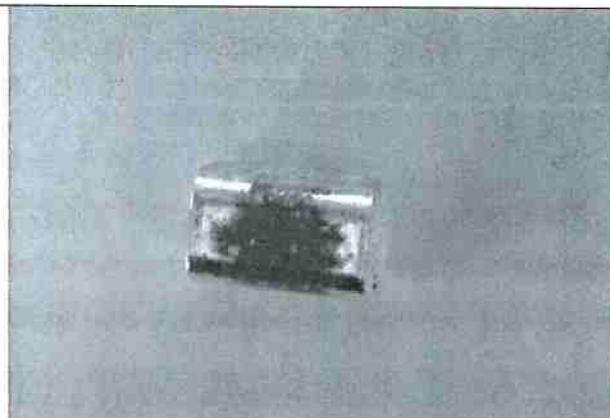


Figura 6.19 – Aspecto visual da pastilha submetida à atmosfera altamente redutora.

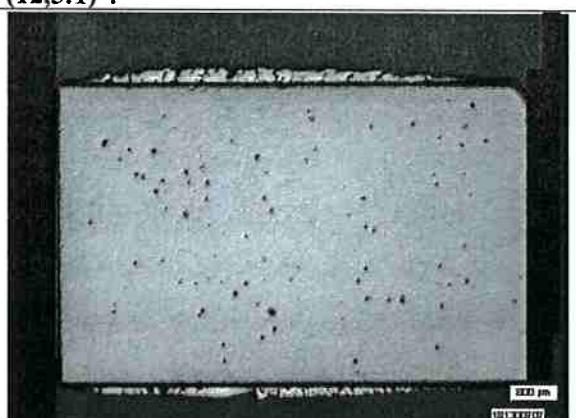


Figura 6.20 – Microestrutura da pastilha submetida à atmosfera altamente redutora (12,5:1)³.

Analisando-se a Figura 6.17, a Figura 6.18, a Figura 6.19 e Figura 6.20 observa-se que o processo produtivo realizado neste teste não foi satisfatório, pois, tanto a pastilha produzida utilizando atmosfera moderadamente redutora quanto a pastilha produzida sob uma atmosfera altamente redutora, apresentaram manchas pretas em sua superfície e porosidade excessiva em sua microestrutura. Por causa disto, foi decidido alterar o tempo de produção destas pastilhas para 20 minutos a T_D e 40 minutos a T_I .

6.3.2 Amostras submetidas a 20min a T_D e a 40min a T_I

Devido aos resultados dos testes descritos em 6.3.1, foi necessário um ajuste no tempo de processo. Como as amostras, além da porosidade, mostravam algumas manchas pretas em sua superfície, concluiu-se que o tempo de infiltração deveria ser aumentado. Por esta razão, manteve-se o tempo da queima de aglomerante/sinterização e aumentou-se o tempo de infiltração para 40 minutos. Definido o tempo de forno, as atmosferas moderadamente e altamente redutoras foram testadas.

Novamente, depois que este teste foi realizado, foram tiradas fotos das pastilhas para análise visual e estas foram enviadas para a metalografia, onde foram feitas fotos de suas microestruturas. As fotos estão apresentadas na Figura 6.21, na Figura 6.22, na Figura 6.23 e na Figura 6.24.

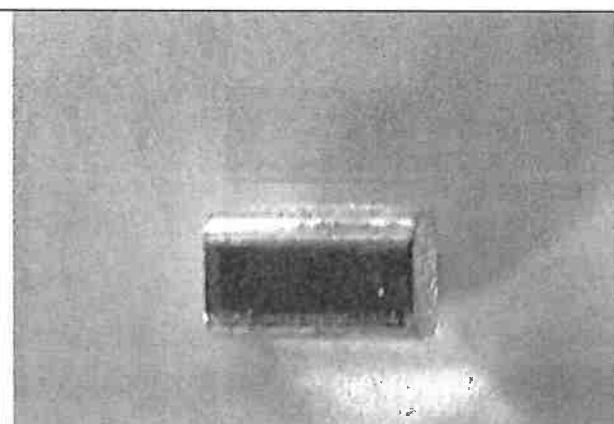


Figura 6.21 – Aspecto visual da pastilha submetida à atmosfera moderadamente redutora.

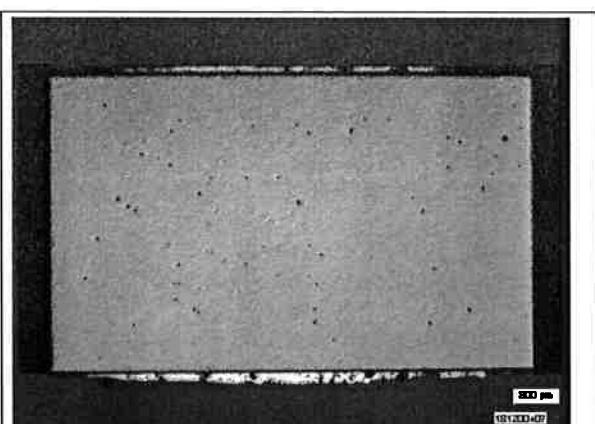


Figura 6.22 – Microestrutura da pastilha submetida à atmosfera moderadamente redutora (12,5:1)³.



Figura 6.23 – Aspecto visual da pastilha submetida à atmosfera altamente redutora.

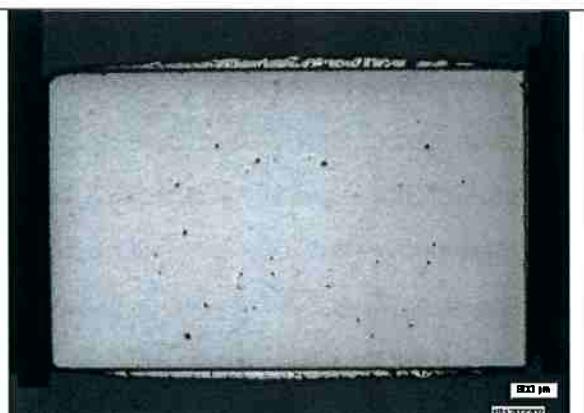


Figura 6.24 – Microestrutura da pastilha submetida à atmosfera altamente redutora (12,5:1)³.

Analizando-se a Figura 6.21, a Figura 6.22, a Figura 6.23 e a Figura 6.24, observa-se que o processo produtivo deste teste ainda não foi o ideal. Embora as manchas pretas que apareceram nos resultados descritos na seção 6.3.1, tenham desaparecido devido ao maior tempo de infiltração, observou-se que na Figura 6.22 e na Figura 6.24 ainda havia a presença de porosidade. No entanto, para a amostra produzida sob atmosfera altamente redutora, a quantidade de poros aparenta ser menor do que para a amostra produzida sob atmosfera moderadamente redutora. Como os resultados ainda estão aquém do desejado, foi decidido alterar o tempo de produção destas pastilhas para 40min a T_D e 40min a T_I .

6.3.3 Amostras submetidas a 40min a T_D e a 40min a T_I

Devido aos resultados dos testes descritos em 6.3.2, foi necessário um segundo ajuste no tempo de processo. Embora as superfícies das amostras tenham sido completamente recobertas por prata, ainda havia porosidade excessiva no interior das pastilhas infiltradas. Como a presença de porosidade é relacionada com a quantidade de resíduos do aglomerante, necessita-se de mais tempo para a eliminação do aglomerante. Desta forma, manteve-se o tempo de infiltração do teste anterior e aumentou-se o tempo da queima de aglomerante/sinterização para 40 minutos. Definido o tempo de forno, as atmosferas moderadamente e altamente redutoras foram testadas.

Após a realização do teste, foram tiradas fotos das pastilhas para análise superficial e estas foram enviadas para a metalografia para que se fossem feitas fotos de suas

microestruturas. Estas fotos estão apresentadas na Figura 6.25, na Figura 6.26, na Figura 6.27 e na Figura 6.28.

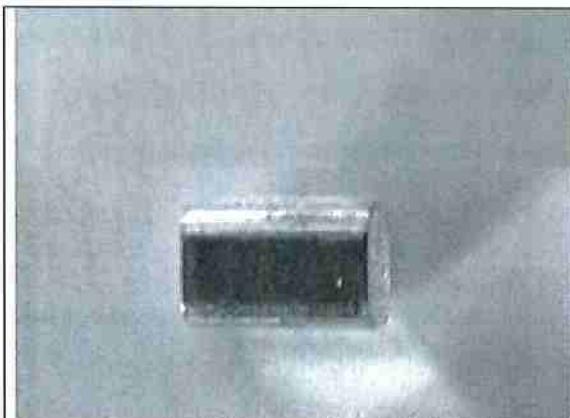


Figura 6.25 – Aspecto visual da pastilha submetida à atmosfera moderadamente redutora.



Figura 6.26 – Microestrutura da pastilha submetida à atmosfera moderadamente redutora (12,5:1)³.

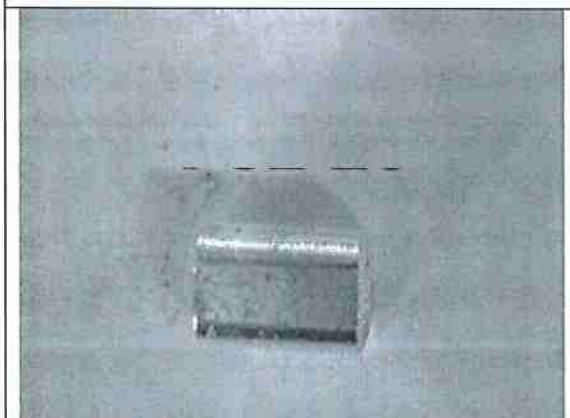


Figura 6.27 – Aspecto visual da pastilha submetida à atmosfera altamente redutora.

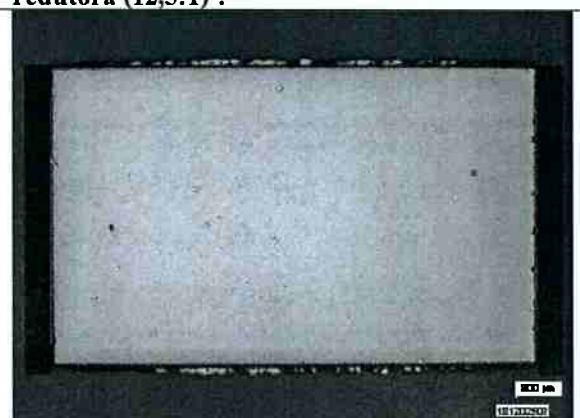


Figura 6.28 – Microestrutura da pastilha submetida à atmosfera altamente redutora (12,5:1)³.

Analizando-se os resultados deste teste, observou-se que o aumento do tempo de queima do aglomerante/sinterização tornou a superfície e a microestrutura da pastilha produzida utilizando-se uma atmosfera altamente redutora muito parecidas com a superfície e a microestrutura das pastilhas produzidas através do processo padrão, cujos resultados estão apresentados na seção 6.2.5. Este resultado demonstrou que é possível a redução do tempo do processo produtivo padrão que é utilizado atualmente pela empresa.

O fato de a pastilha produzida utilizando-se uma atmosfera altamente redutora (maior quantidade de H₂), ou seja, com uma relação H₂/H₂O teoricamente maior do que a da atmosfera moderadamente redutora (menor quantidade de H₂), ter tido uma melhor eliminação de aglomerante contradiz àquilo afirmado por ASM (1988), o qual diz que atmosferas com menores relações H₂/H₂O são mais oxidantes, e, portanto, melhores para

eliminação de aglomerante, pois promovem a oxidação deste, impedindo a decomposição térmica do aglomerante, a qual produz negro de fumo como resíduo.

6.3.4 Comparação entre as pastilhas produzidas pelos processos padrão e otimizado

Devido ao fato de o teste apresentado na seção 6.3.3, em que pastilhas foram submetidas por 40 minutos a uma temperatura T_D e por 40 minutos a uma temperatura T_I sob uma atmosfera altamente redutora, ter produzido uma pastilha com microestrutura muito similar à microestrutura do processo padrão (descrito na seção 5.4), este teste foi repetido com um maior número de pastilhas. Uma destas amostras foi, então, caracterizada e compararam-se os dois processos produtivos.

Para isto, a densidade da pastilha infiltrada foi determinada e a sua densidade relativa, a qual se encontra entre parênteses na Tabela 6.11, foi calculada utilizando-se a densidade teórica do Ag/WC 60/40 ($11,99\text{g/cm}^3$) e a eq. (27). Sabendo-se a densidade relativa, a porosidade foi estimada através da eq. (28). Além disso, a quantidade de prata foi calculada através da equação (34) e estes dados encontram-se na Tabela 6.11.

Tabela 6.11 – Densidade, porosidade residual e quantidade de prata da pastilha infiltrada.

Pastilha prensada com o pó:	Massa de infiltrante (g)	Quantidade de prata (%mássica)	Densidade (g/cm ³)	Porosidade (%volumétrica)
PB	1,15	62,1%	11,73 (97,8%)	2,2

Após a caracterização, esta pastilha foi enviada para a metalografia, onde fotos com microscópio óptico foram feitas, as quais se encontram na Figura 6.29 e na Figura 6.30.

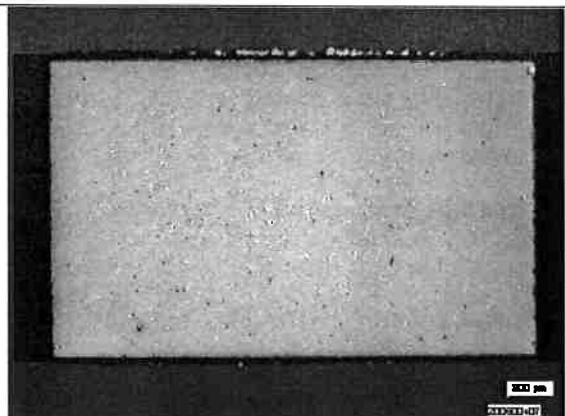


Figura 6.29 – Microestrutura da pastilha feita com “PB” pelo processo otimizado (12,5:1)³.

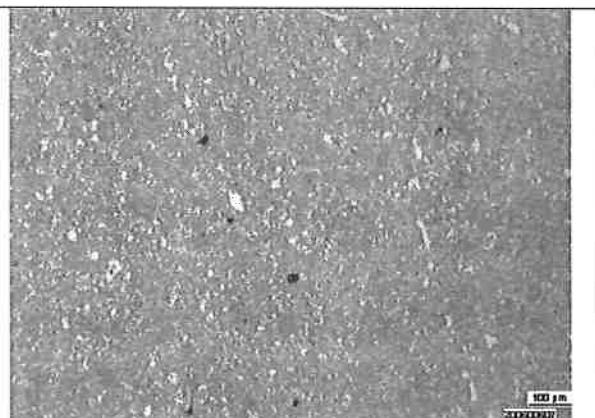


Figura 6.30 – Microestrutura da pastilha feita com “PB” pelo processo otimizado (100:1)⁴.

Analisando as fotos apresentadas na Figura 6.29 e na Figura 6.30, observa-se que uma microestrutura com baixa porosidade foi obtida. Comparando-se estas fotos com as fotos apresentadas na Figura 6.13 e na Figura 6.14, as quais foram tiradas de pastilhas feitas com o processo padrão, observa-se que ambos os processos geram pastilhas com microestrutura similar e baixa porosidade. Além disso, comparando-se o valor da porosidade da pastilha produzida com o pó granulado “PB” feita pelo processo padrão (1,7%, indicado na Tabela 6.9) com o valor da pastilha produzida com o pó granulado “PB” feita pelo processo otimizado (2,2%, indicado na Tabela 6.11), observa-se que embora a porosidade da pastilha produzida pelo processo padrão seja menor do que a porosidade da pastilha produzida pelo processo otimizado, a quantidade de poros para ambas as pastilhas é menor do que o valor determinado como porosidade excessiva (2,5% em volume).

Assim, o processo otimizado pode ser utilizado para a produção de pastilhas com o teor de prata bastante próximo ao teor de prata desejado e com microestrutura similar àquela das pastilhas produzidas pelo processo padrão, com a vantagem de reduzir o tempo de forno destas pastilhas de 430 minutos (processo padrão) para 80 minutos (processo otimizado), o que diminui os custos do processo. É importante ressaltar que a diminuição do tempo de forno foi alcançada utilizando-se uma atmosfera altamente redutora em todas as etapas do processo que são realizadas nos fornos. Isto é diferente do que se utiliza no processo padrão, no qual a queima do aglomerante/sinterização é feita sob atmosfera moderadamente redutora e a infiltração é feita sob atmosfera altamente redutora.

A completa comparação entre ambos os processos produtivos está simplificada pela Figura 6.31.

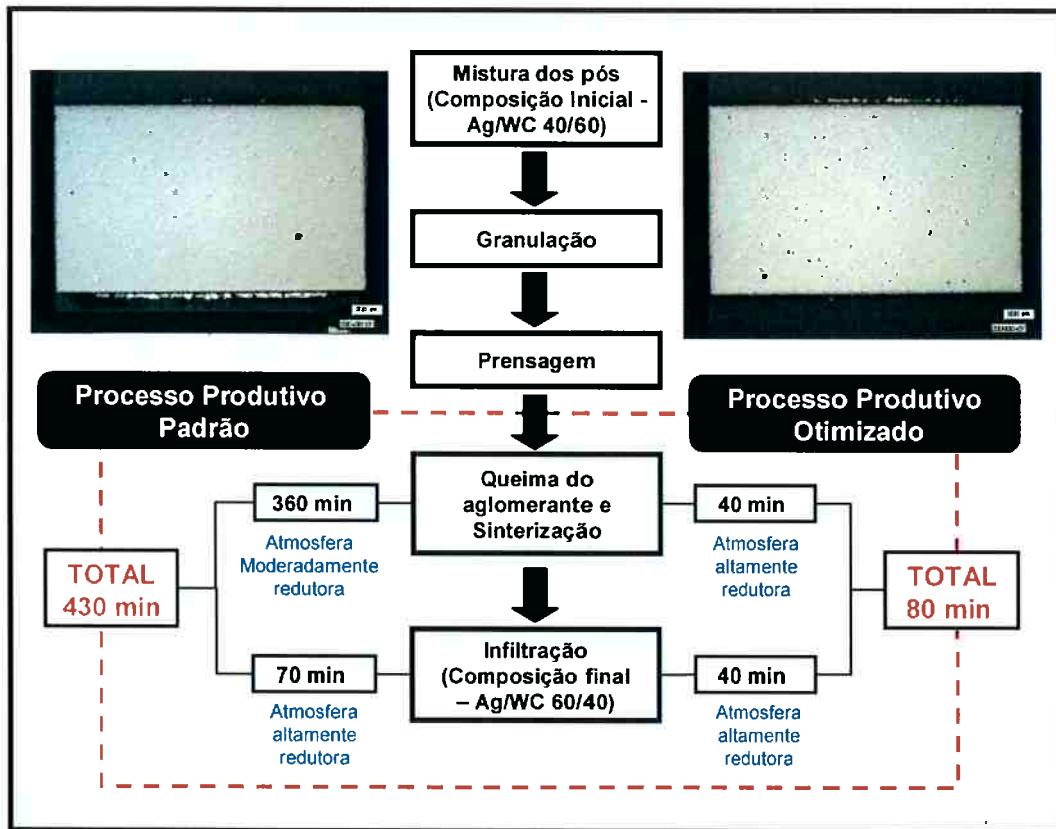


Figura 6.31 – Comparação entre os processos produtivos padrão e otimizado.

7 CONCLUSÃO

A partir dos resultados apresentados e discutidos no capítulo 6, é possível concluir que foram atingidos os dois objetivos deste trabalho de formatura, os quais eram selecionar o melhor aglomerante (“A” ou “B”) para a produção de contatos elétricos de Ag/WC 60/40 e avaliar a possibilidade de otimização do processo produtivo padrão destas pastilhas através da redução do tempo em que estas permanecem no forno.

Através da caracterização dos aglomerantes e da caracterização dos produtos produzidos resultantes de cada etapa produtiva do processo padrão (pó misturado, pó granulado, pastilha prensada, pastilha sinterizada e pastilha infiltrada) foi possível comparar os efeitos causados pelos aglomerantes “A” e “B” em cada um destes produtos. Esta comparação mostrou que o aglomerante “B” é mais indicado para a produção de pastilhas de contato elétrico Ag/WC 60/40 do que o aglomerante “A”, principalmente pois a microestrutura das pastilhas infiltradas produzidas com o pó granulado com o aglomerante “B” apresentou uma menor quantidade de poros do que a das pastilhas infiltradas feitas com o pó granulado com o aglomerante “A”. Isto foi comprovado pela determinação da porosidade, a qual foi calculada utilizando a densidade relativa das pastilhas infiltradas. Este cálculo mostrou que a porosidade presente nas pastilhas produzidas com o pó granulado com o aglomerante “B” (1,7% em volume) foi cerca de três vezes menor do que a porosidade presente nas pastilhas produzidas com o pó granulado com o aglomerante “A” (5,2% em volume). Além disso, a quantidade de poros presentes nas pastilhas produzidas com o aglomerante “A” foi superior à quantidade de poros que foi determinada como sendo excessiva (2,5% em volume).

Este resultado pode ser explicado pela quantidade de resíduos provenientes da queima de cada um dos aglomerantes, a qual foi determinada por uma análise termogravimétrica dos aglomerantes “A” e “B”. Esta análise revelou que o aglomerante “A” gera 5,0% de resíduos após a queima enquanto que o aglomerante “B” gera apenas 0,5% de resíduo. Este resíduo, o qual é negro de fumo (carbono) é prejudicial ao processo de infiltração, pois a presença de carbono contamina a pastilha sinterizada, impossibilitando, assim que a prata infiltre em determinadas regiões da pastilha. Isto ocorre, pois a molhabilidade da prata no carbono é muito baixa, o que faz com que estes dois elementos se repilam.

Após a seleção do aglomerante “B” como sendo o melhor aglomerante para ser utilizado na produção de contatos elétricos de Ag/WC 60/40, utilizou-se este aglomerante para realizar os testes que objetivaram avaliar a viabilidade de otimização do processo produtivo padrão destas pastilhas. Através destes testes, concluiu-se que é possível reduzir o tempo de forno durante a queima do aglomerante, sinterização e infiltração de 430 minutos no processo padrão para 80 minutos no processo otimizado. Esta redução de mais de cinco vezes foi alcançada utilizando-se uma atmosfera altamente redutora em todas as etapas do processo que são realizadas em fornos, o que é diferente do que se utiliza no processo padrão, no qual a queima do aglomerante/sinterização é feita sob atmosfera moderadamente redutora e a infiltração é feita sob atmosfera altamente redutora.

Para a certificação de que o processo otimizado pode substituir o processo padrão, a microestrutura e a quantidade de poros das pastilhas produzidas com o pó granulado com o aglomerante “B” através dos processos otimizado e padrão foram comparadas. Através desta comparação, concluiu-se que as microestruturas destas pastilhas são similares e as quantidades volumétricas de poros (1,7% para as pastilhas produzidas pelo processo padrão e 2,2% para as pastilhas produzidas pelo processo otimizado) são menores do que a quantidade volumétrica de poros que foi considerada excessiva (2,5%).

Para dar continuidade a este trabalho de formatura, algumas linhas de pesquisa podem ser seguidas.

As pastilhas produzidas com o aglomerante “B”, por exemplo, apresentaram uma resistência a verde bastante elevada, o que provavelmente permite que a quantidade deste aglomerante utilizada para a granulação do pó misturado seja reduzida, o que implicará em uma diminuição de custos.

Outro exemplo seria relacionar a presença de grandes aglomerados de prata observados na microestrutura das pastilhas com o uso de aglomerantes e pesquisar os efeitos destes aglomerados sobre o desempenho da pastilha.

Por fim, outro tema para a continuação deste trabalho de formatura seria pesquisar a influência da atmosfera dos fornos de queima de aglomerante/sinterização e de infiltração sobre as características dos contatos elétricos Ag/WC 60/40.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASHBY, M.F. (1993). **Selecting the Components of Composites.** *Journal de Physique IV*, vol.3, pp. 1595-1599.

ASKELAND, D.R. **Science and Engineering of Materials.** 3^a ed. Boston: PWS Publishing, 1994.

ASM Metals Handbook Volume 02: Properties and Selection Nonferrous Alloys and Special Purpose Material. Ohio: ASM, 1990. 2v.

ASM Metals Handbook Volume 06: Welding, Brazing, and Soldering Ohio: ASM, 1993. 6v.

ASM Metals Handbook Volume 07: Powder Metallurgy Ohio: ASM, 1988. 7v.

ASM Handbook Volume 21: Composites. Ohio: ASM, 2001. 21v.

BERNARDES, L.J.L. (2006). **A Granulação de Materiais.** *Cerâmica Industrial*, vol.11, pp. 17-22.

BRAUNOVIC, M. KONCHITS, V.V.; MYSHKIN, N.K. **Electrical Contacts: Fundamentals, Applications and Technology.** 1^a ed. Nova Iorque: CRC Press, 2006.

CANNON, H.S.; LENEL, F.V. (1953). **Some observations on the mechanism of liquid phase sintering, in Pulvermetallurgie (in Plansee Proceedings 1952).** *Metallwerk Plansee GmbH, Reute*, pp. 106-122.

CHIAVERINI, V. **Metalurgia do Pó: Técnica e Produtos.** 3^a ed. São Paulo: ABM, 1992.

DESHPANDE, P.K. **Wear Resistance and Electrical Property of Infrared Processed Copper/Tungsten Carbide Composites.** 2006. 110p. Dissertação (doutorado) - University of Cincinnati, Cincinnati, 2006.

FERREIRA, J.M.G.C. **Tecnologia da Pulverometalurgia.** 1^aed. Lisboa: Fundação Calouste Gulbenkian, 2002.

FURUKAWA, E. **Estudo da Viabilidade Técnica da Fabricação de Contatos Elétricos Ag-30WC por Sinterização.** 1996. 87p. Dissertação (mestrado) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 1996.

GEA Pharma Systems. Disponível em <<http://www.niro-pharma-systems.com>> Acesso em 15 de dezembro de 2008.

GERMAN M. R. **Powder Metallurgy Science.** 2^aed. Pennsylvania: MPIF, 1994.

Glatt Group. Disponível em <<http://www.glatt.com>> Acesso em 08 de dezembro de 2008.

HOLM, R. **Contacts Theory and Application.** 2^a ed. Nova Iorque: Springer, 1967.

ISO. International Organization for Standardization. **DIN ISO 3923/1:2008 “Metallic powders – determination of apparent density, part 1: funnel method”.** 2008. Disponível em: <<http://www.iso.ch>>. Acesso em 15 de setembro de 2008.

ISO. International Organization for Standardization. **EN ISO 4490:2008 Metallic powders – determination of flow time by means of a calibrated funnel (Hall flowmeter).** 2008. Disponível em: <<http://www.iso.ch>>. Acesso em 15 de setembro de 2008.

KABAYAMA, S.; KOYAMA, M.; KUME, M. (1973). **Silver-tungsten alloys with improved contact resistance.** *Powder Metallurgy International*, vol.5, pp. 122 -126.

KANG, S.L. **Sintering Densification, Grain Growth, and Microstructure** 1^a Ed. Oxford: Elsevier, 2005.

KINGERY, W.D. (1959). **Densification during Sintering in the Presence of a Liquid Phase.** *Journal of Applied Physics*, vol.30, pp. 301-306.

LEI, Z.; KE-CHAO, Z.; ZHI-YOU, L.; XIAO-YONG, Z. (2006). **Degradation and the kinetics of binder removal.** *Metal Powder Report*, vol. 61, pp. 28-33.

LEUNG, C.; KIM, H.J. (1984). **A Comparison of Ag/W, Ag/WC and Ag/Mo Electrical Contacts.** *IEEE Transactions on Components, Hybrids, and Manufacturing Technology*, vol. 7, pp. 69-75.

LINDMAYER, M.; ROTH, M. (1979). **Contact Resistance and Arc Erosion of W/Ag and WC/Ag.** *IEEE Transactions on Components, Hybrids, and Manufacturing Technology*, vol.2, pp. 70-75.

MASTERS, K. **Spray Drying Handbook.** 4^a Ed. London: George Godwin, 1985.

Metalor Technologies AS. Disponível em <<http://www.metalor.com>> Acesso em 21 de novembro de 2008.

PARIKH, D.M. **Handbook of Pharmaceutical: Granulation Technology.** 2^aed. Florida: Taylor & Francis Group, 2005.

PERRY, R.H.; GREENS, D. **Perry's Chemical: Engineer's Handbook.** 7^aed. Nova Iorque: Mc Graw Hill, 1997.

SCHMIDT, W. **Materiais Elétricos – Condutores e Semicondutores Vol.1.** 1^aed. São Paulo: Editora Edgard Blücher Ltda, 1979.

SCHREINER, H. (1971). **Thermische Granulation von Metallpulvern.** *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, vol.3, pp. 359-364.

SCHRÖDER, K-H. *et al.* **Werkstoffe für elektrische Kontakte und ihre Anwendungen.** 2^aed. Ehningen: Expert-Verlag, 1997.

SHEA, J.J. (1998). **Erosion and Resistance Characteristics of AgW e AgC Contacts at High Current Arcing in Air.** *Proceedings of the Forty-fourth IEEE Holm Conference on Electrical Contacts*, pp. 286-291.

SLADE, P.G. (1976). **Effect of the electric arc and the ambient air on the contact resistance of silver-tungsten and silver-tungsten contacts.** *Journal of Applied Physics*, vol.47, pp. 3438-3443.

SLADE, P.G. **Electrical contacts, principles and applications.** 1^aed. Nova Iorque: Marcel Dekker, 1999.

Turkish Powder Metallurgy Association. Disponível em <<http://www.turktoz.gazi.edu.tr>> Acesso em 12 de dezembro de 2008.

Umicore Group. Disponível em <<http://www.umincore.de>> Acesso em 10 de outubro de 2008.

UPADHYAYA, G.S. Cemented Tungsten Carbides: Production, Properties, and Testing.
1^aed. Westwood: Noyes Publications, 1998.

VINARICKY, E.; SCHRÖDER, K-H.; WEISER, J. Elektrische Kontakte, Werkstoffe und Anwendungen. 1^aed. Heidelberg: *Springer*, 2002.

WITTER, G.J. (1982). **The effect of nickel additions on the performance of tungsten-silver materials.** *International Conference on Electric Contact Phenomena*, pp. 351-355.