INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA DO RIO GRANDE DO SUL

MICAEL GONÇALVES MÜLLER

AVALIAÇÃO DE PROPRIEDADES TRIBOLÓGICAS E FÍSICAS PARA REDUÇÃO DE FAÍSCAS DE MATERIAL DE ATRITO APLICADO A FREIOS AUTOMOTIVOS

> FELIZ 2023

MICAEL GONÇALVES MÜLLER

AVALIAÇÃO DE PROPRIEDADES TRIBOLÓGICAS E FÍSICAS PARA REDUÇÃO DE FAÍSCAS DE MATERIAL DE ATRITO APLICADO A FREIOS AUTOMOTIVOS

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Tecnologia e Engenharia de Materiais para a obtenção do grau de Mestre Profissional em Tecnologia e Engenharia de Materiais.

Área de concentração: Tecnologia e Engenharia de Materiais.

Linha de Pesquisa: Desenvolvimento de Materiais.

Orientador: Profa. Dra. Daiane Romanzini

Coorientador: Prof. Dr. Alexandre Luís Gasparin

FELIZ 2023

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

Г

M958a	Müller, Micael Gonçalves Avaliação de propriedades tribológicas e físicas para redução de faíscas de material de atrito aplicado a freios automotivos / Micael Gonçalves Müller ; orientadora Daiane Romanzini ; coorientador Alexandre Luís Gasparin. – Feliz, 2023. 65 f. : il.			
	Dissertação (mestrado) – Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Sul – Campus Feliz. Programa de Pós-Graduação em Tecnologia e Engenharia de Materiais. Mestrado Profissional em Tecnologia e Engenharia de Materiais. Feliz, 2023.			
	 Ciência dos materiais. Propriedades dos materiais. Freios a disco. Atrito. Tribologia. Romanzini, Daiane. Gasparin, Alexandre Luís. Título. 			
	CDU 62-592			

Ficha catalográfica elaborada pela bibliotecária Núbia Marta Laux - CRB 10/1680

MICAEL GONÇALVES MÜLLER

AVALIAÇÃO DE PROPRIEDADES TRIBOLÓGICAS E FÍSICAS PARA REDUÇÃO DE FAÍSCAS DE MATERIAL DE ATRITO APLICADO A FREIOS AUTOMOTIVOS

Trabalho final apresentado ao Programa de Pós-Graduação em Tecnologia e Engenharia de Materiais do Instituto Federal de Educação, Ciências e Tecnologia do Rio Grande do Sul, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre profissional em Tecnologia e Engenharia de Materiais.

Banca Examinadora

Prof. Dr. Matheus Vinícius Gregory Zimmermann

Prof. Dr. Paulo Roberto Janissek – IFRS Caxias do Sul

Prof. Dr. André Zimmer - IFRS Feliz

Orientadora: Prof^a Dr^a Daiane Romanzini - IFRS Feliz

Coorientador: Prof. Dr. Alexandre Luís Gasparin – IFRS Caxias do Sul

Apresentado e aprovado em: 14 de dezembro de 2024 Local de defesa: defesa virtual

AGRADECIMENTOS

À professora Daiane Romanzini pela orientação e acompanhamento indispensável na realização deste trabalho.

À Natália Pagnoncelli Lorandi pela orientação, apoio, dedicação e aprendizado na realização deste trabalho junto à empresa.

À empresa Fras-le S.A. pela disponibilidade dos recursos, fundamentais para a conclusão deste trabalho.

A todos os colegas da equipe e do Centro de Pesquisa da Fras-le, em especial ao pessoal dos Laboratórios Piloto, Físico e Químico pela ajuda na realização das amostras e ensaios deste trabalho.

À minha esposa Mônica e minha filha Melissa.

Por fim, não menos importante, a Deus.

RESUMO

Atualmente, diversas pesquisas relacionadas a materiais ligantes, modificadores de atrito e reforços mecânicos vem sendo conduzidas, e também novos estudos relacionados a fibras e cargas funcionais estão sendo explorados na indústria de material de fricção. No entanto, a otimização das propriedades de atrito é uma tarefa complexa visto a elevada performance necessária e a redução dos níveis de desgaste e baixa agressividade ao disco de freio. Estas complexidades aumentam quando fatores como aquecimento do sistema de freio e geração de faíscas durante o processo de frenagem necessitam ser minimizados em função de aplicações severas pelo qual o sistema é submetido. Neste campo, estudos vêm sendo conduzidos a fim de identificar estes fatores e quais materiais podem atenuar ou eliminar a geração de faíscas e, em alguns momentos, a ignição dos materiais. Neste contexto, o objetivo deste trabalho é desenvolver uma nova composição de material de atrito para freios automotivos, com propriedades tribológicas e físicas adequadas à redução de faíscas. Para isso, a fibra poliacrilonitrila oxidada foi adicionada em combinação com os materiais da formulação base do sistema de freio, com variações percentuais equivalentes de 1:1 (amostra S1), 1:2 (amostra S2) e 1:4 (amostra S3), em volume, quando comparado com fibra de aramida originalmente utilizada. E o borato de zinco foi adicionado, em combinação com os materiais da formulação base, nos percentuais de 5, 10 e 15% (amostra S4, S5 e S6), em volume, em substituição da carga base. Por fim foi realizada a combinação da fibra e do borato de zinco (amostra S7) a fim de avaliar a ação combinada. A caracterização das propriedades físicas foi realizada por meio de ensaios de força de cisalhamento interno, compressibilidade e transmissibilidade térmica. Avaliando o desempenho do material, as amostras foram submetidas ao procedimento FMVSS 121D. Foi possível verificar que a amostra S7 obteve resultados ligeiramente superiores em relação ao material base nos ensaios de desempenho e mecânicos.

Palavras-chave: Poliacrilonitrila Oxidada, Borato de Zinco, Pastilha de Freio e Faísca.

ABSTRACT

Currently, several researches related to binder materials, friction modifiers and mechanical reinforcements have been conducted, and new studies related to fibers and functional fillers are being explored in the friction material industry. However, optimizing frictional properties is a complex task given the high performance required and the reduced levels of wear and low aggression to the brake disc. These complexities increase when factors such as heating of the brake system and generation of sparks during the braking process need to be minimized due to severe applications to which the system is submitted. In this field, studies have been conducted to identify these factors and which materials can mitigate or eliminate the generation of sparks and, in some moments, the ignition of the materials. In this context, the objective of this work is to develop a new composition of friction material for automotive brakes, with tribological and physical properties suitable for the reduction of sparks. For this, the oxidized polyacrylonitrile fiber was added in combination with the materials of the base formulation of the brake system, with equivalent percentage variations of 1:1 (sample S1), 1:2 (sample S2) and 1:4 (sample S3) in volume when compared with aramid fiber originally used. And for zinc borate was added in combination with the base formulation materials with equivalent percentage variations of 5, 10 and 15% (sample S4, S5 and S6) in replacement of the base load. Finally, the combination of fibre and zinc borate was carried out (sample S7) to evaluate the combined action. The physical properties were characterized by tests of internal shear force, compressibility and thermal transmissibility. Evaluating the material performance, the samples were submitted to the procedure FMVSS 121D. It was possible to verify that sample S7 obtained slightly superior results in relation to the base material in the performance and mechanical tests.

Keywords: Oxidized Polyacrylonitrile, Zinc Borate, Brake Pad and Spark.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Misturador interno 1200L	18
Figura 2 - Pastilha de freio	20
Figura 3 - Esquema do ensaio de compressibilidade	21
Figura 4 - Esquema do ensaio de cisalhamento	22
Figura 5 - Durômetro de escala Gogan	23
Figura 6 – Aparato para medição da massa específica	24
Figura 7 - Dinamômetro de inércia	25
Figura 8 - Esquema máquina Chase	27
Figura 9 - Fluxograma macro do processo produtivo	30
Figura 10 - FMVSS Faísca	32
Figura 11 - TGA e DTG da Fibra Poliacrilonitrila Oxidada	33
Figura 12 - TGA e DTG do Borato de Zinco	34
Figura 13 – Resultados para a resistência ao cisalhamento interno das amostras	
estudadas	35
Figura 14 - Percentuais de porosidade	36
Figura 15 - Massa específica	37
Figura 16 - Compressibilidade a Frio	38
Figura 17 - Compressibilidade a Quente	39
Figura 18 - Transmissibilidade Térmica	40
Figura 19 - MEV amostra S3 com 2,4% de fibra poliacrilonitrila oxidada	41
Figura 20 - EDS amostra S3 com 2,4% de fibra poliacrilonitrila oxidada	41
Figura 21 - MEV amostra S5 com 10% de borato de zinco	42
Figura 22 - EDS amostra S5 com 10% de borato de zinco	42
Figura 23 - MEV amostra S7 com 1,2% de fibra poliacrilonotrila oxidada e 5% de	
borato de zinco	43
Figura 24 - EDS amostra S7 com 1,2% de fibra poliacrilonotrila oxidada e 5% de	
borato de zinco	43
Figura 25 – Resultados obtidos para a dureza Gogan (DGC), para as amostras	
estudadas	45
Figura 26 - FMVSS amostra S0 (Material Base)	46

Figura 27 - FMVSS amostra S1 com 0,6% de fibra poliacrilonitrila oxidada
Figura 28 - FMVSS amostra S2 com 1,2% de fibra poliacrilonitrila oxidada 47
Figura 29 -FMVSS amostra S3 com 2,4 % de fibra poliacrilonitrila oxidada
Figura 30 - FMVSS amostra S4 com 5% de borato de zinco 48
Figura 31 - FMVSS amostra S5 com 10% de borato de zinco 49
Figura 32 - FMVSS amostra S6 com 15% de borato de zinco 50
Figura 33 - FMVSS amostra S7 com 1,2% de fibra poliacrilonitrila oxidada e 5% de
borato de zinco 50
Figura 34 - Faísca amostra S0 até S3 material base e adição de fibra poliacrilonitrila
oxidada52
Figura 35 - Faísca amostra S4 com 5% de borato de zinco 53
Figura 36 - Faísca amostra S5 com 10% de borato de zinco 53
Figura 37 - Faísca amostra S6 com 15% de borato de zinco 54
Figura 38 - Faísca amostra S7 com 1,2% de fibra poliacrilonitrila oxidada e 5% de
borato de zinco 54
Figura 39 - FMVSS chamas durante a aplicação 55
Figura 40 - FMVSS amostra S0 material base (avaliação de chamas)
Figura 41 - FMVSS amostra S1 com 0,6% de fibra poliacrilonitrila oxidada (avaliação
Figura 41 - FMVSS amostra S1 com 0,6% de fibra poliacrilonitrila oxidada (avaliação de chamas)
Figura 41 - FMVSS amostra S1 com 0,6% de fibra poliacrilonitrila oxidada (avaliação de chamas)
 Figura 41 - FMVSS amostra S1 com 0,6% de fibra poliacrilonitrila oxidada (avaliação de chamas)
 Figura 41 - FMVSS amostra S1 com 0,6% de fibra poliacrilonitrila oxidada (avaliação de chamas)
 Figura 41 - FMVSS amostra S1 com 0,6% de fibra poliacrilonitrila oxidada (avaliação de chamas)
 Figura 41 - FMVSS amostra S1 com 0,6% de fibra poliacrilonitrila oxidada (avaliação de chamas)
 Figura 41 - FMVSS amostra S1 com 0,6% de fibra poliacrilonitrila oxidada (avaliação de chamas)
 Figura 41 - FMVSS amostra S1 com 0,6% de fibra poliacrilonitrila oxidada (avaliação de chamas)
 Figura 41 - FMVSS amostra S1 com 0,6% de fibra poliacrilonitrila oxidada (avaliação de chamas)
 Figura 41 - FMVSS amostra S1 com 0,6% de fibra poliacrilonitrila oxidada (avaliação de chamas)
 Figura 41 - FMVSS amostra S1 com 0,6% de fibra poliacrilonitrila oxidada (avaliação de chamas)

SIGLAS, TERMOS E ABREVIAÇÕES

ABNT	-	Associação brasileira de normas técnicas;
ASTM	-	American Society for Testing and Materials;
DTGA	-	Termogravimetria derivada
TGA	-	Análise termogravimétrica
ISO	-	International Standards Organization;
SAE	-	Society of Automobile Engineers;
PPM	-	Partes Por Milhão;
FMVSS	-	Federal Motor Vehicle Safety Standards;
PAN	-	Poliacrilonitrila oxidada;
NBR	-	Norma Brasileira;
MEV	-	Microscópia electronica de varedura;
EDS	-	Energia dispersive;
FB	-	Formulação base;
GC	-	Dureza Gogan;
PPM	-	Partes por milhão;

LISTAS DE SÍMBOLOS

Grau Celsius;

- kgf Quilograma força;
- kgf.cm⁻² Quilograma força por centímetro quadrado;
 - mm Milímetros;
 - g/cm³ Gramas pode centímetro cubico
 - s Segundos;
 - °F Fahrenheit;

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	12
1.1	OBJETIVO GERAL	14
1.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	14
2	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	15
2.1	MATERIAIS DE ATRITO	15
2.1.1	Abrasivos	15
2.1.2	Ligantes	16
2.1.3	Lubrificantes	16
2.1.4	Cargas	17
2.1.5	Fibras	17
2.2	PROCESSO DE FABRICAÇÃO DO MATERIAL DE ATRITO	18
2.2.1	Processo de mistura	18
2.2.2	Processo de conformação	19
2.2.3	Processo de pós-cura	19
2.2.4	Processo de beneficiamento	19
2.3	PROPRIEDADES DO MATERIAL DE ATRITO	20
2.3.1	Propriedades físicas e mecânicas	20
2.3.2	Procedimento FMVSS 121D	24
2.3.3	Propriedades tribológicas	25
3	MATERIAIS E MÉTODOS	28
3.1	MATERIAIS	28
3.2	MÉTODOS	29
3.3	CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS E DA PASTILHA DE FREIO	30
3.3.1	Caracterização térmica, física e mecânica	30
3.3.2	Procedimento FMVSS	31
3.4	ANÁLISE ESTATÍSTICA	32
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	33
4.1	CARACTERIZAÇÃO TÉRMICA	33
4.2	CARACTERIZAÇÃO FÍSICA E MECÂNICA	34
4.3	RESULTADOS PARA O PADRÃO FEDERAL DE SEGURANÇA DE VEÍCULOS MOTORIZADOS OU FMVSS	45
5	CONCLUSÃO	61

6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	62
REFERÊN	ICIAS	63

1 INTRODUÇÃO

O sistema de freio tem origem adjacente a invenção da roda. Ao longo do tempo, os sistemas de frenagem tiveram inúmeros avanços tecnológicos até o sistema atual. No que se refere a sistemas de freio, é de suma importância a eficácia, e para isso, muitos fatores são importantes como as características do material de atrito, a área de contato, entre outros (BRAKES, 2014).

No que se refere ao material de atrito, esse é um dos principais componentes para o desempenho durante a frenagem, necessitando atender a diversos requisitos como resistência mecânica, coeficiente de atrito, ruído, entre outras características determinadas para cada tipo de aplicação.

A fim de alcançar características específicas para atender esses requisitos de desempenho, os materiais de atrito são compostos, por exemplo, por fibras, abrasivos, aglomerantes, lubrificantes e cargas. Alguns apresentam características multifuncionais, dificultando a sua classificação, pois são utilizados para o aproveitamento dos efeitos sinérgicos do uso combinado (YUCHENG *et al.*, 2019).

Como exemplos de fibras comumente utilizadas em pastilhas e lonas de freio, as fibras acrílicas, de aramida, de celulose e de aço. E como exemplo de materiais aglomerantes, a resina fenólica. Essa pode apresentar aditivos para auxiliar no tempo de cura, além de modificações moleculares. Em relação aos materiais modificadores de atrito tem-se grafite, zirconita, alumina, dissulfeto de molibdênio, óxido de magnésio e titanato de potássio. Por fim, cargas como barita, vermiculita e quartzo são utilizadas em materiais de atrito (JARA; JANG, 2019).

Combinações de diversos tipos de materiais estão sendo ampliadas continuamente, visando a melhoria de propriedades mecânicas, tribológicas e de desempenho, conforme o princípio da ação combinada. Portanto, é fundamental manter as propriedades tribológicas do material de atrito sem reduzir o tempo de vida útil (JARA; JANG, 2019).

Nos últimos anos, se acentuaram as pesquisas por novos materiais, e um dos setores que vem avançando nestes desenvolvimentos é o do segmento de atrito aplicados em sistemas de freio. Revisando a literatura, diversos compostos até então não utilizados em materiais de atrito estão sendo estudados e aplicados a fim de melhorar a performance, reduzir o uso de componentes restritos e otimizar custos das formulações (YUN, FILIP, LU; 2010).

Diversas pesquisas relacionadas a materiais ligantes, modificadores de atrito e reforços mecânicos veem sendo conduzidos, porém, novos estudos relacionados a cargas funcionais estão sendo explorados. No entanto, a otimização das propriedades de atrito é uma tarefa complexa visto a elevada performance necessária e a redução dos níveis de desgaste e a baixa agressividade ao disco de freio.

Essas complexidades aumentam quando fatores como aquecimento do sistema de freio e geração de faíscas durante o processo de frenagem gerados pelo contato disco-pastilha necessitam ser minimizados, e nestes casos faz-se necessária a utilização de matérias-primas com múltiplas funções.

Neste campo, estudos vêm sendo conduzidos a fim de identificar em cada sistema os principais fatores e quais matérias-primas podem atenuar ou eliminar a geração de faíscas e, em alguns momentos, a ignição dos materiais. Segundo Ozturk & Mutlu (2015), foram apontados materiais capazes de promover a formação do tribofilme, materiais capazes de prevenir a perda de massa do sistema, gerando teores mais baixos de particulados, e materiais utilizados como retardantes de chamas em compostos poliméricos. Entretanto, não foram encontradas pesquisas direcionadas para a redução de faíscas e chamas em sistemas de freio discopastilha.

Até o momento, Ahmadijokani *et al.* (2019) estudaram o efeito de fibras curtas de carbono no comportamento térmico, mecânico e tribológico em materiais de atrito com resina fenólica. Nesses estudos, os autores verificaram que o uso de fibra PAN contribuiu para uma melhoria significativa na dureza e na flexão do material além de uma melhora na estabilidade térmica das amostras testadas, fatores a serem estudados juntamente com a geração de faíscas e a ignição dos componentes do sistema.

Outro estudo de Öztürk & Mutlu (2015) utilizou o borato de zinco nas composições dos materiais de atrito a fim de promover a geração do tribofilme, o qual tem o efeito potencial de reter as micropartículas e manter as propriedades tribológicas do material.

Desta forma, a fibra poliacrilonitrila oxidada foi testada em combinação com os materiais da formulação base 1 do sistema de freio, com variações percentuais de 0,6%, 1,2% e 2,4% em volume substituindo a fibra de aramida originalmente utilizada. A incorporação da fibra poliacrilonitrila oxidada visa melhorar o reforço mecânico e a estabilidade térmica do material de atrito e, deste modo, reduzir o percentual de materiais particulados que se desprendem do material de atrito da pastilha que, atingindo elevadas temperaturas, geram faísca durante a aplicação. Também foi incorporado borato de zinco nas proporções de 5%, 10% e 15% em volume, a fim de verificar se a inclusão de material com característica retardante de chama e promotor de tribofilme possibilita a redução da geração de faísca durante as caracterizações e mantém ou melhora as propriedades físicas e mecânicas da formulação teste quando comparada com a formulação base.

1.1 OBJETIVO GERAL

Desenvolver uma nova composição de material de atrito para freio a disco, que visa solucionar a elevada geração de faísca e chamas em aplicações comerciais, sem comprometer as propriedades físicas e mecânicas do material, utilizando a fibra poliacrilonotrila oxidada e borato de zinco.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

 Conhecer as propriedades físicas e tribológicas em função das alterações propostas na formulação por meio das caracterizações físicas, químicas e de desempenho;

- Estudar a correlação e o comportamento da fibra poliacrilonitrila oxidada adicionada na formulação, com o desempenho do produto e a geração de faísca.

- Estudar a correlação e o comportamento do borato de zinco adicionado na formulação, com o desempenho do produto e a geração de faísca.

 Analisar o efeito da ação combinada da fibra poliacrilonitrila e do borato de zinco no desempenho de frenagem e na redução de faísca.

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1 MATERIAIS DE ATRITO

Segundo Blau (2001), os materiais de atrito empregados na indústria de freio têm como finalidade controlar os movimentos de um veículo por meio do atrito do sistema de freio durante o acionamento, cujo desempenho depende diretamente das propriedades dos componentes empregados. Devido a estas condições, o material de atrito é formado por diferentes tipos de materiais (BRAKES, 2014; NICHOLSON,1995).

Essas propriedades devem assegurar o atendimento de diversas características tais como resistência ao desgaste, coeficiente de atrito estável, resistência mecânica além de custos competitivos. Deste forma, os materiais de atritos são compostos por combinações de materiais, cerca de 10 diferentes compostos a fim de atender todos os requisitos (YUCHENG *et al.*, 2019).

As propriedades tribológicas e morfológicas dos materiais de atrito são normalmente determinados por ingredientes classificados como: Abrasivos, lubrificantes, ligantes, cargas e fibras (WANG *et al.*, 2016).

2.1.1 Abrasivos

Os abrasivos são adicionados nas formulações de pastilhas de freio, e têm como objetivo garantir propriedades estáveis e controlar as taxas de desgaste entre o material de atrito e o disco de freio, renovando a superfície e a estabilidade de atrito (JARA; JANG 2019). Neste grupo, materiais como alumina, sílica, zirconita e quartzo são aplicados a fim de elevar os índices de atrito e controle das propriedades tribológicas do (SUDHANRAJ *et al.*, 2020).

Xiao, *et al* (2020) estudaram mecanismos de desgastes em pastilhas de freio aplicadas em trens de alta velocidade, onde para atribuir melhores propriedades de atrito e desgaste das pastilhas de freio utilizaram materiais com base de cobre associados a materiais abrasivos comumente utilizados como SiO₂, Al₂O₃, SiC entre outros.

2.1.2 Ligantes

O material ligante é considerado o material mais importante da formulação, isso porque ele une os demais componentes, e durante as aplicações em condições diversas, é responsável por manter a estabilidade do material e performance (JARA; JANG, 2019).

A resina fenólica, é comumente utilizada como ligante, e atua unindo os demais componentes e mantendo a integridade estrutural, fator fundamental para o desempenho dos materiais de atrito. Em virtude da elevada resistência térmica, as resinas fenólicas são vastamente utilizadas como ligantes (JARA; JANG, 2019).

2.1.3 Lubrificantes

Os lubrificantes aplicados em materiais de atrito são na sua grande maioria sólidos, isso por que as temperaturas durante os processos de frenagem ultrapassam os 350 °C e os lubrificantes líquidos se degradam rapidamente quando expostos a temperaturas equivalentes ou superiores. Os materiais lubrificantes atuam nas propriedades tribológicas do material, atuando nos materiais de alto e baixo coeficiente de atrito, promovendo um tribofilme auxiliando o controle de desgaste do material (ZHU *et al.*, 2019).

Material lubrificantes comumente utilizados em materiais de atrito são grafite, dissulfito de molibdênio, borato de zinco e oxido de zinco. Materiais lubrificantes adicionados em materiais de atrito, dependem da temperatura gerada durante a frenagem e as condições tribológicas necessárias (KUMAR; SUMAN, 2017).

Segundo Öztürk e Mutlu (2015), o borato de zinco é comumente utilizado em como aditivo em diversos materiais tais como plásticos, borrachas, tintas e nos materiais de atrito. Em cada uma destas situações, ele é aplicado para diferentes fins como retardante de chamas, supressor de fumaça, inibidor de corrosão e lubrificante.

No que se refere a materiais de atrito, o borato de zinco pode ser utilizado como lubrificante e em ação combinada proporcionando a redução de faíscas e chamas do sistema de freio.

2.1.4 Cargas

Os agentes de enchimento ou cargas são partes constituintes indispensáveis dos materiais de atrito, devido a sua capacidade de melhorar e estabilizar o coeficiente de atrito, melhorar a condutividade térmica e também são utilizados de forma combinada para redução de custo (ZHAO *et al.*, 2020). Materiais comumente utilizados neste grupo são vermiculita expandida, barita, mica, fibra de celulose e sulfato de bário (SUDHANRAJ *et al.*, 2020).

Conforme a especificidade de cada material, eles podem ser adicionados com propósitos diferentes. No caso de barita e dolomita, a função é a redução de custo, enquanto que a vermiculita e a zeolita são usadas como cargas funcionais a fim de auxiliar a redução de ruído (ZHAO *et al.*, 2020).

2.1.5 Fibras

Os materiais de atritos reforçados com fibras são utilizados devido ao aumento da resistência mecânica, leveza e flexibilidade. As fibras têm como função primária a melhoria nas propriedades mecânicas devido a sua rigidez em relação ao peso que elas proporcionam no material de atrito (GWEON; JOO; JANG; 2016, AHMADIJOKANI, 2018).

Diferentes fibras como celulose, cerâmica, aço, carbono, vidro e sintéticas são adicionadas nos materiais de atrito e contribuem para a melhoria das propriedades tribológicas. Estudos com diferentes fibras a fim de obter propriedades secundárias estão sendo pesquisadas a fim de otimizar o coeficiente de atrito, condutividade térmica, difusividade térmica e resistência ao desvanecimento (AHMADIJOKANI et al., 2018).

Segundo Amico (2018), a fibra poliacrilonitrila oxidada possui uma excelente estabilidade térmica e resistência química. Devido a suas características, a poliacrilonitrila oxidada é utilizada como um retardador de chamas e, em componentes automobilísticos como isolante térmico.

2.2 PROCESSO DE FABRICAÇÃO DO MATERIAL DE ATRITO

A fabricação dos materiais de atrito é tratada com sigilo, pois as informações de materiais e as características de processo podem ser replicadas por indústrias concorrentes. Além das características de processo, as matérias primas utilizadas têm um elevado controle de qualidade, pois são elas, que promovem as características desejadas juntamente com os processos de transformação.

Os processos de transformação, no segmento de materiais de atrito, são divididos em quatro principais etapas: mistura, conformação, pós-cura e beneficiamento (NICHOLSON, 1995).

2.2.1 Processo de mistura

Na preparação da mistura de pastilhas de freio, é comumente utilizada a via seca, nesse processo, as matérias primas são dosadas e posteriormente adicionadas seguindo uma sequência e tempo definidos em misturadores conforme mostrado na Figura 1. A principal função do processo de mistura é homogeneizar os materiais a fim de manter as características desejadas nos produtos finais (NICHOLSON, 1995).

Figura 1 – Misturador interno 1200L



Fonte: FRAS-LE (2023)

2.2.2 Processo de conformação

Durante o processo de conformação, ocorre a maior parte da conversão do material ligante. Nessa etapa, são aplicados ciclos de pressão e temperatura com a finalidade de proporcionar as características físicas desejadas no material. Nesse processo pressões entre 100 e 200 bar e temperaturas entre 120 e 180 °C são aplicadas para obtenção do material de atrito (FINIMUNDI, 2020).

Esse é considerado o processo mais crítico no processo de fabricação, por isso, diversos estudos de otimização desse processo são desenvolvidos na indústria de matérias de atrito.

2.2.3 Processo de pós-cura

No processo de pós-cura, se busca otimizar a pós-cura do material ligante, em que o material de atrito fica exposto a temperaturas entre 120 e 200 °C e tempos entre 5 até 15 horas. Essas são condições primárias de processo (NICHOLSON,1995).

Além desses parâmetros descritos, condições como fluxo de ar e disposição de material são fatores importantes, pois para ocorrer a pós-cura do material de forma satisfatória, é necessário que a transferência de calor seja adequada conforme as curvas de processo definidas (FINIMUNDI, 2020).

2.2.4 Processo de beneficiamento

O processo de beneficiamento é a etapa final da fabricação de materiais de atrito. Esses processos consistem em furação, retifica de espessura e indicadores de desgaste. Cada produto tem uma característica especifica, de acordo com o sistema de freio a ser utilizado e as condições de aplicação (MÜLLER, 2017). A Figura 2, apresenta uma imagem de uma pastilha de freio aplicada em veículos comerciais.



Fonte: Fras-le (2023)

2.3 PROPRIEDADES DO MATERIAL DE ATRITO

Materiais de atrito são largamente empregados no sistema de frenagens de motos, carros, trens, aviões e em outros sistemas que necessitam do controle de movimento. Com a necessidade constante de desenvolver materiais de alta performance aplicada aos mais diversos segmentos, se faz necessário normatizar testes que avaliem se as características desejadas estão atendendo às especificações pré-definidas. Assim, as normas da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT), da *American Society for Testing and Materials (ASTM), da International Organization for Standardization (ISO) além da Society of Automobile Engineers (SAE)* foram utilizadas (Ahmadijokani, 2018).

A maioria dos ensaios não requerem equipamentos sofisticados na caracterização dos materiais de atrito. Porém, outros como o ensaio de performance requerem dinamômetro de inércia com o objetivo de simular as condições equivalentes a um veículo.

2.3.1 Propriedades físicas e mecânicas

Os métodos de caracterização mecânica dos materiais de atrito podem ser os mais variados, porém, de acordo com objetivo, requisitos e aplicações, podem ser direcionados, a fim de investigar características especificas. Deste modo, ensaios de força de cisalhamento interno seguindo a norma ISO 6311 e de compressibilidade ISO 6310 são comumente aplicados para avaliações e investigação das

propriedades físicas (AHMADIJOKANI, 2018; JAGGI et al., 2013).

Segundo Azmi *et al.* (2018), o teste de resistência ao cisalhamento interno é uma caracterização importante para avaliação da influência de fibras na resistência do material. No estudo dos autores, foram utilizados percentuais de fibras cerâmicas, o qual foram investigados, analisados e correlacionados com outras características.

A Figura 3 apresenta o esquema do ensaio de compressibilidade. Esse ensaio visa avaliar a mudança ou a deflexão causada pela carga uniaxial durante o ciclo de carregamento realizado sobre a amostra. Com a espessura inicial e a espessura final do corpo de prova, após o ensaio é calculada a compressibilidade do material conforme ISO 6310.



Figura 3 - Esquema do ensaio de compressibilidade

Fonte: Adaptado da ISO 6310

No ensaio de cisalhamento (Figura 4), a amostra de 20 mm de largura e 5 mm de comprimento é posicionada na câmara interna do equipamento. Após é iniciado o carregamento do sistema até o início da ruptura do material, neste ponto é determinada a força do cisalhamento interno (JAGGI, 2013).



Fonte: Adaptado de ISO 6311

Segundo Jaggi et al (2013), estes ensaios são fundamentais para caracterizar os materiais de atritos e comparar se as alterações sugeridas resultam em aumento ou redução das propriedades mecânicas quando comparado com o material base.

Seguindo as orientações da ABNT NBR 5520 (ABNT, 1991), a dureza Gogan é um procedimento que determina a compactação do material, e indiretamente pode informar a uniformidade do material conforme é determinado a rigidez do material. Neste procedimento, um penetrador é pressionado contra o material, causando uma deformação na estrutura interna do corpo de prova. Pode utilizado de ser duas formas cargas final е inicial (1500)е 500 kgf) e outra de (3000 e 1500 kgf), conforme Figura 5. Dependendo da carga que será aplicada, penetradores com diâmetros diferentes são usados. Neste processo deve ser realizado no mínimo três ciclos de conformação para avaliar a dureza em diferentes pontos no material de atrito, seguindo distâncias definidas pela norma.

Fonte: Fras-le (2023)

Por fim, a massa específica ou densidade relativa é o método utilizado para avaliar informações de porosidade, compactação e integridade do material de atrito. Este ensaio consiste em realizar a pesagem da peça ao ar livre, após esta mesma peça é pesada totalmente submersa por água, seguindo normas especificas SAEJ380 ou NBR5544 (ABNT, 1998; VIVEK, 2020).

A massa específica dos materiais de atrito depende das matérias primas utilizadas, do seu percentual dentro da composição e dos parâmetros de processo utilizados durante a fabricação dos materiais. De acordo com a composição em peso e volume, a massa específica do material que tem sua densidade avaliada utilizando o volume especifico de uma proveta e com seu peso descontado, é mensurado a densidade, esta também pode variar de acordo com a formulação e o processo de conformação utilizado, na Figura 6 pode ser evidenciado o aparato para verificar a massa especifica (TAVANGAR et al., 2020).





Figura 6 – Aparato para medição da massa específica

Fonte: Fras-le 2023

A fim de observação e análise das características microestruturais de materiais sólidos é comum a aplicação do microscópio eletrônico de varredura (MEV) e da espectroscopia por energia dispersiva (EDS). O princípio do MEV é a utilização um feixe de elétrons focalizado que varre a superfície da amostra, essa interação com a amostra, gera variados sinais como a composição química e morfologia (BOGNER et al., 2007).

Segundo Bogner et al, 2007, o método EDS é semi-quantitativo para elementos químicos e por meio da interação de um feixe com alta energia de partículas carregadas, provocando uma fonte de Raio-X que excita a amostra e devido a sua composição atômica permite um conjunto de picos em seu espectro de emissão.

2.3.2 Procedimento FMVSS 121D

O procedimento relacionado ao Padrão Federal de Segurança de Veículos Motorizados, ou *Federal Motor Vehicle Safety Standards* (FMVSS) foi adaptado e realizado em dinamômetro de inércia conforme Figura 7 que consiste em realizar 200 paradas do sistema com velocidade equivalente a 64 km/h com o sistema aquecido a uma temperatura de 157 °C e 196 °C. Após, o sistema de freio foi

resfriado entre 32 °C e 37 °C, e na sequência o teste de frenagens foi repetido nas temperaturas de 232 °C e 288 °C na etapa de assentamento.

O freio foi pré-aquecido com paradas repetidas 11 km/h até 25 km/h com o sistema monitorador por termopares no sistema de freio com temperaturas médias entre 52 até 66 °C antes de cada ciclo.

Durante o teste, geração de fumaça, faísca ou chamas são registrados e pontuados de acordo com o método descrito no modelo de avaliação (HOOVER; ZAGORSKI, 2005).

O dinamômetro de inércia consiste em simular as condições de operação de um veículo, no qual um sistema completo de frenagem é montado e parametrizado para simular os ciclos de frenagem, pressão, torque e temperatura para rotas padronizadas (BREZOLIN, 2007).



Fonte: O autor (2023)

2.3.3 Propriedades tribológicas

As propriedades tribológicas do material de atrito são importantes para o atendimento da função principal, que é o controle dos movimentos, porém, índices de desgaste, níveis de atrito e formação de tribofilmes são fatores avaliados para o atendimento das especificações de cada material.

Segundo Kim *et al.* (2008), o ensaio de atrito e desgaste é realizado para investigar alterações nos materiais quando comparados a valores já conhecidos. O ensaio de atrito e desgaste utilizado é o SAE J661:1997, empregado no controle de qualidade de materiais de atrito. Essa prática é recomendada devido a não

necessitar do sistema de freio para realização do ensaio, utilizando apenas um corpo de prova do material de atrito e o equipamento Chase, o qual fornecendo valores referentes ao coeficiente de atrito e desgaste por meio de um *software* específico.

Desta forma, um exemplo de equipamento no qual os ensaios são realizados é conhecido como máquina Chase, conforme Figura 8. Este equipamento informa a temperatura do cilindro e o aquecimento do tambor por meio de sensores, controla a taxa de aquecimento e o resfriamento do cilindro, mede a força de atrito e a velocidade de rotação. Neste ensaio, o corpo de prova também tem medidas normatizadas (SAE, 2016).

Antes e após os ensaios, as amostras devem ser medidas e pesadas a fim de obter as massas e a perda de massa ao longo do ensaio. Durante o ensaio de caracterização, a amostra passa por dois ciclos, etapas *fade* (perda de eficiência na frenagem) e *recovery* (recuperação do sistema de frenagem) a fim de finalizar os procedimentos de caracterização (AHMADIJOKANI, 2020).



Figura 8 - Esquema máquina Chase

Fonte: SAE J661

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Todas as amostras produzidas seguiram os mesmos parâmetros de processo como pressão e temperatura, sendo alterado apenas a composição do material, o qual foi fabricado alterando apenas o percentual de fibra e do borato de zinco nos respectivos estudos.

3.1 MATERIAIS

Os materiais utilizados para os testes seguiram os comumente utilizados, adicionando a fibra poliacrilonitrila oxidada fornecido pela SGL Carbon Group e o borato de zinco fornecido pela empresa Datiquim. As propriedades da fibra de poliacrilonitrila oxidada e do borato de zinco, provenientes dos boletins técnicos dos fornecedores, são apresentados na Tabela 1 e na Tabela 2, respectivamente.

Tabela 1 - Caracterização da fibra de poliacrilonitrila oxidada

Método	Característica	Resultado
Teor de voláteis	Teor de Voláteis	8,63%
Teor de cinzas	Teor de cinzas	0,0%
Volume úmido proveta	Volume Úmido	26 ml
Densidade aparente proveta	Densidade aparente	0,07 g/cm ³

Tabela 2 - Caracterização	do	Borato	de	Zinco
---------------------------	----	--------	----	-------

Método	Característica	Resultado	
Teor de voláteis	Teor de Voláteis	0,15%	
Teor de cinzas	Teor de cinzas	86,05%	
Densidade aparente proveta	Densidade aparente	0,34 g/cm ³	

Para a preparação das amostras, foi utilizada a formulação base (FB) para fabricação da peça padrão utilizando a fibra aramida. As amostras S1, S2 e S3 foram preparadas com percentuais de 0,6%, 1,2% e 2,4% em volume da fibra poliacrilonitrila oxidada, respectivamente, utilizando os demais materiais da formulação base (Tabela 3). Para avaliação do borato de zinco, foram adicionados

5%, 10% e 15% em volume na parcela de materiais classificados como modificadores de atrito. Após as avaliações individuais, foi testada uma versão combinada dos materiais com utilização de 1,2% em volume de fibra poliacrilonitrila oxidada e 5% em volume de borato de zinco.

3.2 MÉTODOS

A Tabela 3 e a Tabela 4 apresentam a composição da formulação do material base e os percentuais de Panox e Borato de zinco presentes nas diferentes formulações estudadas.

Material	% (volume)
Fibras orgânicas	0,5 - 3,0
Partículas metálicas	25,0 - 30,0
Ligantes	12,0 – 16,5
Modificadores de atrito	45,0 - 50,0
Cargas	2,0-6,5
Fonte: O autor (2023)	

Tabela 3 – Formulação do Materiais Base

Tabela 4 – Denominação	o das amostras	e teor de Panox e	Borato de z	inco incorporado
------------------------	----------------	-------------------	-------------	------------------

_	Amostra	PANOX	Borato de
		(% vol.)	zinco (% vol.)
_	S0	0	0
	S1	0,6	0
	S2	1,2	0
	S3	2,4	0
	S4	0	5
	S 5	0	10
	S 6	0	15
	S7	1,2	5

Fonte: O autor (2023)

As matérias primas foram preparadas, misturadas no misturador Semco de 20 L, após as pastilhas de freio foram prensadas a temperatura média de 160 °C a uma pressão média de 200 kgf. Após esta etapa as amostras foram enviadas para o forno de tratamento térmico por 8 h a temperatura de 270 °C. As etapas de beneficiamento objetivam em retificar a superfície para dar a característica final do produto. As etapas para a preparação das amostras estão representadas na Figura 9.



3.3 CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS E DA PASTILHA DE FREIO

Nesta etapa, foram caracterizadas as amostras produzidas com as três condições de adição de fibra Poliacrilonitrila oxidada, outras três amostras com os percentuais de borato de zinco, além da formulação base que contém a fibra de aramida e a barita que serão substituídas nas respectivas avaliações e preparações.

3.3.1 Caracterização térmica, física e mecânica

As amostras de TGA das matérias primas foram analisadas utilizando ar sintético como atmosfera, taxa de aquecimento de 10 °C/min e cadinho de platina em equipamento da fabricante TA instruments.

As caracterizações das propriedades físicas foram realizadas seguindo os procedimentos e normas aplicados para materiais de atrito. Os ensaios de força de cisalhamento interno seguiram a norma ISO 6311, a qual 5 amostras foram submetidas a uma carga, até que ocorra a ruptura. Os corpos de prova apresentaram dimensões de 20 x 20 x 10 mm.

O valor para a massa especifica dos materiais foi obtido de acordo com a norma NBR 5544:1998 utilizando 4 amostras. E a porosidade do material foi determinada de acordo com a norma ISO 15484, na qual o volume é calculado a partir dos valores de largura, comprimento e espessura.

A compressibilidade e a transmissibilidade térmica foram realizadas seguindo a norma ISO 6310. Entre duas a seis amostras foram testadas em cada caso, de acordo com a criticidade e representatividade do teste, e o valor médio com desvio padrão foi reportado. Estes valores definem os efeitos físicos combinados relacionando as características elásticas e deformações plásticas.

Os ensaios de dureza Gogan foram determinados em 8 amostras com durômetro modelo 911, utilizando ciclos de cargas de 1500 kgf em pontos determinados, conforme a NBR 5520: 1991.

3.3.2 Procedimento FMVSS

O teste relacionado ao Padrão Federal de Segurança de Veículos Motorizados, ou *Federal Motor Vehicle Safety Standards* (FMVSS) foi adaptado e realizado em dinamômetro de inércia. Cada amostra foi submetida a testes de desempenho, durante o ciclo de testes foram registrados dados de torque, pressão de frenagem, temperatura e velocidade entre etapas. Para cada amostra, foram realizadas 20 sequências de frenagem registradas como *Spark Test,* mais 6 ciclos com o sistema aquecido a 100 °C registrados como Performance 100 e mais 6 ciclos com o sistema de frenagem aquecido a 300 °C, registrados como performance a 300.

Durante os testes, as gerações de fumaça, faísca, ou chamas são registradas e pontuadas de acordo com o método descrito no modelo de avaliação. Além dessas características é possível avaliar a estabilidade das pressões de frenagem por meio dos ajustes de pressão e o torque do sistema de frenagem.

Este processo é padronizado a fim de avaliar todos os materiais com as mesmas características de frenagem como velocidade, torque e ciclos de frenagens. A Figura 10 apresenta o aparato usado para avaliação da geração de faísca durante a aplicação do procedimento FMVSS.



Figura 10 - Aparato para avaliação da geração de faísca pelo procedimento FMVSS.

Fonte: O autor (2023)

3.4 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Todos os resultados obtidos nos ensaios de caracterização foram avaliados e comparados utilizando *software* Minitab versão de 2018 a fim de avaliar todas as respostas obtidas de cada ensaio, como o desvio padrão e a variação dentro do subgrupo.

As respostas obtidas após o primeiro ciclo de caracterização foram as novas entradas de análise para as réplicas dos materiais produzidos e ensaiados a fim de confirmar as respostas obtidas, onde cada ensaio tem uma quantidade pré-definida de acordo com a complexidade. Para ensaios como o FMVSS, que necessitam de um dinamômetro de inércia, foram utilizadas duas amostras de cada, enquanto que para o ensaio de compressibilidade, foram 6 amostras por família de teste.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 CARACTERIZAÇÃO TÉRMICA

Na Figura 11, pode ser observado dois eventos de perda de massa, sendo o primeiro evento com máxima velocidade de degradação ocorrendo em 50 °C e o segundo em 655 °C. O primeiro pico está relacionado a perda de umidade do material e o segundo está relacionado a degradação do material, que ocorre a partir dos 200°C até próximo dos 650°C.



Fonte: O autor (2023)

Com relação ao borato de zinco, também foram observados dois eventos de perda de massa, o primeiro foi observado próximo aos 315°C e o segundo próximo aos 425 °C, conforme apresenta a Figura 12. Entre 300°C e 400°C a perda de massa é acentuda com aproximadamente 80% da peda de massa da amostra.



4.2 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA E MECÂNICA

A Figura 13 apresenta os resultados de resistência ao cisalhamento interno dos materiais, em que a substituição da fibra no material base apresentou um aumento na resistência do material. Quando analisada a substituição de fibra de aramida por poliacrilonitrila de 1:1 (amostra S1), a inclusão da fibra poliacrilonitrila oxidada elevou a resistência em mais de 40% (N/mm²) e desvio padrão de 0,71. Quando comparado com as amostras S2 e S3, há tendência de aumento, porém os valores médios ficam próximos aos resultados do material base S0.

Comparando os resultados com as amostras contendo borato de zinco, a amostra S6 apresentou maior variação nos resultados de dureza, o que pode ser considerado uma variação na rigidez do material, enquanto que as amostras S4 e S5 apresentaram resultados equivalentes ao material base S0.

Quando se compara a amostra com a combinação dos materiais (S7), há uma elevação na resistência ao cisalhamento em relação a amostra S0, de 5,1 N/cm² para 8,1 N/cm². Segundo Azmi *et al* (2018), a resistência ao cisalhamento interno

está relacionada diretamente com o percentual de porosidade do material, ou seja, quanto maior a porosidade, menores os valores para a resistência ao cisalhamento. Esse comportamento foi evidenciado quando analisam-se as amostras contendo fibra poliacrilonitrila oxidada, em que foi possivel correlacionar superiores resultados de resistência ao cisalhamento interno com inferiores percentuais de porosidade do material, conforme mostra a Figura 14.

Porém, esta relação não pode ser evidenciada nos materiais que tiveram adição da carga do borato de zinco, mostrando uma correlação com as propriedades das materias primas utilizadas para o aumento da resistência ao cisalhamento, neste caso a fibra, que é uma matéria prima estrutural, e que comumente tende a aumentar a resistência mecânica dos materiais compósitos.





Fonte: O autor (2023)



Fonte: O autor (2023)

A Figura 15 apresenta os resultados para a massa específica das amostras estudadas. De uma maneira geral, observou-se uma redução nos valores, que foi proporcional ao aumento da quantidade de fibra de poliacrilonitrila oxidada incorporada (amostras S1 a S3), quando comparado com material base S0. Pode-se relacionar essa redução à densidade dos materiais envolvidos, na qual a fibra de aramida apresenta uma densidade média de 1,45 g/cm³ e a fibra de poliacrilonitrila oxidada oxidada de 1,18 g/cm³.

Esta tendência de decréscimo nos valores da massa específica também foi verificada para as amostras contendo borato de zinco, que apresenta uma densidade média de 2,6 g/cm³ em comparação a barita, cujo valor é de 4,6 g/cm³. Pode-se perceber também que o material S5 apresentou-se fora da tendência de redução nos valores de massa específica, se comparado aos demais materiais S4 e S6.

No caso da amostra S7, os valores ficaram muito próximos ao das amostras com borato de zinco, devido ao fator de combinação dos materiais de maior densidade. De uma maneira geral, o ensaio de massa especifica é uma técnica de caracterização simples, mas seu resultado pode ser correlacionado com outras técnicas de caracterizações, conforme apresentado no trabalho de Finimundi (2020). No trabalho de Vivek et al. (2020), os autores apresentam uma correlação na qual,

com a redução da porosidade os resultados de dureza e massa especifica tendem a aumentar. Esse comportamento se aproximou no presente estudo, porém, não observou-se uma correlação direta no estudo atual.



Figura 15 - Massa específica

Fonte: O autor (2023)

Os resultados para a compressibilidade a frio e a quente dos materiais de atrito estudados são apresentados nas Figuras 16 e 17, e são importantes parâmetros para se avaliar a alteração de algum componente estrutural do material de atrito. De acordo com os estudos de Mokrary, Ghazay e Moaaz (2017), a compressibilidade do material é um fator fundamental na qualidade da frenagegem a fim de evitar vibrações e tripidações do sistema durante a aplicação. Isso se dá devido a compressão que o material de atrito recebe durante a aplicação de carga, no qual o material de atrito deve performar com qualidade em baixas e altas temperaturas.

Na Figura 16 pode-se observar que os valores encontrados para a compressibilidade a frio para os materiais S1 a S3 são similares ao material base, quando leva-se em consideração o valor médio e os desvios. No entanto, na Figura 17, pode-se evidenciar uma tendência de aumento nos resultados de compressibilidade a quente, com o aumento do percentual de fibra nas amostras

testadas, apresentando um material que se deforma com maior facilidade, corroborando com os resultados encontrados no ensaio de dureza Gogan quando analisa-se a adição da fibra poliacrilonitrila.

Uma tendência inversa pode ser observada para a amostra S7, em que os valores de compressibilidade a frio apresentaram valores menores em relação a amostra S0 de 128,8 µm para 149,8 µm, e uma redução nos valores de compressibilidade a quente, 114,4 µm para 152,6 µm, respectivamente, que também acompanhou a tendencia já evidenciada no ensaio de dureza.

Comparando os resultados de compressibilidade a frio das amostras contendo borato de zinco, os valores apresentaram uma tendência de aumento em relação ao material base, que pode ser associada com a redução da porosidade do material. Para os resultados de compressibilidade quente, os valores aumentam de acordo com o aumento do percentual adicionado nos materiais estudados S4 até S6.





Fonte: O autor (2023)





Fonte: O autor (2023)

Na Figura 18 são apresentados os valores de transmissibilidade térmica dos materiais, considerando o valor da média e os desvios, resultados similares ao material base (S0) foram reportados quando avaliados os materiais com adição de fibra poliacrilonitrila (amostras S1 ao S3). Para as amostras contendo borato de zinco, os valores médios apresentam uma ligeira redução na transmissibilidade térmica, porém, com uma elevada disperção dos resultados, não permitindo uma correlação direta da característica com outros fatores analisados.

A amostra S7, apresentou uma elevação nos valores de transmissibilidade térmica em relação a amostra S0, que pode ser associado a compactação do material se considerarmos a combinação dos resultados já apresentados em dureza, compressibilidade e porosidade do material.





Fonte: O autor (2023)

A fim de avaliar a composição dos materiais estudados na superficie do material de atrito, foram selecionadas 3 amostras para realizar a micrografia eletrônica de varredura na superficie dos materiais testados, a fim de observar as caracteristicas de cada base, as amostras S3, S5 e S7 foram caracteridas. Selecionado a amostra S3 por ter a maior quantidade de fibra poliacrilonitrila oxidada, a amostra S5 por conter um valor de 10% de borato e a amostra S7 por ser uma combinação das quantidades de borato de zinco e a fibra poliacrilonitrila oxidada.

A Figura 19 apresenta a imagem obtida via microscopia eletrônica de varredura para a amostra S3 (que contém 2,4% em volume de fibra poliacrilonitrila oxidada). Analisando a imagem, fica comprometida a identificação da fibra em função da sua caracteristica orgânica (carbono). Por meio do EDS na Figura 120, é possível identificar a presença de carbono identificados com a cor vermelha, porém, não pode ser associado a fibra poliacrilonitrila oxidada, pois na formulação têm a presença de outros materiais de base orgânica.

Utilizando a Figura 19 da amostra S3, pode-se evidenciar os vazios presentes na estrutura da amostra, esta região foi destacada com circulos vermelhos. Com a Figura 20, podemos evidenciar a distribuição dos materiais conforme evidenciado pelas corres dos elementos e a geometria dos mesmos.



Figura 19 - MEV amostra S3 com 2,4% de fibra poliacrilonitrila oxidada

Fonte: O autor (2023)



Figura 20 - EDS amostra S3 com 2,4% de fibra poliacrilonitrila oxidada

Fonte: O autor (2023)

Na amostra S5 a qual foi adicionado 10% em volume de borato de Zinco, foi possível identificar os pontos do borato de zinco na Figura 21 e o zinco destacados na cor roxa na Figura 22. Devido a massa atômica do boro, não foi possível identificar no EDS, porém, como o borato de zinco é o único material com zinco presente na formulação, pode se basear na identificação do zinco para determinar a presença do borato de zinco da amostra.

Figura 21 - MEV amostra S5 com 10% de borato de zinco



Fonte: O autor (2023)

Figura 22 - EDS amostra S5 com 10% de borato de zinco



Fonte: O autor (2023)

Por fim, a Figura 23 e 24 apresenta a imagem de MEV para a amostra S7, que apresentou a estrutura do material combinado. É possível identificar a o borato de zinco pela estrutura do zinco. A fibra poiliacrilonitrila não foi possível identifica-la na estrutura.

Figura 23 - MEV amostra S7 com 1,2% de fibra poliacrilonotrila oxidada e 5% de borato de zinco



Fonte: O autor (2023)

Figura 24 - EDS amostra S7 com 1,2% de fibra poliacrilonotrila oxidada e 5% de borato de zinco



Fonte: O autor (2023)

Analisando os resultados de dureza Gogan (DGC), apresentados na Figura 25, foi possível observar que a substituição da fibra de aramida pela fibra de poliacrilonitrila oxidada alterou a dureza da peça, apresentando resultados superiores quando comparado com a formulação base, ou seja, obteve-se um material com menor rigidez. Quando comparada a formulação base com as amostras que tiveram a adição do borato de zinco, observou-se redução nos valores de dureza do material, indicando um aumento na rigidez do material.

Analisando a combinação entre os materiais, a média das amostras S7, o valor para a dureza do material reduziu de 59 GC para 43 GC, quando comparado com valores médios das amostra S6, apresentando maior fator de compactação quando comparado as amostras dos materiais obtidas individualmente.

Neste ensaio, os menores valores de dureza estão associados a uma alta rigidez do material e conforme os valores aumentam, é possível observar o decréscimo na rigidez do material (NBR 5520: 1991). Para complementar, segundo Finimundi (2020), o ensaio de dureza Gogan é importante para determinação da rigidez do material após modificações de matérias primas e configurações de processo, e os valores obtidos estão ligados diretamente com a estrutura do material.

Deste modo, pode-se relacionar a incorporação do borato de zinco a um decréscimo na dureza do material de atrito, enquanto que a fibra poliacrilonitrila oxidada apresenta uma tendência de elevação da dureza dos materiais de atrito, alterando a rigidez do material. Este comportamento de alteração na dureza também foi evidenciada nos estudos realizados por Pujari e Srikiran (2019) onde apresentaram melhores resultados para a dureza dos materiais com adição combinada de fibras, o que também foi evidenciado na amostra S7.



Figura 25 – Resultados obtidos para a dureza Gogan (DGC), para as amostras estudadas.

4.3 RESULTADOS PARA O PADRÃO FEDERAL DE SEGURANÇA DE VEÍCULOS MOTORIZADOS OU FMVSS

Os resultados obtidos no ensaio de FMVSS foram divididos por segmento e amostras. Durante o ensaio, objetivou-se manter o torque do sistema de freio aplicando correções de pressão no sistema de frenagem, avaliando em paralelo o aumento de temperatura do sistema conforme apresentado na Figura 26 para amostra S0, Figura 27 para amostra S1, Figura 28 para amostra S2 e a Figura 29 para amostra S3. Nas Figuras 27 a 29, foi avaliado o comportamento do material com adição da fibra poliacrilonitrila oxidada em diferentes teores.

Na Figura 26, foi possível evidenciar que o sistema ajusta a pressão ao longo das 6 primeiras frenagens e após equaliza o ciclo de pressão. Esse ajuste é realizado a fim de manter o torque padronizado em 70 klb.in. Este comportamento também é esperado para as amostras S4 a S6, que contém borato de zinco, devido a potencial formação de tribo filme na superfície do material de atrito.



A Figura 27 apresenta o desempenho do sistema com incorporação de fibra poliacrilonitrila oxidada substituindo a fibra aramida na proporção de 1:1. O sistema estabilizou o ajuste de pressão entre a 11^a e 12^a frenagem, mas o torque gerado durante as aplicações ficou estabilizado. Para amostra com incorporação de fibra poliacrilonitrila oxidada substituindo a fibra aramida na proporção de 1:2 (Figura 28), o sistema estabilizou o ajuste de pressão entre a 8^a e 9^a frenagem. O torque se manteve estável para a faixa padronizada. Para amostra com incorporação de fibra poliacrilonitrila oxidada substituindo a fibra aramida na proporção de 1:4 (Figura 29) a estabilização de pressão ocorreu entre a 7^a e 8^a frenagem. O comportamento do torque se manteve dentro dos valores padronizados, não apresentado diferenças significativas quando comparado com a amostra padrão.





Figura 27 - FMVSS amostra S1 com 0,6% de fibra poliacrilonitrila oxidada

Fonte: O autor (2023)



Figura 28 - FMVSS amostra S2 com 1,2% de fibra poliacrilonitrila oxidada

Fonte: O autor (2023)



Figura 29 -FMVSS amostra S3 com 2,4 % de fibra poliacrilonitrila oxidada

A Figura 30, apresenta o resultado do teste de desmpenho da amostra S4 a qual foi adicionada 5% de borato de zinco, substituindo a barita. A pressão de frenagem estabiliza entre a 8ª e 9ª aplicação, porém, foi possivel evidenciar uma pequena instabilidade no torque, com aumento da frequência de pico entre cada frenagem.



Fonte: O autor (2023)

Fonte: O autor (2023)

Na Figura 31 foi possível evidenciar uma instabilidade na pressão de frenagem e no torque gerado durante a aplicação. No trabalho realizado por Öztürk e Mutku (2015), foi constatado uma semelhança de comportamento, o qual foi relatado que com o aumento do percentual de borato de zinco, os indices de coeficinete de atrito eram reduzidos. Neste mesmos trabalho, foram realizadas avaliações na superficie do material de atrito e do corpo deslizante e evidenciado formações de filmes que promovem o deslizamento e reduzem o coeficiente de atrito.





Na Figura 32, é possivel evidenciar que os ciclos de pressão e torque não se normalizaram ao longo de todo o procedimento. Também é possivel evidenciar um aumento significativo da temperatura do sistema aproximadamente 930 °C, enquanto para ciclos com o material padrão desempenha em torno de 650 °C. Esse aumento de temperatura pode estar associado formação de filme o qual dificulta a transferência termica do sistema.

Fonte: O autor (2023)



Figura 32 - FMVSS amostra S6 com 15% de borato de zinco

A Figura 33 apresenta as respostas do teste FMVSS da amostra S7, a qual apresenta menores amplitudes de ajuste do torque a fim de manter a pressão de frenagens para promoção das frenagens, comparando com os ajustes realizados nas amostras anteriores.



Figura 33 - FMVSS amostra S7 com 1,2% de fibra poliacrilonitrila oxidada e 5% de borato de zinco

Fonte: O autor (2023)

Fonte: O autor (2023)

A seguir, serão apresentados os resultados referentes a geração de faísca produzidas durante todo o processo de frenagem e recuperação.

A Figura 34 apresenta os resutados de faísca das amostras S0 a S3. Para a amostra S0, é possível observar que o pico máximo de geração de faísca ocorreu em aproximadametne 240 PPM durante a fase de assentamento e na fase final a 300 °C a geração de faísca ficou em aproximadamente 56 PPM. O PPM destacado é quantificado utilizando uma área padrão onde cada ponto quente gerado por uma faísca ou chama é quantificado pela quantidade de pixels alterados nessa área. Para a amostra S1, a geração de faísca na fase de assentamento foi de aproximadamente 300 PPM. Já na fase final do procedimento com a temperatura a 300 °C, a geração de faísca em torno de 230 PPM e na fase final do ensaio com o valor encontrado foi próximo a 100 PPM. Por fim, a amostra S3 apresentou, na fase de assentamento, uma geração de faísca próximo a 70 PPM e na fase final a 300 °C, de aproximadamente 25 PPM.

Avaliando o mesmo comportamento de faíscas para os materiais com adição de borato de zinco, a Figura 35, apresenta que o pico de geração de faísca foi no último ciclo, com aproximadamente 450 PPM de geração. Superior aos materiais que utilizaram a fibra como alternativa. Porém, nos ciclos de desempenho a 100 °C e 300 °C, a geração foi inferior.

Seguindo modelo, a Figura 36 apresenta os resultados do mateial base S5 com adição de 10% de borato de zinco, o qual apresentou indices quase três vezes superior a amostra S4 na geração de faísca. Este comportamento também pode ser correlacionado com o ciclo de desempenho, no qual a instabilidade de pressão e torque demonstram comportamento atípico para o material.



Figura 34 - Faísca amostra S0 até S3 material base e adição de fibra poliacrilonitrila oxidada

Fonte: O autor (2023)



Fonte: O autor (2023)



Fonte: O autor (2023)

A amostra S6 apresentada na Figura 37, apresenta um comportamento semelhante a amostra de S5, com elevada geração de faísca, cerca de 4 vezes superior aos materiais com adição de fibra poliacrilonitrila oxidada.



Fonte: O autor (2023)

Por fim, na Figura 38 é apresentado o desempenho da amostra S7, na qual os índices de faísca ficaram próximo a 70 PPM, o menor valor encontrado entre as amostras ensaiadas, apresentando uma tendência de redução da geração de faísca com a ação combinada dos materiais.



Figura 38 - Faísca amostra S7 com 1,2% de fibra poliacrilonitrila oxidada e 5% de borato de zinco

Durante os procedimento de avaliação do ensaio de FMVSS, também é avaliado a geração de chamas do sitema de freio. Essa medida é considerada quando há geração de calor sem deslocamento e a área alterada pelo fica de forma

Fonte: O autor (2023)

continua com alteração dos pixels da câmara de monitoramento.

A Figura 39apresenta a condição de geração de chamas no sistema de frenagem das avaliações seguintes.





A Figura 40 apresenta os resutados de geração de chamas para a amostra S0 durante a fase de assentamento, a qual teve uma geração de chams em torno de 84 PPM. Enquanto na fase final do ensaio a 300 °C o índice foi ligeiramente superior a 7 PPM.

Fonte: O autor (2023)



Fonte: O autor (2023)

A Figura 41 apresenta os resutados de chams da amostras S1, na qual é possível observar que o pico máximo de geração ocorreu na 16^a frenagem com indíce de aproxiamdamente 86 PPM durante a fase de assentamento e na fase final a 300 °C a geração de chamas ficou em aproximadamente 84 PPM.



Figura 41 - FMVSS amostra S1 com 0,6% de fibra poliacrilonitrila oxidada (avaliação de chamas)

Na Figura 42, é apresentado os resutados de geração de chams para a

Fonte: O autor (2023)

amostra S2. A qual durante a fase de assentamento teve uma geração de faísca em torno de 33 PPM. Enquanto na fase final do ensaio com o indice foi ligeiramente superior a 45 PPM.



Figura 42 - FMVSS amostra S2 com 1,2% de fibra poliacrilonitrila oxidada (avaliação de chamas)

Já a amostra S3 na Figura 43, na fase de assentamento apresentou um índice de aproximadamente 20 PPM para chamas e na fase final a 300 °C o índice foi inferior a 25 PPM.



Figura 43 - FMVSS amostra S3 com 2,4% de fibra poliacrilonitrila oxidada (avaliação de chamas)

Fonte: O autor (2023)

Fonte: O autor (2023)

Quando comparado a geração de chamas do material com adição do borato de zinco, a tendência do material é semelhante ao apresentando nos ensaios de faísca. Na Figura 44, o pico máximo na geração de chamas ocorre na 12ª frenagem com aproximadamente 60 PPM.



Fonte: O autor (2023)

Abaixo na Figura 45, os resultados da amostra S5 com adição de 10% de borato de zinco, onde o pico máximo de geração de chamas foi na 6ª frenagem com aproximadamente 65 PPM.



Fonte: O autor (2023)

A Figura 46 apresenta a geração de chamas para amostra S6 com adição de 20% de borato de zinco. O pico de geração de chamas foi na 19ª frenagem, a qual gerou cerca de 120 PPM. Comparando com o resultado de desempenho, a amostra S6 não apresenta estabilidade em todas as etapas do teste de FMVSS.



Fonte: O autor (2023)

Por fim, na Figura 47 que representa a amostra S7, os valores de chama durante o teste ficaram inferiores a 25 PPM, melhor índice quando comparado aos materiais com adição de borato de zinco e onvergindo com as faixas de PPM encontrado nos testes dos materiais com adição da fibra poliacrilonitrila oxidada.

As avaliações do ensaio de FMVSS é originalmente qualitativo para geração de chama e faísca, neste estudo, foi utilizado um método quantitativo para auxiliar nas avaliações. Este método consiste em filmar a área do teste, e por meio da conversão de pixels oriundos da geração térmica (faísca ou chama), determinar a área que foi afetada pelo fenomeno. Deste modo, o sistema de auxiliar de vídeo não tem uma certificação especifica.



Figura 47 - FMVSS amostra S7 com 1,2% de fibra poliacrilonitrila oxidada e 5% de borato de zinco (avaliação de chamas)

Fonte: O autor (2023)

5 CONCLUSÃO

Este trabalho teve como proposta o desenvolvimento de uma nova composição de material de atrito para freio a disco, que visa solucionar a elevada geração de faísca e chamas em aplicações comerciais. Após o processo de preparação dos materiais, estes foram caracterizados e com auxílio do minitab foram analizados estatisticamente.

Deste modo, por meio dos resultados, pode-se concluir que:

 Os métodos definidos para caracterização dos materiais de atrito atenderam às expectativas, pois foi possível evidenciar as diferentes propriedades de cada amostra com os métodos utilizados;

- Com a adição da fibra poliacrilonitrila oxidada os resultados de cisalhamento interno elevaram a força em 30%;

 Os resultados gerais de performance e geração de faísca tiveram resultado alterados para redução na geração de faísca e pressão de frenagem de acordo com a adição de novos percentuais de fibra poliacrilonitrila oxidada.

 Com a adição do borato de zinco os índices de chamas nos testes de desempenho a 100 °C e 300 °C foram inferiores ao material base S0;

 As amostras com a inclusão do borato de zinco aumentaram os índices de compressibilidade e dureza do material em relação a S0, resultando em uma menor rigidez do material;

 - A ação combinada da fibra poliacrilonitrila e do borato de zinco apresentados nesse trabalho evidenciou que os resultados de desempenho de frenagem e redução de faísca e chama foram superiores ao da amostra S0;

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Em função dos resultados obtidos após os ensaios apresentados, ficam como sugestões de trabalhos futuros as seguintes linhas de estudo:

Realizar novos testes com novas combinações entre a fibra poliacrilonitrila oxidada
 e o borato de zinco;

 Estudar a possibilidade da geração de tribofilme provocado com a adição de borato de zinco;

 Buscar um novo material que promova a supressão de faísca e chama em ação combinada ou isolada;

- Explorar as características observadas de cada material para potencializar otimizações que não estejam atreladas a redução de faísca e chama.

REFERÊNCIAS

A. BONFANTI. **Low-impact friction materials for brake pads**, University of Trento Doctoral School in Materials Science and Engineering (2016).

A.BREZOLIN. Estudo de determinação de trincas térmicas em disco de freio de veículos comerciais. Programa de pós-graduação em Materiais **Universidade de Caxias do Sul**. Caxias do Sul, pag 34 (2007).

A. M. A. EL-BUTCH, A. F. FAHIM, A. M. KAMAL. Influence of barium sulfate on the physical, mechanical, tribological properties and dynamic behavior of a brake lining. **International Congress on Sound e vibration**, Cairo, v17, (2010).

A. V. FINIMUNDI. Impacto da temperatura e tempo do processo de pós-cura da fase polimérica de lonas de freio aplicadas em veículos comerciais via cozimento em fornos contínuos. **IFRS** (2020).

A. Patnaik et al, Performance sensitivity of hybrid phenolic composites in friction braking: Effect of ceramic and aramid fibre combination. **Wear** 269 (2010) 891 – 899.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR5505:** Verificação da estabilidade do raio, a dilatação e o crescimento. Rio de Janeiro, 1984.

_____. **NBR 5520:** Determinações de dureza Gogan de materiais de fricção tipo orgânico para sistema de freios. Rio de Janeiro, 1991.

_____. **NBR 14600:** Determinações dos constituintes solúveis em acetona. Rio de Janeiro, 2000.

_____. **NBR 14601:** Determinações do teor de cinzas, perda por ignição e teor de umidade para guarnição da embreagem e do freio. Rio de Janeiro, 2000.

B. ÖZTÜRK, T. MUTLU, Effects of zinc borate and fly ash on the mechanical and tribological characteristics of brake friction materials. **Tribology Transactions** (2015).

B. S. Sthefen, L. S. Jayakumari, Effect of rockwool and steel fiber on the friction performance of brake lining materials. **Matéria**, Chennai, v.21, n.03, 656 – 665, 2016.

BLAU, P. J. **Friction Science and Technology** - From concepts to applications. 2^o ed, CRC Press, New York, USA, 2009.

BLAU, P. J. Compositions, functions, and testing of friction brake materials and their additives. **Technical Report ORNL/TM-2001/64**, Oak Ridge National Laboratory, Springfield, Virginia, 2001.

BRAKES, **Brake Control and Driver Assistance System** – Function Regulation and Components, Hessen, Germany Springer, 2014.

BOGNER et al, A history of scanning electron microscopy developments: Towars "wet-STEM" imaging, **Micron**, 390-401 (2007).

D. C. JARA, H. JANG, Synergistic effects of the ingredients of brake friction materials on friction and wear: A case study on phenolic resin and potassium titanate, **Wear**, 430–431, p.222–232, 2019,

F. AHMADIJOKANI et. al, Effects of hybrid carbon-aramid fiber on performance of non-asbestos organic brake friction composites, **Wear**, 452-453, 203280, 2020.

F. AHMADIJOKANI et al, Effect of short carbon fiber on thermal, mechanical and tribological behavior of phenolic-based brake friction materials, **Composites Part B: Engenineering,** v.168, p. 98 – 105, 2019.

G. LUNN. **Frictional Ignition of powders**: A review. Health and Safety Laboratory. BUXTON, p.1 – 34, 2002.

H. S. JAGGI et al, Dynamic mechanical response and fade-recovery performance of friction composites: effects fly ash and resin combination. **Journal of reinforced plastic e composites,** p. 1-11, 2013.

D. C. JARA, H. JANG, Synergistic effects of the ingredients of brake friction materials on friction and wear: A case study on phenolic resin and potassium titanate. **Wear**, 430-431, p. 222 – 232, 2019.

J. FEI et al, Effect of phenolic resin content on performance of carbon fiber reinforced paper-based friction material. **Wear** v.269, p.534 – 540, 2010.

J. H. PARK et al, Friction characteristics of brake pads with aramid fiber and acrylic fiber. **Emerald Insight**, v.62, p. 91 – 98, 2016.

K. N. KUMAR, K. N. S. SUMAN. Review of brake friction materials for future development. **MAT Journal**, v.3, p.1 - 29, 2017.

M. AMIRJAN, Microstructure, wear and friction behavior of nanocomposite materials with natural ingredients, **Tribology International**, v.131, p. 184 – 190, 2018.

M. LI, R. LUO, Effect of carbon fiber content on mechanical and tribological properties of carbon/phenolic resin composites. **5th International Conference on Information Engineering for Mechanics and Materials,** n.35, 2015.

M. G. MÜLLER. Influência do processo de cozimento em forno contínuo nas propriedades físicas, mecânicas e de desempenho de material de atrito para lonas de freio automotivo. **UCS** (2017).

M. MAKRARY; N. GHAZALY; A. MOAAZ. Effect of Compressibility of Brake Friction Materials on Vibration Occurrence. International Journal of Transport and Vehicle Engineering, v.11, n.11, 2017.

NICHOLSON, G. Facts About Friction. P&W price Enterprises, Inc., 1995.

N.N. AZMI et al. The performance of ceramic based friction material for brake pad applications. **Proceeding of Asia International Conference of Tribology**. p.506 – 507, 2018.

Hoover, R. Zagorski, S., "Comparison of Heavy Truck Foundation Brake Performance Measured with an Inertia Brake Dynamometer and Analyses of Brake Output Responses to Dynamic Pressure Inputs," SAE Technical Paper 2005-01-3611, 2005, <u>https://doi.org/10.4271/2005-01-3611</u>.

R. TAVANGAR et al. Comparison of dry sliding behavior and wear mechanism of low metallic and copper-free brake pads. **Tribology International**, v.151, 2020.

R. YUN, P. FILIP, Y. LU, Performance and evaluation of eco-friendly brake friction materials. **Tribology International**, v.43, p.2010–2019, 2010.

S. JEGANMOHAN et al, Experimental Investigation on the friction and wear characteristics of palm seed powder reinforced brake pad friction composities, **J. Inst. Eng. India Ser**. V.101, p. 61–69, 2020.

S. JEGANMOHAN, B. SUGOZU, Usage of powder pinus brutia cone and colemanite combination in brake friction composites as friction modifier, **Materials Today**, v. 27, p. 2072 – 2075, 2020.

S. PUJARI, S. SRIKIRAN, Experimental investigations on wear properties of Palm kernel reinforced composites for brake pad applications. **Defense Technology**, v.15, p. 295 - 299, 2019.

S. VIVEK et al, Tribological and mechanical properties of biobased reinforcement in a friction composite material. **Revista Matéria**, v.25, n.03, 2020

V. MAHALE, J. BIJWE, S. SINHA, Influence of nano-potassium titanate particles on thep erformance of NAO brake-pads, **Wear** v.376 - 377, p. 727 – 737, 2017.

Z.H. WANG et al, Influence of slag weight fraction on mechanical, thermal and tribological properties of polymer based friction materials, **Materials and Desing**. V.90, p.76–83, 2016.

X. ZHAO et al, Interfacial characteristics between mineral fillers and phenolic resin in friction materials. **Materials Express** v.10, n.1, 2020.

Y. LIU et al, Evaluation of wear resistance of corn stalk fiber reinforced brake friction materials prepared by wet granulation, **Wear**, v.432–433, 2019.

Y. C. KIM et al, The effect of phenolic resin, potassium titanate, and CNSL on the tribological properties of brake friction materials, **Wear**, v. 264, p. 204–210, 2008.

ZHU et al, High temperature solid-lubricating materials: A review, **Tribology** International, v.133, p.206-223, 2019.