Eliel dos Santos Paes

**ULTRA BAIXO COEFICIENTE DE ATRITO NO DESLIZAMENTO DE
 $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$. EFEITOS DA FORÇA APLICADA, VELOCIDADE DE
DESLIZAMENTO E TEMPERATURA DO ENSAIO.**

São Paulo

2012

Eliel dos Santos Paes

**ULTRA BAIXO COEFICIENTE DE ATRITO NO DESLIZAMENTO DE
 $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$. EFEITOS DA FORÇA APLICADA, VELOCIDADE DE
DESLIZAMENTO E TEMPERATURA DO ENSAIO.**

Dissertação entregue à Escola
Politécnica da Universidade de São
Paulo para obtenção do título de
Mestre em Engenharia

São Paulo

2012

Eliel dos Santos Paes

**ULTRA BAIXO COEFICIENTE DE ATRITO NO DESLIZAMENTO DE
 $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$. EFEITOS DA FORÇA APLICADA, VELOCIDADE DE
DESLIZAMENTO E TEMPERATURA DO ENSAIO.**

Dissertação entregue à Escola
Politécnica da Universidade de São
Paulo para obtenção do título de
Mestre em Engenharia

Área de Concentração: Engenharia
Mecânica

Orientador: Prof. Dr. Amilton Sinatora

São Paulo

2012

Ficha catalográfica

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho à minha esposa Patrícia e à minha família que sempre me apoiaram em meus estudos, especialmente ao meu irmão Leandro (in memorian). E aos meus amigos que estiveram ao meu lado desde o início dessa longa jornada.

AGRADECIMENTOS

Agradeço:

Aos meus familiares e amigos que me ajudaram chegar onde cheguei.

Ao Professor Amilton Sinatora pela orientação e oportunidade de realizar este trabalho no LFS e pelo seu apoio em todos os momentos.

Aos professores Roberto Martins e Isabel Machado pelas sugestões relevantes dadas em meu trabalho.

Ao Dr. Vanderlei Ferreira pela ajuda na preparação das amostras e treinamento no tribômetro.

Ao meu amigo, Roberto Pereira Oliveira (BOB), que me ajudou em todas as etapas desse trabalho.

Aos técnicos do LFS pelo suporte que viabilizou a realização deste trabalho.

Resumo

Foram realizados ensaios tribológicos de deslizamento do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$, lubrificado com água, na configuração esfera contra disco, sendo a esfera de nitreto de silício e o disco de alumina para investigar a influência da velocidade de deslizamento, da carga aplicada e da temperatura no coeficiente de atrito. As esferas de nitreto de silício e os discos de alumina foram caracterizados determinando-se: densidades, dureza Vickers, módulo de elasticidade e tenacidade à fratura. Os ensaios foram realizados com rugosidade inicial nos discos de $\text{rms} = 352 \text{ nm}$. O regime de ultra baixo coeficiente de atrito (UBCA, $\mu < 0,01$) foi atingido após um período de running-in de, aproximadamente, uma hora e o coeficiente de atrito ficou na faixa de $\mu = 0,008$ a $\mu = 0,002$. Os resultados mostraram que este sistema deslizante tem características hidrodinâmicas, pois o coeficiente de atrito diminuiu com o aumento da velocidade de deslizamento. Uma variação suave da carga aplicada fez com que o coeficiente de atrito permanecesse no regime de UBCA, com a carga aplicada variando de 54 N até 94 N. Em temperaturas menores ou iguais a 11°C , o sistema não atingiu o regime de UBCA e o coeficiente de atrito final ficou da ordem de centésimos. Foi observado o fenômeno de UBCA em temperaturas de 30 e 40°C . No entanto, nestas temperaturas, a baixa viscosidade da água não deveria permitir que o sistema atingisse o regime de UBCA. A análise dos dados possibilitou inferir que, durante o regime de UBCA, o sistema desliza num regime de lubrificação mista, sendo lubrificação hidrodinâmica, devido ao filme de água, somada a lubrificação limite, devido às camadas hidratadas formadas nas superfícies das cerâmicas. Os resultados mostraram que a temperatura influencia no desgaste das cerâmicas. A determinação do volume desgastado possibilitou observar que durante os ensaios a alumina sofre menos desgaste que o nitreto de silício e que o desgaste de ambas cerâmicas aumenta com o aumento da temperatura.

Palavras-chave: Ultra baixo coeficiente de atrito. Cerâmica. Lubrificação com água. Alumina. Nitreto de silício. Desgaste.

Abstract

Tribological tests were conducted in a ball on disk setup, using water as lubricant. A silicon nitride ball and alumina disk were used. The tests were conducted to investigate the effects of sliding speed, applied load and temperature on friction coefficient. The silicon nitride balls and alumina disks were characterized by determining density, Vickers hardness, elastic modulus and fracture toughness. The tests were conducted with initial roughness on the disk surface of 352 nm. The ultra low friction coefficient regime (ULFC, $\mu < 0.01$) was reached after a running-in period of approximately one hour and the friction coefficient remains in the range of $\mu = 0.008$ to $\mu = 0.002$ during this steady state regime. The results showed that this sliding system has hydrodynamic characteristics, because the friction coefficient decreased with increasing of the sliding speed. With an smooth variation of the applied load the system remained in the ULFC regime, when the applied load varied from 54 N up to 94 N. At temperatures below or equal to 11°C the system did not reach the ULFC regime and the final friction coefficient was the order of hundredths. We observed the ULFC phenomenon at temperatures of 30 and 40°C. However, at these temperatures, the water viscosity is low and should not allow the system to reach the ULFC regime. The data analysis allowed infer that during the ULFC regime the system slides with a mixed lubrication regime, hydrodynamic plus boundary, the first due to water film and the second due to the hydrated layer formed on the ceramics surfaces. The results showed the influences of temperature in the wear of ceramics. The results of the worn volume allowed to observe that during the tests alumina suffers less wear than the silicon nitride, and the ceramics wear increases with increasing temperature.

Keywords: Ultra low friction coefficient. Ceramics. Water lubrication. Alumina. Silicon nitride. Wear.

Lista de figuras

Figura 1: Densidade da água pura em função da temperatura (esquerda) e em função da pressão (direita).....	28
Figura 2: Viscosidade da água pura em função da temperatura (esquerda) e em função da pressão (direita).....	28
Figura 3: Célula unitária do α - Si_3N_4 (XU e CHING, 1995)	31
Figura 4: Contatos de uma superfície rugosa com um plano perfeitamente liso (GREENWOOD e WILLIAMSON, 1966).....	33
Figura 5: Exemplo simplificado da força de atrito, onde F é a força necessária para a ocorrência do movimento, F_{at} é a força que se opõe ao movimento e L é a carga aplicada durante o movimento.....	36
Figura 6: Representação das velocidades u de deslocamento das camadas do fluido (STACHOWIACK, 1999).....	38
Figura 7: Demonstração da pressão gerada sobre o fluido presente entre duas superfícies não paralelas com movimento relativo (STACHOWIACK, 1999).....	42
Figura 8: Coeficiente de atrito como função da velocidade para diferentes pressões e temperaturas, construído com os dados publicados por Thurston (WOYDT, WÄSCHE, 2010).....	43
Figura 9: Máquina para ensaios de lubrificação com óleos (Ölprobirmaschine) de Martens, 1887 (WOYDT, WÄSCHE, 2010)	44
Figura 10: Curva de Stribeck típica obtida por Martens (WOYDT, WÄSCHE,	

2010).....	44
Figura 11: Coeficiente de atrito como função das revoluções por minutos para diferentes cargas (WOYDT, WÄSCHE, 2010).....	45
Figura 12: Curva de Stribeck (Adaptado de (WOYDT, WÄSCHE, 2010) com informação do parâmetro λ (HUTCHINGS, 1992).....	46
Figura 13: Tipos de trincas induzidas pelo atrito (KATO, 1990).....	47
Figura 14: Concentração de Si e SiO ₂ na água em função do tempo em diferentes temperaturas (LAARZ et al, 2000).....	49
Figura 15: Coeficiente de atrito de cerâmicas no deslizamento lubrificado com água nos trabalhos de Anderson (a) e Rani et al (b)	50
Figura 16: Coeficiente de atrito no deslizamento lubrificado com água do nitreto de silício contra ele mesmo no trabalho de Xu e Kato (2000).....	52
Figura 17: Partícula de sílica com superfície carregada (XU e KATO, 2000).	52
Figura 18: Polarização elétrica na superfície do nitreto de silício (XU e KATO, 2000).....	53
Figura 19: Modelo do filme lubrificante proposto por Xu e Kato.....	53
Figura 20: Modelo de modificação das superfícies dos sólidos deslizantes proposto por Ferreira.....	54
Figura 21: Impressão Vickers típica.....	59
Figura 22: Curva típica obtida no ensaio de microdureza na determinação do módulo de elasticidade.....	60

Figura 23: Representação do batimento, h_2-h_1 , no disco após a montagem no tribômetro.....	62
Figura 24: Discos de alumina fixados nos suportes metálicos antes do processo de retificação.....	62
Figura 25: Marcas longitudinais na superfície do disco devido ao processo de retificação.	63
Figura 26: Superfície do disco após polimento com suspensão de diamante.	63
Figura 27: Esfera de nitreto de silício e porta esfera utilizados nos ensaios tribológicos.	65
Figura 28: Detalhes do disco e do suporte do disco utilizados nos ensaios tribológicos.....	65
Figura 29: Local de fixação do disco no tribômetro.....	65
Figura 30: Aparato experimental utilizado nos ensaios em temperatura ambiente.....	66
Figura 31: Detalhes do aparato experimental utilizado nos ensaios em temperatura ambiente.....	67
Figura 32: Variação na velocidade de deslizamento.	69
Figura 33: Pesos mortos de aço utilizados para o aumento da carga durante o deslizamento.....	70
Figura 34: Sequência de aumento da carga aplicada com peso morto de aço durante o deslizamento.....	70

Figura 35: Peso morto de esferas de chumbo para um aumento suave da carga aplicada durante o deslizamento.	71
Figura 36: Aparato experimental utilizado nos ensaios com temperatura controlada.....	72
Figura 37: Detalhes do aparato experimental utilizado nos ensaios com temperatura controlada.....	72
Figura 38: Interface do software SUMMITS.....	73
Figura 39: Exemplo de imagem usada para a determinação do volume desgastado nos discos.....	75
Figura 40: Deslizamento do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado com água com batimento de $h_2 - h_1 = 39 \mu\text{m}$	80
Figura 41: Deslizamento do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado com água com aumento da carga durante o regime de UBCA e com batimento de $h_2 - h_1 = 25 \mu\text{m}$	80
Figura 42: Ensaio reiniciado após o sistema atingir o regime de UBCA.....	81
Figura 43: Variação da velocidade de deslizamento após o regime de UBCA ter sido atingido.....	82
Figura 44: Deslizamento do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado com água com batimento de $h_2 - h_1 = 59 \mu\text{m}$	83
Figura 45: Deslizamento do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado com água com batimento de $h_2 - h_1 = 55 \text{ mm}$	83
Figura 46: Deslizamento do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado com água. Ensaio	

em que o regime de UBCA não foi atingido e ensaios com tempo de running-in curto.....	84
Figura 47: Ensaios padrão do deslizamento lubrificado com água do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$	85
Figura 48: Ensaios padrão do deslizamento lubrificado com água do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ separando as várias etapas do ensaio.	86
Figura 49: Resultados do coeficiente de atrito no deslizamento do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado com água, (a) resultados deste trabalho (figura 47) e (b) resultados de Ferreira.....	88
Figura 50: Coeficiente de atrito com variação da velocidade de deslizamento lubrificado com água do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$	90
Figura 51: Curva de Stribeck do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$	91
Figura 52: Variação da carga aplicada com adição de peso morto (discos de aço) no deslizamento lubrificado com água do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ durante o regime de UBCA.....	96
Figura 53: Variação da carga aplicada com adição de peso morto (esferas de chumbo) no deslizamento lubrificado com água do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ durante o regime de UBCA.....	96
Figura 54: Variação da carga aplicada com adição de peso morto (esferas de chumbo) no deslizamento lubrificado com água do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$, durante o regime de UBCA, até o rompimento do filme lubrificante.....	97
Figura 55: Efeitos da carga aplicada no coeficiente de atrito do par	

Si ₃ N ₄ - Al ₂ O ₃ durante o regime de UBCA.....	98
Figura 56: Ensaios padrão a temperatura de aproximadamente 3°C.....	99
Figura 57: Ensaios padrão a temperatura de aproximadamente 11°C.....	99
Figura 58: Ensaios padrão a temperatura de aproximadamente 21°C.....	100
Figura 59: Ensaios padrão a temperatura de aproximadamente 30°C.....	101
Figura 60: Ensaios padrão a temperatura de aproximadamente 40°C.....	101
Figura 61: Ensaios padrão a temperatura de aproximadamente 50°C.....	102
Figura 62: Superfície do disco de Al ₂ O ₃ antes de ser ensaiada com seu respectivo perfil de rugosidade.....	103
Figura 63: Trilha desgastada no disco, com seus respectivos perfis de rugosidade, no ensaio de padrão realizado a temperatura ambiente.....	104
Figura 64: Superfície plana desgastada na esfera com seu respectivo perfil de rugosidade no ensaio padrão realizado em temperatura ambiente.....	105
Figura 65: Desgaste das cerâmicas por fratura frágil em condições de elevadas cargas e elevadas velocidades (STACHOWIAK, 1999).....	106
Figura 66: Modelo de deslizamento do par Si ₃ N ₄ -Al ₂ O ₃	107
Figura 67: Trilha desgastada no disco, com seus respectivos perfis de rugosidade, após os ensaios de variação de velocidade no regime de UBCA.	108
Figura 68: Superfície plana formada na esfera com seu respectivo perfil de rugosidade após os ensaios de variação de velocidade no regime de UBCA.	108

Figura 69: Trilha desgastada no disco, com seus respectivos perfis de rugosidade, após os ensaios de variação da carga aplicada com pesos mortos no regime de UBCA.....	110
Figura 70: Superfície plana formada na esfera com seu respectivo perfil de rugosidade após os ensaios de variação da carga aplicada no regime de UBCA.....	111
Figura 71: Trilha desgastada no disco, com seus respectivos perfis de rugosidade, após os ensaios de variação da carga aplicada empregando-se esferas de chumbo no regime de UBCA.....	111
Figura 72: Superfície plana formada na esfera com seu respectivo perfil de rugosidade após o ensaio de variação da carga aplicada no regime de UBCA.....	112
Figura 73: Trincas presentes na superfície do disco após ensaios com variação de carga em que houve o rompimento do filme lubrificante.....	113
Figura 74: Trilha desgastada no disco, com seus respectivos perfis de rugosidade, no ensaio padrão realizado a temperatura de 3°C.....	114
Figura 75: Superfície plana formada na esfera com seu respectivo perfil de rugosidade no ensaio padrão realizado a temperatura de 3°C.....	115
Figura 76: Trilha desgastada no disco, com seus respectivos perfis de rugosidade, no ensaio padrão realizado a temperatura de 11°C.....	115
Figura 77: Superfície plana formada na esfera com seu respectivo perfil de rugosidade no ensaio padrão realizado a temperatura de 11°C.....	116

Figura 78: Trilha desgastada no disco, com seus respectivos perfis de rugosidade, no ensaio padrão realizado a temperatura de 21°C.....	117
Figura 79: Superfície plana formada na esfera com seu respectivo perfil de rugosidade no ensaio padrão realizado a temperatura de 21°C.....	118
Figura 80: Trilha desgastada no disco, com seus respectivos perfis de rugosidade, no ensaio padrão realizado a temperatura de 30°C.....	119
Figura 81: Superfície plana formada na esfera com seu respectivo perfil de rugosidade no ensaio padrão realizado a temperatura de 30°C.....	119
Figura 82: Trilha desgastada no disco, com seus respectivos perfis de rugosidade, no ensaio de padrão realizado a temperatura de 40°C.....	120
Figura 83: Superfície plana formada na esfera com seu respectivo perfil de rugosidade no ensaio padrão realizado a temperatura de 40°C.....	120
Figura 84: Trilha desgastada no disco, com seus respectivos perfis de rugosidade, no ensaio de padrão realizado a temperatura de 50°C.....	122
Figura 85: Superfície plana formada na esfera com seu respectivo perfil de rugosidade no ensaio padrão realizado a temperatura de 50°C.....	122
Figura 86: Taxa de desgaste da esfera de Si_3N_4 em função da temperatura nos ensaios padrão com temperaturas fixas.....	127
Figura 87: Demonstração da remoção da camada de óxido durante o deslizamento (Adaptado de STACHOWIACK , 1999).....	127
Figura 88: Taxa de desgaste do disco de Al_2O_3 em função da temperatura nos ensaios padrão com temperaturas fixas.....	129

Figura 89: Taxa de desgaste das duas cerâmicas em escala $\log_{10}$ em função da temperatura nos ensaios padrão com temperaturas fixas.....129

Figura 90: Variação da pressão nos ensaios de variação da carga aplicada.
.....132

Lista de Símbolos

D_E	Diâmetro das esferas
m_E	Massa das esferas
V_E	Perda volumétrica na esfera
ρ_{geo}	Densidade geométrica
ρ_{Arq}	Densidade de Arquimedes
ρ_{H_2O}	Densidade da água
D_D	Diâmetro externo do disco
d_D	Diâmetro do furo do disco
m_D	Massa do disco
m_s	Massa seca
m_i	Massa imersa
HV	Dureza Vickers
d	Diagonal média da impressão Vickers
P	Força aplicada no ensaio de dureza
c	comprimento da trinca na impressão Vickers
A	Área da impressão Vickers
E	Módulo de elasticidade reduzido
E_1	Módulo de elasticidade do material 1
E_2	Módulo de elasticidade do material 2
S	Rigidez do sistema do sistema de medidas de dureza
h_{max}	Penetração máxima do penetrador nas medidas de dureza
E_r	Módulo de elasticidade do sistema de medidas de dureza
ν	Coefficiente de Poisson do material
ν_p	coeficiente de Poisson do penetrador
E_p	Módulo de elasticidade do penetrador

K_{IC}	Tenacidade a fratura
h_2-h_1	Batimento no disco após a montagem no tribômetro
a	aceleração
v	velocidade de deslizamento
L	Carga aplicada nos ensaios
T	Temperatura da água
ϕ	Diâmetro da superfície plana formada na esfera
A_c	Área da superfície plana formada na esfera
r	Raio da esfera
V_D	Perda volumétrica no disco
R	Raio da trilha de desgaste
A_T	Área da secção transversal da trilha de desgaste
μ	coeficiente de atrito
η	viscosidade do fluido
h_o	Espessura do filme lubrificante
A_{ac}	Área aparente de contato
P_{ac}	Pressão aparente de contato
h	Altura desgastada na esfera em relação ao raio
d_z	Distância do plano de referência ao plano real no trabalho de G&W
$\Phi(z)$	Distribuição das alturas das asperezas
z	Altura média das asperezas
β	Raio das asperezas
η	Densidade superficial de asperezas
S	Área da superfície rugosa
σ	Desvio padrão das alturas das asperezas
$F_n(h)$	Função integrável na teoria de G&W

Ψ	Índice de plasticidade
P_H	Pressão hertziana
a	Raio do círculo n contato hertziano
A	Área de contato hertziano
F	Força que mantém o corpo em movimento
F_{at}	Força de atrito
$\vec{u}$	Velocidade de deslocamento das camadas de um fluido
P_h	Pressão hidrostática
h	Distância entre as superfícies na entrada do fluido
h_o	Distância entre as superfícies na saída do fluido
$\bar{h}$	Espessura do filme lubrificante onde a variação da pressão é nula
U	Velocidade d deslizamento na equação de Reynolds
K	Parâmetro da solução da equação de Reynolds
λ	Parâmetro utilizado na curva de Stribeck
$\bar{\sigma}$	Rugosidade reduzida das superfícies
R_q	Rugosidade rms de uma superfície
P_{ac}	Pressão aparente de contato
A_{ac}	Área aparente de contato

Sumário

1. INTRODUÇÃO.....	25
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	27
2.1 Água.....	27
2.2 Óxido de alumínio (alumina).....	29
2.2.1 Sinterização da alumina.....	30
2.3 Nitreto de silício.....	30
2.3.1 Sinterização do nitreto de silício.....	32
2.4 Tribologia	32
2.4.1 Contato entre duas superfícies.....	33
2.4.2 Atrito.....	36
2.4.2.1 Coeficiente de atrito.....	36
2.4.3 Lubrificação.....	38
2.4.3.1 Viscosidade.....	38
2.4.3.2 Relação entre a viscosidade e temperatura de um fluido....	39
2.4.3.3 Relação entre a viscosidade e pressão aplicada em um fluido	
.....	40
2.4.3.4 Lubrificação limite.....	40
2.4.3.5 Lubrificação elastohidrodinâmica.....	41
2.4.3.6 Lubrificação hidrodinâmica.....	41
2.4.3.7 Curva de Stribeck.....	43

2.4.4 Atrito e desgaste entre cerâmicas.....	46
2.4.4.1 Interação da alumina e do nitreto de silício com a água.....	49
2.4.5 Ultra baixo coeficiente de atrito entre cerâmicas.....	50
3. OBJETIVO.....	55
4. MATERIAIS E MÉTODOS.....	56
4.1 Materiais.....	56
4.2 Caracterizações das amostras.....	56
4.2.1 Determinação das densidades dos materiais.....	57
4.2.1.1 Método geométrico.....	57
4.2.1.2 Método de Arquimedes.....	57
4.2.2 Determinação das propriedades mecânicas.....	58
4.2.2.1 Determinação da dureza Vickers (HV).....	58
4.2.2.2 Determinação do módulo de elasticidade (E).....	59
4.2.2.3 Determinação da tenacidade à fratura (KIC).....	61
4.3 Preparações das amostras para os ensaios.....	61
4.4 Ensaio tribológico.....	64
4.4.1 Descrição do ensaio.....	66
4.4.2 Ensaio preliminares.....	67
4.4.3 Tomada de dados.....	68
4.4.3.1 Variação na velocidade de deslizamento.....	68
4.4.3.2 Variação na carga aplicada.....	69
4.4.3.3 Variação na temperatura da água.....	71

4.5 Caracterização das amostras após os ensaios.....	72
4.5.1 Determinação dos perfis de rugosidade.....	73
4.5.1.1 Análise da superfície empregando-se o perfil de rugosidade	73
4.5.2 Determinação dos diâmetros das superfícies planas formadas nas esferas	74
4.5.3 Determinação do volume desgastado nas amostras.....	74
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	76
5.1 Determinação das densidades dos materiais.....	76
5.2 Determinação das propriedades mecânicas.....	77
5.2.1 Determinação da dureza Vickers (HV).....	77
5.2.2 Determinação do módulo de elasticidade (E).....	78
5.2.2 Determinação da tenacidade à fratura (KIC).....	78
5.3 Resultados dos ensaios tribológicos.....	79
5.3.1 Ensaios preliminares.....	79
5.3.2 Ensaios padrão.....	84
5.3.3 Coeficiente de atrito com variação da velocidade de deslizamento.....	89
5.3.4 Coeficiente de atrito com variação da carga aplicada.....	94
5.3.5 Ensaios padrão com temperatura controlada.....	98
5.3.6 Caracterização das superfícies ensaiadas.....	102
5.3.6.1 Superfície do disco antes do ensaio.....	103

5.3.6.2 Ensaio padrão.....	104
5.3.6.3 Ensaio com variação na velocidade de deslizamento.....	107
5.3.6.4 Ensaio com variação da carga aplicada	109
5.3.6.5 Ensaio de running-in em temperaturas fixas.....	113
5.4 Taxa desgaste das cerâmicas em função da temperatura.....	126
5.5 Área de contato e pressão aparente de contato.....	131
6. CONCLUSÕES.....	135
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	138
8. TRABALHOS FUTUROS.....	143

1. INTRODUÇÃO

A descoberta de materiais cerâmicos sintéticos de alto desempenho, como alumina, nitreto de silício, carbetto de silício, zircônia estabilizada com ítrio, entre outros, possibilitou aplicações nas mais diversas áreas, como aeroespacial, eletrônica, nuclear, próteses humanas e muitas outras que passaram a exigir materiais com qualidades excepcionalmente elevadas. Esses materiais são desenvolvidos a partir de matérias-primas sintéticas de alta pureza e por meio de processos de alta tecnologia e rigorosamente controlados. Estes materiais apresentam dureza $HV > 15 \text{ GPa}$ e tenacidade a fratura $K_{IC} > 4 \text{ Mpam}^{1/2}$ (KATO, ADACHI, 2002)

Esses materiais, atualmente, ainda são excelentes candidatos a aplicações na indústria devido a alta resistência ao desgaste, inércia química e por manter suas propriedades mecânicas em altas temperaturas (ZANOTO, MIGLIORE, 1991). Há também expectativas que esses materiais possam ser usados como novas peças funcionais em muitos componentes tribológicos, tais como: componentes de válvulas, motores, selos mecânicos, rolamentos, turbinas a gás e ferramentas de corte (JENG, YAN, 1993).

O comportamento tribológico dos materiais cerâmicos tem sido estudado por diversos autores. Os resultados tem mostrado grandes vantagens no uso de cerâmicas em componentes tribológicos. O coeficiente de atrito das cerâmicas, no deslizamento a seco, varia de $\mu = 1$ a $\mu = 0,2$, e essa variação depende da carga aplicada, velocidade de deslizamento, rugosidade das superfícies deslizantes e atmosfera (HUTCHINGS, 1992; FERREIRA, 2001).

A lubrificação com água trás ainda uma questão importante, a de não agredir o meio ambiente, já que a água está presente nele e não o afeta. Já os lubrificantes sintéticos contem óleos base nos quais aditivos são misturados para atingir um melhor desempenho dos componentes tribológicos. Compostos aditivos nos lubrificantes são conhecidos por serem altamente tóxicos para determinados organismos aquáticos (DRZYZGA, 2003).

Em condições de deslizamento lubrificado com água Tomizawa e Fischer

(1987) mostraram que o coeficiente de atrito de materiais cerâmicos pode diminuir até 100 vezes quando comparado ao coeficiente de atrito no deslizamento a seco, apresentando valores na faixa de $\mu = 0,1$ a $\mu = 0,002$. Estes valores foram obtidos em ensaios de deslizamento do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Si}_3\text{N}_4$. Os valores de coeficiente de atrito dependem das condições de deslizamento e do par cerâmico ensaiado.

Os baixos valores do coeficiente de atrito tem sido atribuído por alguns autores a formação de uma superfície muito polida obtida após um período de deslizamento onde ocorre o desgaste das superfícies deslizantes, possibilitando a lubrificação hidrodinâmica por um filme de água (CHEN, KATO, ADACHI, 2001; TOMIZAWA, FISCHER, 1987; RANI **et al**, 2004; JORDI **et al**, 2004). Há, também, hipóteses de que durante o regime de coeficiente de atrito da ordem de milésimos o sistema esteja sob um regime de lubrificação mista, pois entre as superfícies deslizantes haveria além da água uma camada rica em sílica, adsorvida nas superfícies, que possibilita a lubrificação limite (GATES, HSU 2004; XU, KATO; 2000, RANI **et al** 2004).

Ferreira (2008) verificou que esse mesmos mecanismos poderiam possibilitar o regime de UBCA no par dissimilar $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$, pois a sílica, também, ficaria adsorvida na superfície da alumina e os mesmos mecanismos de lubrificação teriam permitido que o coeficiente de atrito para esse par dissimilar apresentasse valores na faixa de $\mu = 0,002$ a $\mu = 0,004$.

Esses resultados podem trazer uma revolução em sistemas deslizantes, como em motores e outros locais onde é necessário o uso de mancais. O uso das cerâmicas, sobretudo a alumina, que é uma cerâmica relativamente barata e difundida, seria de grande interesse nas mais diversas áreas. Obter sistemas com essa cerâmica, onde o regime permanente de coeficiente de atrito seja da ordem de milésimo, possibilitaria uma grande redução na perda de energia e interrupção do funcionamento de máquinas para manutenção.

Este trabalho apresenta os estudos da velocidade de deslizamento, carga aplicada e da temperatura da água sobre o coeficiente de atrito no deslizamento do par dissimilar $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado com água.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Água

A água é o único líquido inorgânico que ocorre naturalmente na natureza e é também o único composto químico natural que é encontrado nos estados sólido, líquido e gasoso. A água pura é um líquido insípido, incolor e inodoro contendo moléculas de H_2O e íons H_3O^+ e OH^- . Esta forma de água não é encontrada na natureza, devido ao fato de a maioria dos compostos químicos serem parcial ou totalmente solúveis em água. A água além de ser um bem natural e essencial para a vida no planeta, devido suas características, tem atraído a atenção de cientistas, pesquisadores e tecnólogos no sentido de melhor conhecer e aproveitar esse que é o mais importante bem natural da humanidade. Considerando toda água presente no planeta Terra 97,4% é salgada e apenas 2,6% é doce (ALDO, BRAGA, TUNDISI, 2003).

A água pura é composta por um átomo de oxigênio e dois átomos de hidrogênio formando uma molécula polar onde as ligações entre os átomos são do tipo covalentes. As ligações entre moléculas que formam a água no estado líquido é do tipo ponte de hidrogênio devido a polarização elétrica existente nas moléculas de água. As propriedades termodinâmicas da água são amplamente estudadas e em 1995 a “Associação Internacional para as Propriedades da Água e Vapor” criou uma formulação chamada “Formulação IAPWS 1995 para Propriedades Termodinâmicas da Água para Uso Geral Ordinário e Científico”. Essa formulação foi construída baseada em um seletor conjunto de dados experimentais e permitiu a criação de modelos matemáticos que determinam as propriedades da água (WAGNER, PRUß, 2002). As propriedades da água na fase líquida são apresentadas nas figuras 1, 2 e 3 abaixo construídas a partir dos dados calculados pelo modelo matemático citado acima. Nos gráficos das propriedades da água em função da temperatura, a pressão foi fixada em 1 atm. Nos gráficos, onde as propriedades da água foram apresentadas em função da pressão, a temperatura foi fixada em 25°C.

Figura 1: Densidade da água pura em função da temperatura (esquerda) e em função da pressão (direita).

A variação da densidade da água com a temperatura é pequena durante a fase líquida, variando apenas cerca de 4% na faixa de temperatura de 0 a 100°C. A densidade da água varia cerca de 14% quando a pressão varia na faixa de 0 a 500 MPa.

Figura 2: Viscosidade da água pura em função da temperatura (esquerda) e em função da pressão (direita).

A viscosidade da água líquida varia mais para a faixa de temperatura de 0 a 50°C, onde uma variação de temperatura de 20°C pode causar uma variação de 60% na viscosidade da água. Após 50°C a variação torna-se menos expressiva mas ainda não é desprezível. Quanto a variação da viscosidade da água com a variação do pressão ocorre um pequeno aumento da viscosidade da água quando a pressão é aumentada. Variando a pressão de 0 a 500 MPa a viscosidade varia de 0,89 mPas para 1,13 mPas, ou seja, não corre uma variação muito expressiva na viscosidade da água visto que houve uma grande variação na pressão. Isso mostra a propriedade de que é água é quase incompressível.

Dentre as várias aplicações da água estão: geração de energia elétrica, uso como solvente, lavagem de gás, veículo de suspensão de matéria sólida, matéria prima na produção de ácidos sulfúrico, nítrico e clorídrico e inúmeras reações de hidrólise e hidratação. Nas últimas décadas, tem ocorrido estudos das possibilidades do uso da água como lubrificante. Essa aplicação traria o benefício da redução do uso de lubrificantes derivados do petróleo que são agentes nocivos ao meio ambiente. Como a água não é encontrada em sua forma pura na natureza algumas aplicações exigem processos de purificação como destilação e deionização.

2.2 Óxido de alumínio (alumina)

A alumina, ou óxido de alumínio, é uma cerâmica avançada e tem fórmula química Al_2O_3 . A α -alumina ou, $\alpha-Al_2O_3$, é seu estado mais estável. No estado monocristalino é chamada de safira. É classificada com um sólido iônico, pois tem 67% de caráter iônico em suas ligações químicas. A α -alumina por apresentar alta dureza, inércia química, alta refratariedade, e manter as propriedades mecânicas em altas temperaturas é bastante aplicada em meios de moagem, isolamento térmico e em sistemas tribológicos.

A obtenção da α -alumina se dá principalmente por meio da calcinação de hidróxidos e tri-hidróxidos de alumínio contidos em minerais como gibsita, boemita, bayerita e diásporo. Na calcinação do hidróxido de alumínio, a $1100^\circ C$, verifica-se uma perda de massa de 36,2%, atribuída a perda de água proveniente da desidroxilação do hidróxido de alumínio (ALVES, 2005).

Sua célula unitária é denominada corundum e tem estrutura romboédrica ou trigonal. Por ter apenas dois sistemas de escorregamento, um no plano basal e outro no plano prismático, a alumina apresenta inerente fragilidade (FERREIRA, 2008).

2.2.1 Sinterização da alumina

A sinterização é um método utilizado para obtenção de materiais sólidos de altas densidades. É um tratamento térmico em elevadas temperaturas de pós compactados. A temperatura utilizada na sinterização deve ser menor que a de fusão do material sinterizado. Muitas pesquisas tem concentrado forças em obter sólidos de alumina de alta densidade, baixa porosidade e microestrutura homogênea. Estas pesquisas levaram ao desenvolvimento de pós de alta pureza e novos métodos de sinterização. Um dos métodos de sinterização mais consagrado é a adição de MgO. A adição do MgO pode aumentar até três vezes a taxa de densificação da α -alumina, por meio do aumento do coeficiente de difusão, responsável pela densificação. Outro efeito do MgO é o aumento da taxa de crescimento de grão por um fator 2,5 indicado por meio do aumento da difusão na superfície durante a sinterização quando os poros estão presentes. A presença do MgO durante a sinterização inibe a separação poro - contorno de grão e o crescimento anormal dos grãos (COSTA, 2005).

2.3 Nitreto de silício

O nitreto de silício, cujo fórmula química é Si_3N_4 , é uma cerâmica covalente, pois tem 70% de caráter covalente em suas ligações químicas. O nitreto de silício possui duas fases cristalinas estáveis, ambas com estrutura cristalinas hexagonais, o α - Si_3N_4 com simetria trigonal e o β - Si_3N_4 com simetria hexagonal. Os dois tipos de nitreto de silício tem diferenças no número de átomos em suas células unitárias, sendo 28 para fase alfa e 14 para fase beta (MESQUITA, 2009).

O uso do nitreto de silício teve início na década de 50 do século passado e com sua utilização ampliada na década de 80, quando se teve melhor conhecimento das propriedades de formação, microestrutura e processos de produção. Hoje, com um processo de fabricação industrial e devido a suas

propriedades mecânicas e térmicas, a aplicação do nitreto de silício ocorre de forma mais difundida em ferramentas de corte, selos mecânicos, etc (FERREIRA, 2008).

O método mais comum de obtenção do pó de nitreto de silício é a nitretação direta do silício metálico como segue nas reações abaixo.

Outra maneira é a reação do tetra cloreto de silício com amônia resultando na diimida $Si(NH)_2$, que em seguida passa por uma pirólise gerando nitreto de silício e amônia.

Ambos os processos resultam na formação de 100% de fase cristalina, sendo 95% da fase alfa no caso da nitretação e 86% da fase alfa pelo processo de pirólise da diimida (MESQUITA, 2009). Abaixo é apresentada a célula unitária do nitreto do α - Si_3N_4 .

Figura 3: Célula unitária do α - Si_3N_4 (XU e CHING, 1995)

2.3.1 Sinterização do nitreto de silício

O nitreto de silício tem caráter predominantemente covalente em suas ligações químicas, nele ocorre difusão atômica lenta do nitrogênio à temperatura de 1400°C, um mecanismo necessário para a densificação. São usados métodos alternativos de sinterização, como a sinterização via fase líquida sob atmosfera de nitrogênio. Neste processo um aditivo de sinterização é adicionado ao pó; este aditivo reage com a sílica presente na superfície das partículas de nitreto de silício formando uma fase líquida em temperaturas entre 1100°C e 1500°C, dependendo do tipo de mistura e aditivos utilizados (MESQUITA, 2009). Esta fase líquida facilita o rearranjo das partículas de α -Si₃N₄. Nas regiões de maior proximidade das partículas ocorre a solubilização dos átomos Si e N. Quando a solubilidade é saturada ocorre a re-precipitação do β -Si₃N₄ que é termodinamicamente mais estável (FERREIRA, 2008). O terceiro estágio de sinterização ocorre com a coalescência que é caracterizada pelo crescimento de grão da fase β de maneira a minimizar a energia de superfície. Partículas menores se dissolvem em benefício das maiores que começam a crescer. Entretanto, este crescimento pode prejudicar a razão de aspecto do material que é a razão entre o comprimento e o diâmetro dos grãos. A densidade final é consequência de todas estas etapas (MESQUITA, 2009).

2.4 Tribologia

A tribologia é a área da ciência que estuda os fenômenos de atrito, lubrificação e desgaste. A origem da palavra tribologia vem do Grego: *tribos* (roçar/esfregar) + *logos* (estudo). É um novo campo da ciência que foi definido em 1967 por um comitê da Organização para a Cooperação e Desenvolvimento Econômico (STACHOWIACK, 1999).

O desgaste é uma das principais razões de falhas e manutenções de equipamentos. O atrito é a principal causa do desgaste e dissipação de energia. A redução do atrito pode gerar consideráveis diminuições na perda de componentes mecânicos, manutenções e perdas de energia. A maioria das causas de manutenção

em máquinas ocorre em partes onde há movimento relativo de duas superfícies como engrenagens, rolamentos, acoplamentos, vedações, câmaras, embreagens, etc. A lubrificação pode diminuir o atrito e, conseqüentemente, o desgaste. Ou seja, considerando o tripé em que se apoia a tribologia é conclusivo que tanto os problemas, atrito e desgaste, quanto a solução, lubrificação, são questões de natureza tribológica (STACHOWIACK, 1999).

2.4.1 Contato entre duas superfícies

O interesse em estudar o contato entre duas superfícies está diretamente ligado ao estudo do atrito e desgaste, pois durante o deslizamento de duas superfícies ocorrem vários contatos de suas asperezas.

Segundo Hutchings (1992), quando duas superfícies se aproximam suas asperezas entram em contato, e a medida que a carga sobre as superfícies aumenta o número de asperezas em contato também aumenta. Os contatos das asperezas formam uma área de contato menor que a área nominal das superfícies e são esses contatos que suportam a carga aplicada.

Greenwood e Williamson (G&W) (1966) fizeram um estudo teórico sobre como ocorrem as deformações das asperezas durante os contatos de uma superfície rugosa e um plano perfeitamente liso, como mostrado na figura abaixo. Eles consideraram uma superfície plana entrando em contato com uma superfície rugosa e adotaram um plano de referência para a superfície rugosa a uma certa distância d_z abaixo da altura da maior aspereza.

Figura 4: Contatos de uma superfície rugosa com um plano perfeitamente liso (GREENWOOD e WILLIAMSON, 1966).

Neste estudo, G&W introduziram quatro parâmetros os quais foram utilizados para estudar a deformação das asperezas devido aos contatos das superfícies. Os parâmetros β , z , σ e η representam respectivamente o raio médio

das asperezas, a altura média das asperezas, o desvio padrão das alturas das asperezas e a densidade de asperezas por unidade de área. Eles consideraram ainda que as asperezas são esféricas e todas tem o mesmo raio β , e que os contatos são Hertzianos, ou seja, todos os contatos são elásticos.

Greenwood e Williamson (1966) propuseram que a probabilidade de uma aspereza entrar em contato com a superfície plana depende da probabilidade dessa aspereza ter uma altura maior que a distância d_z de separação da superfície plana e o plano de referência da superfície áspera dada por:

$$Prob(z > d_z) = \int_d^{\infty} \Phi(z) dz \quad (5)$$

onde $\Phi(z)$ é a distribuição de altura das asperezas.

Após manipulação matemática, Greenwood e Williamson concluíram que a área real de contato é dada por:

$$A = \pi \beta \sigma \eta S F_1(h) \quad (6)$$

A pressão de contato é dada por:

$$P = \frac{4}{3} E \beta^{1/2} \eta S \sigma^{3/2} F_{3/2}(h) \quad (7)$$

$$F_n(h) = \int_h^{\infty} (s-h)^n \Phi^*(s) ds \quad (8)$$

$\Phi^*(s)$ é a distribuição de alturas das asperezas com escala de desvio padrão e

$h = \frac{d}{\sigma}$ e E é o módulo de elasticidade reduzido dos materiais das duas superfícies e é dado por:

$$\frac{1}{E} = \frac{1-\nu_1^2}{E_1} + \frac{1-\nu_2^2}{E_2} \quad (9)$$

E_1 e E_2 e ν_1 e ν_2 são os módulos de elasticidade e coeficiente de Poisson dos materiais 1 e 2, respectivamente.

Em condições experimentais a distribuição é gaussiana e a equação 8 pode ser integrada numericamente. Os resultados mostram que a área real de

contato é levemente não linearmente dependente da carga aplicada e é independente da área nominal de contato (HUTCHINGS, 1992).

Embora esta teoria não considere deformações plásticas, ela permite prever este comportamento. Nesta teoria, foi introduzido um índice de plasticidade dado por:

$$\Psi = \frac{E}{H} \sqrt{\frac{\sigma}{\beta}} \quad (10)$$

onde E é dado pela equação (9) e H é a dureza de endentação da superfície rugosa. A teoria diz que se $\Psi < 1$ ocorrerão contatos elásticos e se $\Psi > 1$ ocorrerão contatos plásticos (GREENWOOD, WILLIAMSON, 1966; HUTCHINGS, 1992).

Em suma, a teoria de Greenwood e Williamson diz que o contato entre os sólidos é controlado pelas propriedades mecânicas dos materiais, módulo de elasticidade e dureza e pelas propriedades topográficas, densidade superficial de asperezas, desvio padrão da altura das asperezas e seus raios médios.

Hutchings (1992) diz que num contato de uma asperza esférica contra um plano, se ocorrer contato puramente elástico a esfera sofrerá uma deformação de modo que ficará apoiada numa superfície circular de raio a .

$$a = \left(\frac{3Lr}{4E} \right)^{1/3} \quad (11)$$

onde L é a carga aplicada em Newtons, r é o raio da esfera e E é dado pela equação 9.

A pressão sobre a região de contato é dado por:

$$P_H = \frac{L}{A} \quad (12)$$

onde $A = \pi a^2$.

Esta pressão é máxima no centro do círculo e mínima na periferia.

2.4.2 Atrito

Quando dois corpos estão em movimento relativo, ou na iminência do movimento relativo, com suas superfícies em contato, a força que imprime uma resistência a esse movimento é chamada de força de atrito.

O contato entre os corpos ocorre geralmente em partes isoladas da área nominal de contato. São nessas regiões de contato que ocorrem forças entre os corpos que são responsáveis pelo atrito (HUTCHINGS, 1992).

Figura 5: Exemplo simplificado da força de atrito, onde F é a força necessária para a ocorrência do movimento, F_{at} é a força que se opõe ao movimento e L é a carga aplicada durante o movimento.

2.4.2.1 Coeficiente de atrito

O coeficiente de atrito é definido como a razão entre a força tangencial que se opõe ao movimento (F_{at}) e a força normal que atuam nos corpos durante o movimento (L) (HUTCHINGS, 1992).

$$\mu = \frac{F_{at}}{L} \quad (13)$$

O coeficiente de atrito é facilmente medido e existem muitas tabelas em livros e handbooks com valores do coeficiente de atrito para diversos materiais. No entanto, não é tão trivial o entendimento do significado do coeficiente de atrito. As tabelas apresentam dados com diferenças significantes nos valores do coeficiente

de atrito para um mesmo par de material. Isso ocorre por que existem muitos fatores que influenciam o coeficiente de atrito como: condições ambiente, rugosidade das superfícies tipo de lubrificantes utilizado e ainda fatores microscópicos como a orientação dos planos cristalográficos. Além disso, existem vários tipos de testes de atrito e a escolha do tipo de teste pode influenciar na determinação do coeficiente de atrito (BLAU, 2001).

As forças que causam atrito durante o deslramento ocorrem na região de contato das superfícies. Determinar onde e quais são exatamente estas forças é um grande desafio para a construção de modelos que levem a uma explicação do fenômeno do atrito. Existem argumentos baseados na geometria das superfícies, nas propriedades mecânicas dos materiais, em dinâmica de fluidos, em forças eletrostáticas entre os átomos das superfícies e compatibilidade química entre os materiais deslizantes. Todos estes argumentos abrem um leque muito grande de possibilidades para a explicação do fenômeno dificultando uma explicação universal para a resistência ao movimento causada pelo atrito. Ou seja, o coeficiente de atrito é um parâmetro importante e tem sido utilizado na melhoria de processos industriais e aplicadas por cientistas e engenheiros em projetos de máquinas e equipamentos diversos. Porém, seu entendimento ainda não está claro e pensadores de diversas áreas não chegaram ainda em uma explicação universal para este fenômeno. Deve-se portanto, tomar um certo cuidado com a análise deste parâmetro antes de aplicá-lo em algum projeto (BLAU, 2001).

O coeficiente de atrito é classificado como estático, na iminência do movimento, e cinético durante o movimento. Neste trabalho, será feito uso do coeficiente de atrito cinético para estudar o atrito no deslizamento lubrificado com água, de um sistema envolvendo as cerâmicas Si_3N_4 e Al_2O_3 . Para simplificar, a partir de agora, o coeficiente de atrito cinético será chamado apenas de coeficiente de atrito.

2.4.3 Lubrificação

Abaixo, são apresentados tópicos básicos de lubrificação. É feita uma classificação dos regimes de lubrificação e apresentada a curva de Stribeck, utilizada para avaliar o coeficiente de atrito em cada um dos regimes de lubrificação apresentados.

2.4.3.1 Viscosidade

Se duas placas estão separadas por uma camada de um fluido como na figura 6 abaixo, e a placa superior for submetida a uma força constante $\vec{F}$ de modo que ela seja deslocada com velocidade constante $\vec{u}$ a resistência viscosa do fluido é igual e contrária a $\vec{F}$.

Os experimentos mostram que um fluido real em contato com um sólido permanece em repouso em relação a superfície de contato, de modo que é arrastado juntamente com a superfície devido ao cisalhamento de suas camadas internas. Então, a velocidade no interior do fluido pode ser representada como na figura abaixo (NUSSENZVEIG, 1981).

Figura 6: Representação das velocidades u de deslocamento das camadas do fluido (STACHOWIACK, 1999).

A velocidade varia linearmente com a distância de separação das superfícies. O deslocamento das camadas de fluido é chamado de laminar, pois camadas ou laminas do fluido se deslocam com velocidades diferentes. Neste caso, a tensão tangencial, força por unidade de área, necessária para manter o deslocamento da placa superior com velocidade $\vec{u}$ é dada pela lei da viscosidade de Newton.

$$\frac{F}{A} = \eta \frac{dv}{dy} \quad (14)$$

Ou seja, a tensão é proporcional a taxa de variação espacial da velocidade. A constante de proporcionalidade η é chamada de viscosidade do fluido. A viscosidade é uma força volumétrica de atrito interno que surge no deslizamento de camadas fluidas, umas sobre as outras, dando origem a tensões tangenciais que dificultam o deslocamento da superfície superior (NUSSENZVEIG, 1981; HUTCHINGS, 1992).

No sistema MKS a viscosidade é dada em $\frac{Ns}{m^2}$ ou Pas.

A viscosidade apresentada acima é chamada na literatura de viscosidade dinâmica.

2.4.3.2 Relação entre a viscosidade e temperatura de um fluido

A viscosidade de um fluido é extremamente dependente da temperatura e diminui rapidamente com o aumento da temperatura. Em alguns casos a viscosidade diminui 80% quando a temperatura é aumentada 25°C. Do ponto de vista da engenharia é importante conhecer a viscosidade do fluido na temperatura de operação de um sistema para determinar a espessura do filme lubrificante (STACHOWIACK, 1999).

No caso da água a viscosidade também varia com a temperatura, como mostra a figura 2. Os dados foram obtidos no site do National Institute of Standards and Technology (NIST) via modelo matemático descrito por Wagner, Pruß, (2002).

2.4.3.3 Relação entre a viscosidade e pressão aplicada em um fluido

Segundo Hutchings (1992), a viscosidade de um fluido tem dependência com a pressão hidrostática dada por:

$$\eta = \eta_0 e^{\alpha P_h} \quad (15)$$

onde η_0 e α são constantes e P_h é a pressão hidrostática. A constante α é determinada empiricamente para óleos minerais e tem relação com η_0 dada por:

$$\alpha = (0,6 + 0,965 \log \eta_0) \cdot 10^8 \quad (16)$$

e é dada em m^2/N .

No caso da água com medidas realizadas a temperaturas de 30, 60 e 100°C, a constante α apresentou valor $\alpha = 0 m^2/N$ nas três temperaturas medidas, mostrando que a viscosidade da água não é alterada pela pressão hidrostática (STACHOWIACK, 1999). Esses resultados indicam que não há variação da viscosidade da água com a pressão, o que contradiz os dados apresentados pelo NIST, figura 2. Apesar de muito pequena, ocorre uma variação na viscosidade da água com o aumento a pressão (WAGNER, PRUB, 2002).

2.4.3.4 Lubrificação limite

Este regime de lubrificação é caracterizado por apresentar muitos contatos entre os sólidos deslizantes. Ocorre, geralmente, em condições de altas cargas e baixas velocidades de deslizamento, onde as condições hidrodinâmicas não são suficiente para gerar uma força que sustente a separação das superfícies. A lubrificação é feita por moléculas ou partículas que se aderem nas superfícies deslizantes fazendo com que, em alguns casos, a camada lubrificante tenha espessura da ordem do tamanho das moléculas. A força de atrito é menor que no caso do deslizamento a seco apesar de ocorrer desgaste das superfícies, mas esse desgaste é substancialmente menor que no caso de deslizamento sem lubrificação (HUTCHINGS, 1992).

2.4.3.5 Lubrificação elastohidrodinâmica

Segundo Stachowiack (1999), na lubrificação elastohidrodinâmica a deformação elástica dos corpos em contatos em conjunto com a pressão causam mudanças na viscosidade do lubrificante que desempenham um papel fundamental na lubrificação.

Segundo Hutchings (1992), neste regime os contatos são não conformes e não ocorrem tão severamente como no caso da lubrificação limite. Este regime é dominado por uma mistura de lubrificação limite nos pontos de contato com uma lubrificação hidrodinâmica causada pela fluido. Por isso, este regime às vezes é chamado de regime de lubrificação mista.

O regime de lubrificação elastohidrodinâmico é abreviado por EHL. Em contatos de corpos moles como borrachas, durante o deslizamento, embora a pressão não seja alta o suficiente para alterar a viscosidade do líquido, ocorrem apenas deformações elásticas e neste caso o regime de lubrificação é chamado de soft EHL para diferenciar do regime de lubrificação que ocorre no casos de corpos com altos módulos de elasticidade, como no caso de cerâmicas, onde o regime é chamado de hard EHL (HUTCHINGS, 1992).

2.4.3.6 Lubrificação hidrodinâmica

Em 1886, Osborne Reynolds publicou seu primeiro trabalho mostrando que um fluido viscoso pode separar duas superfícies deslizantes resultando em baixo atrito e, teoricamente, desgaste nulo. Esta separação das superfícies gerada pela presença de um fluido lubrificante dá origem ao regime de lubrificação hidrodinâmica (STACHOWIACK, 1999).

A separação entre as superfícies ocorre de modo que a carga aplicada é toda suportada pelo filme lubrificante devido a pressões e forças hidrodinâmicas internas que surgem no fluido devido ao movimento relativo das superfícies. Para que ocorra a lubrificação hidrodinâmica as superfícies devem ter um contato do tipo

conforme e um certo ângulo de inclinação uma em relação a outra com mostrado na figura abaixo (HUTCHINGS, 1992).

Figura 7: Demonstração da pressão gerada sobre o fluido presente entre duas superfícies não paralelas com movimento relativo (STACHOWIACK, 1999).

As superfícies são separadas pelo fluido lubrificante e a separação varia de h para h_0 . A pressão no fluido é máxima quando a separação é igual a $\bar{h}$. A determinação do valor de $\bar{h}$ é um dos muitos métodos utilizado para estimar a espessura do filme lubrificante (STACHOWIACK, 1999).

Com algumas simplificações a equação de Reynolds pode ser escrita como:

$$\frac{dp}{dx} = -6\eta U \left(\frac{h - \bar{h}}{h^3} \right) \quad (17)$$

Esta equação satisfaz a condição de que em $h = h_0$ ocorre $\frac{dp}{dx} = 0$.

Considerando a posição $x = 0$ em $h = h_0$ e $x = L_R$ em $h = h_1$ e utilizando essas condições de contorno a integração da equação de Reynolds resulta que a carga suportada pelo fluido é dada por:

$$w = 6\eta K U \left(\frac{L_R^2}{h_0^2} \right) \quad (18)$$

A máxima carga suportada pelo fluido ocorre quando $h_1 \simeq 2,2h_0$ e o valor

de K fica $K = 0,027$, onde $K = \frac{\ln(1-n)}{n^2} - \frac{2}{n(2+n)}$ e $n = \frac{h_1}{h_0} - 1$ (HUTCHINGS, 1992).

Os regimes de lubrificação descritos acima são representados na curva de Stribeck como será mostrado no próximo item.

2.4.3.7 Curva de Stribeck

O termo tribologia foi criado em 1966. Entretanto, em 1870 no *Stevens Institute of Technology* nos Estados Unidos, R.H. Thurston já havia projetado uma máquina que fornecia valores de coeficiente de atrito e em 1879 ele publicou um trabalho intitulado *Friction and Lubrication. Determination of the Laws and Coefficient of Friction by New Methods and with New Apparatus*. Apesar de não ter construído uma curva de Stribeck com seus dados na época de seus estudos e sim publicado apenas uma tabela, o gráfico plotado com seus dados seria como o da figura abaixo (WOYDT, WÄSCHE, 2010).

Figura 8: Coeficiente de atrito como função da velocidade para diferentes pressões e temperaturas, construído com os dados publicados por Thurston (WOYDT, WÄSCHE, 2010).

Recentemente, descobriu-se que nesta mesma época Adolf Martens também, trabalhava no mesmo tema com o equipamento mostrado na figura abaixo.

Figura 9: Máquina para ensaios de lubrificação com óleos (Ölprobirmaschine) de Martens, 1887 (WOYDT, WÄSCHE, 2010) .

Com os resultados de seu estudo, Martens obteve a curva mostrada na figura abaixo.

Figura 10: Curva de Stribeck típica obtida por Martens (WOYDT, WÄSCHE, 2010).

Em 1885, B. Tower publicou um trabalho sobre atrito onde dizia que aumentando a carga e a velocidade angular do seu sistema os valores do coeficiente de atrito passava por um valor mínimo. Mas foi em 6 de setembro de 1902 que Richard Stribeck, que assim como Adolf Martens trabalhava no *BAM, the*

German Federal Institute for Materials Research, publicou seu trabalho sobre um estudo sistemático do atrito entre duas superfícies lubrificadas como função da velocidade para diferentes cargas. Com este trabalho, ele mostrou claramente um mínimo no coeficiente de atrito na transição entre o deslizamento com alguns contatos para o regime full-filme de lubrificação (WOYDT, WÄSCHE, 2010). A figura abaixo mostra a curva publicada por Stribeck.

Figura 11: Coeficiente de atrito como função das revoluções por minutos para diferentes cargas (WOYDT, WÄSCHE, 2010).

Dez anos após a publicação de Stribeck, ao mesmo tempo, mas sem conhecimento do trabalho um do outro, L. Gümbel e M.D. Hersey plotaram o coeficiente de atrito como função de um adimensional dado por $\frac{\eta N}{P_h}$, onde η é a viscosidade do fluido dada em Pas, N é a velocidade angular em rotações por minuto e P_h é a pressão em Pa (WOYDT, WÄSCHE, 2010).

Hoje, na literatura, é consenso que a curva de Stribeck típica seja como na figura abaixo.

Figura 12: Curva de Stribeck (Adaptado de (WOYDT, WÄSCHE, 2010) com informação do parâmetro λ (HUTCHINGS, 1992).

Segundo Hutchings (1992), o parâmetro λ é dado por:

$$\lambda = \frac{h_o}{\bar{\sigma}} \quad (19)$$

onde h_o é a mínima espessura do filme lubrificante num determinado regime de lubrificação e $\bar{\sigma}$ é a rugosidade rms combinada das superfícies deslizantes 1 e 2 e dado por:

$$\bar{\sigma}^2 = Rq_1^2 + Rq_2^2 \quad (20)$$

Segundo Woydt e Wäsche (2010), embora Thurston e Martens tenham chegado nos resultados para construir a curva muito antes de Richard Stribeck, a curva acima ficou conhecida como curva de Stribeck por que foi ele quem publicou os resultados em uma das mais importantes revistas técnicas da Alemanha naquela época a *VDI, Journal of German Mechanical Engineers*.

2.4.4 Atrito e desgaste entre cerâmicas

Algumas cerâmicas tem despertado o interesse de tribologistas por apresentarem excelentes propriedades mecânicas em altas temperaturas, estas são chamadas de cerâmicas de engenharia. Os exemplos mais comuns de cerâmicas de engenharia são nitreto de silício (Si_3N_4), carbetto de silício (SiC), alumina (Al_2O_3) e zircônia (ZrO_2) (HUTCHINGS, 1992).

Durante o deslizamento de duas cerâmicas em contato, devido a fragilidade dos materiais cerâmicos, ocorre trincamento na região de contato com o surgimento de trincas laterais e radiais. Dependendo da pressão de contato existente, partículas se desprendem da superfície da cerâmica caracterizando o desgaste mecânico (KATO, 1990).

Figura 13: Tipos de trincas induzidas pelo atrito (KATO, 1990)

O desgaste das cerâmicas geralmente aumenta com o aumento da temperatura. A alumina sofre um aumento no desgaste quando a temperatura é aumentada e nestas condições o desgaste é predominantemente abrasivo (WOYDT, HABIG, 1989). Cerâmicas covalentes, como o nitreto de silício, em altas temperaturas, sofrem desgaste trioxidativo na presença de oxigênio ou ar úmido devido a remoção de um filme de sílica formado na superfície. Esse filme é facilmente removido por ter propriedades mecânicas inferiores ao nitreto de silício (WOYDT, HABIG, 1989; GEE, MATHARU, ALMOND, EYRE, 1990).

Em cerâmicas ocorre também o desgaste triboquímico. Neste tipo de desgaste, reações triboquímicas proporcionam a formação de produtos provenientes da interação das cerâmicas com o meio. Em materiais a base de silício como nitreto e carbeto de silício deslizando na presença de água ocorre a formação de óxido de silício (SiO_2). O mesmo não acontece na presença do metanol. Medidas do desgaste de uma esfera de nitreto de silício num ensaio de deslizamento lubrificado com metanol misturado com água mostraram que o desgaste da bola aumenta com o aumento da porcentagem de água misturada ao metanol. Ou seja, a água tem um

papel importante na formação o óxido de silício nestes materiais (KATO, 1990).

O processo de produção das cerâmicas avançadas envolve prensagem, a frio e a quente, reações de estado sólido e sinterização de pós de alta pureza. Os resultados desses processos são materiais com dureza, resistência ao desgaste e corrosão superiores aos metais. Outra vantagem que as cerâmicas apresentam sobre os metais é o fato de manter suas propriedades mecânicas em altas temperaturas (STACHOWIACK, 1999).

As propriedades das cerâmicas dependem fortemente de sua microestrutura. A porosidade e o tamanho de grão são características afetadas pelo processo de fabricação. Uma vez que todas essas características influenciam no atrito e no desgaste das cerâmicas é muito importante um estudo microestrutural destes materiais (BUNDSCHUH, ZUM-GAHR, 1991).

As características tribológicas das cerâmicas dependem da composição, das propriedades dos materiais, da microestrutura e das condições de deslizamento (velocidade, carga, temperatura e condições do ambiente) (BUCKLEY, MIYOSHI, 1984).

O coeficiente de atrito de materiais cerâmicos no vácuo ou em gases secos ficam tipicamente na faixa de $\mu = 0,5$ a $\mu = 0,9$ (SASAKI, 1989). O desgaste é influenciado por variações na velocidade e carga. Materiais similares com baixa condutividade térmica sofrem mais desgaste que aqueles de alta condutividade térmica. Para materiais dissimilares o desgaste vai depender das propriedades mecânicas e condutividade térmica (WOYDT, HABIG, 1989).

No caso de deslizamento de cerâmicas em meios úmidos, ou na presença de água, o comportamento tribológico é afetado por reações triboquímicas que ocorrem nas superfícies. Um dos benefícios da umidade é a formação de uma fina camada hidratada na superfície da cerâmica que atua como lubrificante. Essa camada pode ser formada tanto em cerâmicas a base de alumínio como a base de silício (STACHOWIAK, 1991; SASAKI, 1989).

2.4.4.1 Interação da alumina e do nitreto de silício com a água

A hidratação da superfície da α -alumina ocorre por reações físico-químicas entre o óxido de alumina e a água e favorece a formação de hidróxidos e tri-hidróxidos de alumínio. Como os hidróxidos e tri-hidróxidos são mais estáveis que a alumina, estas reações são interrompidas quando a superfície, em contato com a água, é totalmente recoberta com estes hidróxidos e tri-hidróxidos que são menos reativos com a água que a alumina (ENG **et al**, 2000).

A interação do nitreto de silício com a água é amplamente aceita pela literatura e é dada pela reação:

A sílica produzida pela hidrólise do nitreto de silício formará uma camada na superfície desta cerâmica.

A dissolução do nitreto de silício em água líquida, em várias temperaturas, foi analisada por Laarz **et al** (2000). Apesar de atingir rapidamente valores de saturação, em todas as temperaturas, a concentração de sílica na água aumentou com o aumento da temperatura, como mostra a figura abaixo.

Figura 14: Concentração de Si e SiO_2 na água em função do tempo em diferentes temperaturas (LAARZ **et al**, 2000).

2.4.5 Ultra baixo coeficiente de atrito entre cerâmicas

O fenômeno de ultra baixo coeficiente de atrito (UBCA, $\mu < 0,01$) foi observado pela primeira vez por Tomizawa e Fischer (1987). Eles mostraram que o coeficiente de atrito do nitreto de silício, quando deslizando sobre ele mesmo, é mais baixo em meios úmidos, quando comparado a meios secos. No trabalho destes autores, o coeficiente de atrito apresentou valores de $\mu = 0,7$ em atmosfera rica em água. Utilizando água líquida como lubrificante esse valor diminuiu cem vezes, iniciando com valores próximos a $\mu = 0,7$ e atingindo valores abaixo de $\mu = 0,002$, após superfícies extremamente polidas, devido ao desgaste das superfícies, serem formadas nas amostras. Eles atribuíram esse fato à ocorrência de reações triboquímicas no processo que, segundo estes autores, teria levado a formação de um tribofilme, composto por dióxido de silício com baixa resistência ao cisalhamento, entre as superfícies deslizantes.

No entanto, no deslizamento do par alumina-alumina não são observados valores tão baixos de coeficiente de atrito. Anderson (1992) e Rani **et al** (2004) verificaram que o coeficiente de atrito no deslizamento lubrificado com água da alumina contra ela mesma ficou na faixa de $\mu = 0,25$ a $\mu = 0,3$.

Figura 15: Coeficiente de atrito de cerâmicas no deslizamento lubrificado com água nos trabalhos de Anderson (a) e Rani **et al** (b) .

Após o trabalho de Tomizawa e Fischer, outros autores passaram a estudar o tema e, também, observaram o fenômeno de UBCA no deslizamento lubrificado com água de nitreto de silício contra ele mesmo (JORDI, ILIEV, FISCHER, 2004; GATES, HSU, 2004; XU; KATO, 2000; JAHANMIR, OZMEN, IVES, 2004). No entanto, o mecanismo para que o fenômeno de UBCA ocorra ainda não está bem esclarecido. Jordi **et al** (2004) apresentaram a hipótese que o UBCA se deve à lubrificação hidrodinâmica depois de se obter uma superfície super polida devido ao desgaste. Outros autores, por sua vez, apresentam hipóteses químicas onde o UBCA ocorre devido a formação de uma camada rica em sílica na interface das superfícies deslizantes.

Xu e Kato (2000) apresentaram resultados sobre o desgaste e a formação dessa camada de sílica no deslizamento de nitreto de silício contra ele mesmo em ensaios de deslizamento na configuração esfera contra disco. Eles mostraram que o desgaste do nitreto de silício pode ser separado em desgaste mecânico, onde o material sofre fraturas transgranular e intragranular devido a alta pressão de contato entre as superfícies deslizantes no início do ensaio, e triboquímico associado a formação de dióxido de silício e dióxido de silício hidratado, após uma superfície plana ter sido formada na esfera devido ao desgaste mecânico. Para estes autores o desgaste triboquímico só é possível após uma redução na pressão de contato. Quando a pressão de contato atinge um certo valor, que possibilita a separação das superfícies deslizantes, ocorre uma transição do desgaste mecânico para o triboquímico que leva a formação de uma superfície super polida permitindo o fenômeno de UBCA. Para Xu e Kato (2000), o UBCA ocorre em um regime de lubrificação mista, sendo hidrodinâmica, devido ao filme de água, e limítrofe, devido a sílica adsorvida nas superfícies. Eles mostraram, também, que o aumento da temperatura impossibilita o regime de UBCA, e argumentaram que durante esse regime a carga é suportada pela soma dos mecanismos de lubrificação, hidrodinâmica e limítrofe, e o aumento da temperatura diminuiria a viscosidade da água impossibilitando a contribuição hidrodinâmica do filme.

Figura 16: Coeficiente de atrito no deslizamento lubrificado com água do nitreto de silício contra ele mesmo no trabalho de Xu e Kato (2000).

Segundo Xu e Kato (2000), durante o período de running-in ocorre desgaste mecânico e a formação de partículas de sílica. Estas partículas, na presença da água, adquirem cargas elétricas em suas superfícies como mostrado na figura 17 abaixo.

Figura 17: Partícula de sílica com superfície carregada (XU e KATO, 2000).

Durante o deslizamento a superfície do nitreto de silício fica polarizada, com uma exposição de cargas negativas, como mostrado abaixo na figura 18. Como as cargas nas superfícies das partículas de sílica e do nitreto de silício tem sinais opostos ocorre uma atração acarretando na formação da camada de sílica, como mostrado abaixo na figura 19.

Figura 18: Polarização elétrica na superfície do nitreto de silício (XU e KATO, 2000)

Figura 19: Modelo do filme lubrificante proposto por Xu e Kato.

Xu e Kato usaram o modelo acima para justificar a hipótese de que a lubrificação, durante o regime de UBCA, seja mista, composta por uma soma de mecanismos, sendo uma parte lubrificação hidrodinâmica, devido ao filme de água, e outra lubrificação limite, devido a camada de sílica.

Ferreira (2008) apresentou a hipótese de que esse mesmo mecanismo possibilita o regime de UBCA no par dissimilar $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$, pois a sílica também ficaria adsorvida na superfície da alumina e os mesmos mecanismos de lubrificação proposto por Xu e Kato ocorrem neste par cerâmico dissimilar. Ferreira obteve coeficiente de atrito na faixa de $\mu = 0,002$ a $\mu = 0,004$ para este par dissimilar. E apresentou o modelo de deslizamento no regime de UBCA como na figura abaixo.

Figura 20: Modelo de modificação das superfícies dos sólidos deslizantes proposto por Ferreira.

Esta descoberta de Ferreira gera uma nova linha de pesquisa que requer o estudo sistemático do efeito das variáveis independentes, velocidade de deslizamento, carga aplicada e temperatura, sobre o desgaste e o coeficiente de atrito de modo a subsidiar a construção de um modelo teórico que explique o fenômeno.

3. OBJETIVO

Este trabalho tem como objetivo avaliar a influência da velocidade de deslizamento, da carga aplicada e da temperatura do ensaio no coeficiente de atrito no deslizamento lubrificado com água do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Este trabalho experimental foi realizado nas seguintes etapas: preparação das amostras (discos), ensaios tribológicos e caracterização das amostras ensaiadas. Os procedimentos experimentais foram desenvolvidos no Laboratório de Fenômenos de Superfície do Departamento de Engenharia Mecânica da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo (USP). As etapas de caracterização foram feitas por meio da determinação das propriedades mecânicas e físicas dos materiais, microscopia óptica, medidas dos perfis de rugosidade, determinação dos parâmetros de Greenwood e Williamson, antes e depois dos ensaios, e da determinação dos volumes desgastados.

4.1 Materiais

Nos ensaios foram utilizadas esferas polidas de nitreto de silício, adquiridas comercialmente, com diâmetro de 11,112 mm. Os discos de alumina com diâmetro de 51 mm foram produzidos com pó de alumina ultra pura com 750 ppm de MgO (AKS-3030A, Sumitomo Chemical Co., Japan) no Centro de Ciência e Tecnologia de Materiais do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN/USP) (FERREIRA, 2008). Para a lubrificação foi utilizada água destilada e deionizada.

4.2 Caracterizações das amostras

Os materiais utilizados nos ensaios foram caracterizados quanto as suas densidades e propriedades mecânicas. Após os ensaios, foram realizadas caracterizações das amostras ensaiadas com a análises da superfície plana formada nas esferas e da trilha de desgaste formada nos disco por meio de microscopia óptica e perfilometria.

4.2.1 Determinação das densidades dos materiais

4.2.1.1 Método geométrico

As esferas de nitreto de silício e os discos de alumina foram caracterizados quanto as suas densidades. Foram escolhidas aleatoriamente 12 esferas e para cada esfera foram aferidas suas massas em uma balança Mettler Tolloed AB204. Seus diâmetros foram medidos 6 vezes em posições aleatórias com um micrômetro Mitutoyo Nº 293-801. Foi realizado o mesmo procedimento para os cinco discos de alumina.

No caso das esferas as densidades geométricas aparentes das amostras foram determinadas com o uso da equação:

$$\rho_{geo} = \frac{6 m_E}{\pi D_E^3} \quad (22)$$

onde m_E é a massa média das esferas em gramas e D_E é o diâmetro médio das esferas em cm.

No caso dos discos foi utilizada a equação:

$$\rho_{geo} = \frac{4 m_D}{h_D \pi (D_D^2 - d_D^2)} \quad (23)$$

onde m_D é a massa média dos discos em gramas, D_D é o diâmetro médio externo em cm, d_D é o diâmetro médio do furo dos discos em cm e h_D é a altura dos discos em cm.

4.2.1.2 Método de Arquimedes

As densidades das amostras foram determinadas pelo método de Arquimedes segundo uma adaptação da norma ASTM C83. Foi utilizado o seguinte procedimento: as amostras foram secas em estufas por 24h, foram aferidas as

massas secas das amostras, estas foram imersas em água destilada e fervidas por uma hora. Após a água e as amostras imersas atingirem novamente a temperatura ambiente foram aferidas as massas imersas das amostras. As densidades foram determinadas com a equação:

$$\rho_{Arq} = \frac{m_s}{m_s - m_i} \rho_{H_2O} \quad (24)$$

onde m_s é a massa seca, m_i é a massa imersa e ρ_{H_2O} é a densidade da água.

A densidade da água em função da temperatura foi obtida no site do National Institute of Standards and Technology (NIST) e é mostrada na figura 1.

4.2.2 Determinação das propriedades mecânicas

As propriedades mecânicas dos materiais foram determinadas com o uso de um macro durômetro Buehler e um micro durômetro Fisherscope H100V. Para isso as amostras foram cortadas e embutidas em baquelite e em seguida foram polidas com suspensão de diamante com tamanho médio de partículas de 15, 9, 6, 3, 1 μm consecutivamente.

4.2.2.1 Determinação da dureza Vickers (HV)

A dureza Vickers das cerâmicas avançadas foi determinada segundo a norma ASTM E92. Um endentador piramidal de diamante é comprimido contra o material com uma força P e então a dureza é determinada pela relação da força aplicada e a área da impressão, dada pelas medidas das diagonais da impressão, como mostrado abaixo.

Figura 21: Impressão Vickers típica.

$$d = \frac{d_1 + d_2}{2} \quad (25)$$

$$HV = \frac{1,8544 P}{d^2} \quad (26)$$

HV é a dureza Vickers dada em (Pa);

P é a Força aplicada dada em (N);

d é a diagonal média dada em (m) .

Foram feitas 10 impressões com carga de 294 N e manutenção da carga por 10 segundos, utilizando o macro durômetro Buehler 1900-2100 de modo que fosse possível a observação das trincas com espaçamento suficiente para que uma nova impressão não fosse feita sobre as trincas das impressões anteriores.

4.2.2.2 Determinação do módulo de elasticidade (E)

O módulo de elasticidade ou módulo de Young foi determinado pela curva de carregamento e descarregamento num ensaio de dureza conforme apresentado na figura abaixo. A rigidez S é determinada pela equação:

$$S = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{h_{max}} \quad (27)$$

S é o coeficiente angular da reta tangente a curva de carregamento e

descarregamento em h_{max} . A rigidez S se relaciona com o módulo de elasticidade do sistema E_r por:

$$E_r = \frac{S}{2} \sqrt{\frac{\pi}{A}} \quad (28)$$

O módulo de elasticidade do material E é obtido com a relação entre seu módulo de elasticidade e seu coeficiente de Poisson ν com o módulo de elasticidade e coeficiente de Poisson do penetrador E_p e ν_p por:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_p^2}{E_p} \quad (29)$$

Foram realizadas 20 impressões com carregamentos de 1N e manutenção da carga por 20 segundos em cada amostra no micro durômetro Fisherscope H100V.

Figura 22: Curva típica obtida no ensaio de microdureza na determinação do módulo de elasticidade.

4.2.2.3 Determinação da tenacidade à fratura (K_{IC})

A tenacidade à fratura foi calculada com base nas impressões Vickers realizadas para determinação da macro dureza Vickers. Foram feitas 10 impressões com carga de 294 N no macro durômetro Buehler de modo que fosse possível a observação das trincas. Foi respeitado o critério de que as trincas tivesse pelo menos duas vezes e meia o comprimento da diagonal da impressão. Para a determinação do K_{IC} tomou-se a média dos comprimentos das trincas e foi aplicado a equação abaixo segunda a norma JIS R 1607 de 1995.

$$K_{IC} = 0,018 \left(\frac{E}{HV} \right)^{1/2} \frac{P}{c^{3/2}} \quad (30)$$

K_{IC} é a tenacidade à fratura dada em ($\text{Mpam}^{1/2}$);

c é o comprimento da trinca dado em (m);

E é o módulo de elasticidade dado em (Pa);

HV é a dureza Vickers dada em (Pa).

4.3 Preparações das amostras para os ensaios

Como a superfície das esferas de nitreto de silício já vinha polida de fábrica foi necessário apenas preparar as superfícies dos discos de alumina para os ensaios. Devido ao fato dos discos estarem sendo reutilizados após o trabalho de Ferreira (2008), as faces dos discos foram retificadas com rebolo, com tamanho médio de grão de diamante entre 32-52 μm , modelo D25 da marca Winter em uma retificadora plana de precisão modelo RTP-2 da marca MELLO. Esse processo é necessário, antes de cada ensaio, para eliminar a trilha de desgaste formada durante o deslizamento da esfera contra o disco em ensaios anteriores, bem como obter um bom paralelismo entre as faces dos discos. Um bom paralelismo entre as faces dos disco ajuda a diminuir o batimento durante o ensaio. O batimento é o desnivelamento do disco após a montagem no tribômetro decorrente dos erros geométricos nos suportes e no disco, como mostrado na figura 23 abaixo, onde as

peças cinzas representam o eixo do tribômetro e os suportes metálicos e a peça amarela representa o disco de alumina.

Figura 23: Representação do batimento, h_2-h_1 , no disco após a montagem no tribômetro.

Para garantir a remoção dos defeitos na superfície os discos foram retificados até a remoção total da trilha, seguido de um desbaste de $60\text{ }\mu\text{m}$. Como as amostras são cerâmicas os discos foram fixados com cola quente em suportes metálicos produzidos para a fixação na mesa magnética da retífica. A figura abaixo mostram os discos e os suportes metálicos.

Figura 24: Discos de alumina fixados nos suportes metálicos antes do processo de retificação.

Após o processo de retificação, foram observadas marcas longitudinais nas superfícies dos discos, no sentido do movimento de rotação do rebolo, como mostra a figura 25 abaixo.

Figura 25: Marcas longitudinais na superfície do disco devido ao processo de retificação.

Com o objetivo de obter uma superfície com rugosidade isotrópica, após a retificação, os discos foram lavados com bucha e sabão neutro em água corrente e polidos sobre disco de cobre com suspensão de diamante com tamanho médio de partículas de 15 μm , e foi possível observar a remoção total das marcas deixadas pelo rebolo como mostra a figura 26 abaixo.

Figura 26: Superfície do disco após polimento com suspensão de diamante.

O polimento das superfícies dos discos foi realizado numa politriz automática Struers Tegra Pol – 25 e Tegra Force – 5. A tabela 1 mostra as condições de polimento das superfícies dos discos.

Tabela 1: Condições de polimento das superfícies dos discos de alumina.

Carga aplicada	15 N
Rotação do disco de cobre	40 rpm
lubrificação	Álcool Etílico
Intervalo de spray de diamante	2 minutos
Tempo de polimento	15 minutos

Antes de cada ensaio, tanto esferas quanto discos, foram lavados com bucha e sabão neutro sob água corrente, seguida de lavagem por 30 minutos sob ultra som, com as amostras imersas em cetona.

4.4 Ensaio tribológicos

Os ensaios tribológicos do par cerâmico dissimilar $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ foram realizados num tribômetro PLINT TE 67 na configuração esfera contra disco lubrificados com água destilada e deionizada. Em todos os ensaios foram utilizados discos de alumina e esferas de nitreto de silício. A aquisição de dados foi realizada com software controlador do tribômetro, COMPEND 2000, na frequência de um Hertz. Abaixo, são apresentadas figuras das amostras assim como os suportes utilizados para fixá-las no tribômetro.

Figura 27: Esfera de nitreto de silício e porta esfera utilizados nos ensaios tribológicos.

Figura 28: Detalhes do disco e do suporte do disco utilizados nos ensaios tribológicos.

Figura 29: Local de fixação do disco no tribômetro.

4.4.1 Descrição do ensaio

Para a realização dos ensaios os discos foram fixados no tribômetro e colocados em rotação. Uma bomba peristáltica mantinha um fluxo constante de água sobre a superfície do disco. Ao sair da superfície do disco, impulsionada pela força centrífuga, a água era retida na cuba e retornava ao erlenmeyer que continha a água do ensaio, ou seja, a água era mantida em ciclo. A esfera foi então pressionada contra o disco em movimento com carga de peso morto. O posicionamento da esfera sobre o disco foi realizado de modo que a velocidade de deslizamento fosse de 1 m/s. A força de atrito foi monitorada por uma célula de carga, Phoenix Tribology, com precisão de 0,1 N.

Figura 30: Aparato experimental utilizado nos ensaios em temperatura ambiente.

Figura 31: Detalhes do aparato experimental utilizado nos ensaios em temperatura ambiente.

4.4.2 Ensaios preliminares

Como o objetivo deste trabalho era avaliar a influência da velocidade de deslizamento, da carga aplicada e da temperatura do ensaio no coeficiente de atrito no deslizamento lubrificado com água do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$, foram realizados ensaios preliminares, em temperatura ambiente, para definir as condições dos ensaios para a tomada de dados.

Primeiramente, foram realizados ensaios para verificar a possibilidade de se atingir o regime de ultra baixo coeficiente de atrito no deslizamento lubrificado com água das cerâmicas dissimilares $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$, nas mesmas condições de Ferreira (2008). Verificou-se que o sistema atingiu o regime de UBCA e após cerca de dez minutos neste regime o sistema foi interrompido. Mantendo as montagens do disco e da esfera no tribômetro e as mesmas condições anteriores, o sistema foi reiniciado para verificar se uma vez no regime de UBCA o sistema voltaria a este regime novamente. Foram então realizados teste de aumento da carga aplicada e variação na velocidade de deslizamento para verificar qual o tipo de variação seria mais adequada durante a tomada de dados, ou seja, que condições de variação da carga e da velocidade seriam realizadas durante o regime de UBCA. Após os ensaios preliminares, definiu-se uma variação na velocidade de deslizamento com uma aceleração $a = 4 \times 10^{-4} \text{ m/s}^2$, uma variação na carga em patamares com

aumento de 10 N em cada patamar e para temperatura ensaios com temperaturas fixas durante todo o ensaio entre 3 a 50°C.

4.4.3 Tomada de dados

Para as três variáveis estudadas, velocidade de deslizamento, carga aplicada e temperatura, foram realizados ensaios com condições iniciais fixas. Foi definido um ensaio padrão com velocidade de deslizamento $v = 1,00 \pm 0,06$ m/s, carga aplicada $L = 54,25 \pm 17$ N, água em temperatura fixa e tempo de ensaio de 5500 segundos. No caso dos ensaios nos quais foram realizadas variações na velocidade de deslizamento e carga aplicada, foram realizados ensaios padrão em temperatura ambiente (22°C) antes de todas as tomadas de dados, pois era necessário atingir o regime de UBCA, com esse ensaio padrão, e então após o sistema atingir o regime de UBCA o ensaio era interrompido e iniciavam as tomadas de dados.

4.4.3.1 Variação na velocidade de deslizamento

Para verificar a influência da velocidade de deslizamento do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$, durante o regime de UBCA, foram realizados ensaios em que a força de atrito foi monitorada nas seguintes condições: mantendo a carga aplicada constante em $L = 54,25 \pm 0,17$ N e a água em temperatura ambiente, a velocidade de deslizamento foi variada da seguinte maneira: a rotação do disco foi aumentada de 200 para 600 rpm e em seguida diminuída de 600 para 200 rpm, sendo que a cada 100 rpm a rotação era mantida constante em patamares de 10 minutos. Entre um patamar e outro a rotação era variada por 7,5 minutos, ou seja, uma variação de 100 rpm em 450 segundos. Como a esfera foi posicionada sobre o disco num raio $R = 17$ mm a velocidade de deslizamento em cada patamar foi de 0,36, 0,53, 0,71, 0,89 e $1,07 \pm 0,06$ m/s, com uma aceleração de $4 \times 10^{-4} \pm 0,06$ m/s² entre os patamares. Abaixo é apresentada uma figura da variação de velocidade de

deslizamento nos ensaios.

Figura 32: Variação na velocidade de deslizamento.

4.4.3.2 Variação na carga aplicada

Para verificar a influência da carga aplicada no deslizamento do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$, durante o regime de UBCA, foram realizados ensaios em que a força de atrito foi monitorada nas seguintes condições: mantendo a velocidade de deslizamento constante em $v = 1,00 \pm 0,06$ m/s e a água em temperatura ambiente, a carga aplicada foi variada da seguinte maneira: com uma carga inicial de $L = 54,25 \pm 0,17$ N, foram feitos patamares de 20 minutos com um aumento de aproximadamente 10 N entre cada patamar. A variação de carga entre um patamar e outro foi realizada de duas maneiras. Nos primeiros ensaios foi feita a adição de pesos mortos de aço sobre a carga já existente. A cada 20 minutos um peso morto de aproximadamente 1 kg, foi cuidadosamente colocado sobre os outros para aumentar a carga aplicada, como mostrado nas figuras 33 e 34 abaixo.

Figura 33: Pesos mortos de aço utilizados para o aumento da carga durante o deslizamento.

Figura 34: Sequência de aumento da carga aplicada com peso morto de aço durante o deslizamento.

Em ensaios seguintes, a carga foi aumentada suavemente com a adição de esferas de chumbo, despejadas lentamente, em um pote fixado sobre o peso morto inicial, de modo que a variação da carga ocorresse em aproximadamente um minuto. Foram pesadas, em sacos plásticos, quantidades de esferas de chumbo de modo que a carga fosse aumentada de aproximadamente 10 N. Ou seja, uma variação de 10 N/min na carga aplicada entre os patamares.

Figura 35: Peso morto de esferas de chumbo para um aumento suave da carga aplicada durante o deslizamento.

4.4.3.3 Variação na temperatura da água

Para verificar a influência da temperatura durante o deslizamento do par $\text{Si}_2\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$, foram realizados ensaios do tipo padrão em que a temperatura da água foi mantida fixa em 3, 11, 20, 30, 40 e 50°C. O controle da temperatura da água foi realizado por um equipamento de banho térmico Quimis Q214D2. Foi utilizada uma solução a 40% de etilenoglicol como fluido térmico. O equipamento mantinha o fluido térmico em ciclo no interior das paredes ocas da cuba do tribômetro e por um outro recipiente de paredes ocas onde havia também o mesmo fluido térmico parado. Um balão volumétrico que continha a água do ensaio foi mergulhado no fluido térmico que estava parado no recipiente de paredes ocas para realizar as trocas térmicas de modo que a água não entrasse em contato com o etilenoglicol. O equipamento de banho térmico foi programado e após estabelecer equilíbrio na temperatura, com incerteza $\sigma_T = 1^\circ\text{C}$, o ensaio foi realizado. A temperatura da água foi monitorada com um termopar do tipo K fixado na extremidade da mangueira de modo que registrasse a temperatura da água o mais próximo possível das amostras. A medição da temperatura foi realizada pelo tribômetro durante todos os ensaios com a mesma frequência de tomada de dados da força de atrito.

Figura 36: Aparato experimental utilizado nos ensaios com temperatura controlada.

Figura 37: Detalhes do aparato experimental utilizado nos ensaios com temperatura controlada.

4.5 Caracterização das amostras após os ensaios

Após os ensaios tribológicos, foram realizadas as seguintes caracterizações nos materiais:

4.5.1 Determinação dos perfis de rugosidade

Após os ensaios foram determinados os perfis de rugosidade e a rugosidade quadrática média rms da trilha formada no disco e das superfícies planas formada nas esferas. Para isso foi utilizado um rugosímetro Surfcorder SE 1700 α da marca Kosakalab. Os dados foram tomados sem uso de filtros. Para determinar a rugosidade rms das superfícies desgastadas foi utilizado o software do equipamento segundo a norma ISO 4287.

4.5.1.1 Análise da superfície empregando-se o perfil de rugosidade

Foram determinados, numericamente, os parâmetros de Greenwood e Williamson das superfícies ensaiada com o uso do software SUMMITS para a avaliação das condições de contato durante o deslizamento. O software foi fornecido pelos autores (TOMANIK, CHACONA, TEIXEIRA, 2003).

Abaixo é apresentada a figura da interface deste software.

Figura 38: Interface do software SUMMITS.

4.5.2 Determinação dos diâmetros das superfícies planas formadas nas esferas

Foram feitas imagens das superfícies planas formadas nas esferas em uma lupa NIKON SMZ 800. O diâmetro das superfícies planas foi determinado da seguinte maneira: a área das superfícies planas foi medida 10 vezes com o software Image J. Foi calculado uma média desses valores de área, com o valor médio foi determinado o diâmetro da superfície plana pela equação:

$$\phi = 2\sqrt{\frac{A_c}{\pi}} \quad (31)$$

onde ϕ é o diâmetro e A_c é a área média da superfície plana.

4.5.3 Determinação do volume desgastado nas amostras

O volume desgastado nas esferas foi calculado segundo a norma ASTM G 99. Com o valor do diâmetro da superfície plana determinado foi utilizada a equação:

$$V_E = \frac{\pi h}{6} \left(3 \left(\frac{\phi}{2} \right)^2 + h^2 \right) \quad (32)$$

onde V_E é a perda volumétrica na esfera, ϕ é o diâmetro da superfície plana, r é o raio da esfera e h é dado por:

$$h = r - \sqrt{r^2 - \frac{\phi^2}{4}} \quad (33)$$

O volume desgastado nos discos foram determinados com o uso dos perfis das trilhas desgastadas da seguinte maneira: plotou-se o perfil e com o conhecimento da escala do gráfico delimitou-se uma área a qual foi possível conhecer o valor dessa área em uma certa unidade; o sulco desgastado foi pintado com uma cor diferente da cor da curva do perfil, gerou-se uma imagem desse gráfico. Utilizando a área conhecida e com o auxílio de um analisador de imagem

faz-se a contagem de pixels da área conhecida e da área que se deseja conhecer. Então, faz-se a conversão da área desejada de pixel para uma certa unidade. O volume desgastado nos discos é calculado com a equação:

$$V_D = \frac{2\pi R}{n} \sum_{i=1}^{i=n} A_{Ti} \quad (34)$$

onde V_D é o volume desgastado no disco, R é o raio da trilha desgastada, A_{Ti} é a i -ésima área obtida da i -ésima secção transversal da trilha, n é o numero de perfis determinados na superfície do disco.

Figura 39: Exemplo de imagem usada para a determinação do volume desgastado nos discos.

Todos os erros deste trabalho foram calculados segundo os critérios apresentado por Vuolo (1999).

5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Os resultados deste trabalho serão apresentados e discutidos nos itens abaixo. Serão apresentados resultados das propriedades físicas e mecânicas dos materiais, dos ensaios tribológicos e das caracterizações das cerâmicas pós ensaios.

5.1 Determinação das densidades dos materiais

Na tabela 2 abaixo são apresentados os valores das densidades geométricas aparentes das cerâmicas.

Tabela 2: Densidades geométricas aparentes dos materiais.

Material	ρ_{geo} (g/cm ³)
Si ₃ N ₄ (Esfera)	3,248 ± 0,001
Al ₂ O ₃ (Disco)	3,938 ± 0,025

Abaixo são apresentados os resultados das densidades aparentes dos materiais obtidos pela método de Arquimedes.

Tabela 3: Densidades aparentes dos materiais obtidas pelo método de Arquimedes.

Material	ρ_{Arq} (g/cm ³)
Si ₃ N ₄ (Esfera)	3,183 ± 0,015
Al ₂ O ₃ (Disco)	3,908 ± 0,010

Os valores de densidades geométricas aparentes destas cerâmicas, nos trabalhos de vários autores, estão na faixa de $\rho = 3,2$ g/cm³ a $\rho = 3,3$ g/cm³ para o nitreto de silício, e para a alumina estão na faixa de $\rho = 3,8$ g/cm³ a $\rho = 3,96$ g/cm³ (FERREIRA, 2008; XU, KOJI, 2000; JENG, YANG, 1993; CHEM, KATO, ADACHI, 2001; GATES, HSU, 2004; RANI, YSHIZAWA, HYGA, YAMAUCHI, 2004; ANDERSON, 1992). Comparando os valores da literatura com os valores da tabela

3, notam-se que os valores obtidos neste trabalho estão compatíveis com os valores da literatura. Foram considerados os dados da tabela 3 para a comparação com os dados da literatura por que na tabela 2 as densidades foram determinadas pelo método geométrico que é menos preciso.

5.2 Determinação das propriedades mecânicas

Abaixo são apresentados os resultados das caracterizações mecânicas dos materiais.

5.2.1 Determinação da dureza Vickers (H_V)

As tabelas 4 e 5 mostram os resultados de micro e macro durezas obtidos para os materiais deste trabalho.

Tabela 4: Micro dureza Vickers dos materiais (1N, 20s).

Material	HV (GPa)
Si ₃ N ₄ (Esfera)	14,61 ± 0,23
Al ₂ O ₃ (Disco)	19,68 ± 0,85

Tabela 5: Macro dureza Vickers dos materiais (294N, 10s).

Material	HV (GPa)
Si ₃ N ₄ (Esfera)	14,79 ± 0,10
Al ₂ O ₃ (Disco)	16,32 ± 0,16

Nos trabalhos de Rani **et al** (2004); Chen, Kato, Adachi (2001); Ferreira (2008); Jeng , Yan (1993); Anderson (1992); Xu, Kato (2000) a dureza Vickers do nitreto de silício está na faixa de $H_V = 13,8$ GPa a $H_V = 17$ GPa e na faixa de $H_V = 13,8$ GPa a $H_V = 20,3$ GPa para alumina. Notam-se nas tabelas, acima, que as

amostras deste trabalho apresentaram valores de dureza Vickers compatíveis com os dados da literatura.

5.2.2 Determinação do módulo de elasticidade (E)

A tabela, a seguir, mostra os resultados obtidos na determinação do módulo de elasticidade.

Tabela 6: Módulo de elasticidade dos materiais.

Material	E (GPa)
Si ₃ N ₄ (Esfera)	287,97 ± 13,70
Al ₂ O ₃ (Disco)	445,28 ± 16,17

Trabalhos da literatura apresentam valores do módulo de elasticidade na faixa de E = 280 GPa a E = 316 GPa para o nitreto de silício e E = 380 GPa a E = 406 GPa para a alumina (SASAKI, 1989; RANI, YSHIZAWA, HYGA, HIRAO, YAMAUCHI, 2004; CHEN, KATO, ADACHI, 2001; XU, KATO, 2000). O valor obtido para o módulo de elasticidade da alumina na tabela 6 está um pouco acima dos valores obtidos na literatura. No entanto, considerando os dados experimentais com distribuição normal, temos que o módulo de elasticidade da alumina tem 95% de probabilidade de estar compatível com tais dados (VUOLO, 1999).

5.2.2 Determinação da tenacidade à fratura (K_{IC})

A tabela a seguir mostra os resultados obtidos na determinação da tenacidade à fratura dos materiais.

Tabela 7: Tenacidade à fratura dos materiais.

Material	K_{IC} (MPam ^{1/2})
Si ₃ N ₄ (Esfera)	6,0 ± 1,3
Al ₂ O ₃ (Disco)	4,3 ± 0,4

Segundo a literatura a tenacidade à fratura da alumina está na faixa de $K_{IC} = 3,5$ MPam^{1/2} a $K_{IC} = 5,7$ MPam^{1/2} e para o nitreto de silício está na faixa de $K_{IC} = 5,4$ MPam^{1/2} a $K_{IC} = 6$ MPam^{1/2} (SHINYA SASAKI, 1989; RANI, YSHIZAWA, HYGA, HIRAO, YAMAUCHI, 2004; CHEN, KATO, ADACHI, 2001; XU, KATO, 2004). Logo, os resultados obtidos neste trabalho estão dentro da faixa de valores de tenacidade à fratura esperados para as cerâmicas estudadas.

5.3 Resultados dos ensaios tribológicos

Os resultados do ensaios tribológicos estão apresentados a seguir. Os gráficos foram feitos com escala logarítmica na base dez no eixo vertical, onde estão os valores de coeficiente de atrito, e escala linear no eixo horizontal, onde estão os valores do tempo de ensaio. A escala logarítmica foi utilizada para visualizar as pequenas diferenças no coeficiente de atrito existentes em alguns ensaios.

5.3.1 Ensaios preliminares

Nas figuras de 40 a 46, são apresentados os resultados dos ensaios preliminares.

Na figura 40 foi verificado que o par cerâmico Si₃N₄-Al₂O₃ atingiu, em um tempo de aproximadamente uma hora, o regime de UBCA com coeficiente de atrito na faixa de $\mu = 0,009$ a $\mu = 0,002$ permanecendo, neste regime, até o encerramento do ensaio.

Figura 40: Deslizamento do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado com água com batimento de $h_2 - h_1 = 39 \text{ }\mu\text{m}$.

Os resultados da figura 41 mostram que o regime de UBCA foi novamente atingido. Durante este regime foi acrescentado cerca de 10 N na carga aplicada. Como a aplicação desta carga extra foi realizada sem nenhum cuidado ocorreu um acréscimo de $\mu = 0,002$ para $\mu = 0,177$ no coeficiente de atrito no momento do aumento da carga. No entanto, verificou-se que após cerca de dez minutos o regime de UBCA foi restabelecido e o coeficiente de atrito voltou para valores menores que $\mu = 0,01$.

Figura 41: Deslizamento do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado com água com aumento da carga durante o regime de UBCA e com batimento de $h_2 - h_1 = 25 \text{ }\mu\text{m}$.

Nas figuras 42 e 43, são apresentados os resultados dos ensaios realizados após a finalização do ensaio de figura 41, sem que as amostras fossem desmontadas do tribômetro. Na figura 42, o deslizamento lubrificado com água foi reiniciado nas mesmas condições do ensaio da figura 41. Verificou-se que o regime de UBCA foi rapidamente restabelecido, ou seja, o sistema atingiu novamente valores de coeficiente de atrito da ordem de milésimos em cerca de 100 segundos. Ou seja, uma vez que o sistema atinge o regime de UBCA este regime pode ser novamente restabelecido, se as cerâmicas mantiverem as mesmas condições de posicionamento relativo uma a outra, e mantendo as condições de deslizamento.

Os resultados da figura 43 foram obtidos com o mesmo sistema utilizado nos ensaios das figuras 41 e 42, novamente sem desmontar as amostras do tribômetro. A variação lenta na velocidade de deslizamento mostrou que o sistema pode entrar em regime de UBCA em velocidade menor que $v = 1$ m/s atingindo valores de coeficiente de atrito da ordem de milésimos para velocidades acima de $v = 0,57$ m/s. Esse resultado foi obtido após o sistema ter atingido o regime de UBCA, ou seja, não é possível afirmar que o regime de UBCA seria atingido com velocidade de deslizamento de 0,57 m/s desde o iniciado do ensaio. O pico que ocorre no final do ensaio é devido ao fato da rotação ter sido diminuída repentinamente sem a interrupção de coleta de dados.

Figura 42: Ensaio reiniciado após o sistema atingir o regime de UBCA.

Figura 43: Variação da velocidade de deslizamento após o regime de UBCA ter sido atingido.

Nas figuras de 44 a 46 são apresentadas exemplos de ensaios em que o regime de UBCA não foi atingido. Estes resultados foram obtidos em ensaios com batimento alto, maiores de $40 \text{ }\mu\text{m}$, ensaios em que as amostras não foram previamente limpas cuidadosamente e casos em que o contato da gordura das mãos com a superfície dos discos levou a adesão de moléculas orgânicas nas superfícies deslizantes fazendo com que o tempo de running-in fosse menor que nos casos dos ensaios das figuras 40 e 41. Porém, apesar do baixo tempo de running-in em alguns casos da figura 46, o coeficiente de atrito ficou da ordem de centésimos no regime estacionário.

Figura 44: Deslizamento do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado com água com batimento de $h_2 - h_1 = 59 \text{ } \mu\text{m}$.

Figura 45: Deslizamento do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado com água com batimento de $h_2 - h_1 = 55 \text{ mm}$.

Figura 46: Deslizamento do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado com água. Ensaios em que o regime de UBCA não foi atingido e ensaios com tempo de running-in curto.

Studt (1989) verificou que no deslizamento dos pares cerâmicos $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3$ e SiC-SiC , utilizando lubrificantes orgânicos, o coeficiente de atrito não atingiu valores da ordem de milésimos. Segundo Studt, estas cerâmicas atingem valores de coeficiente de atrito da ordem de décimos, e em poucos casos centésimos quando lubrificadas com moléculas orgânicas. No deslizamento do sialon contra o nitreto de silício com lubrificantes orgânicos Ye **et al** (2002) verificou que é possível, com um lubrificante específico, reduzir consideravelmente o tempo de running-in, mas o coeficiente de atrito também é da ordem de centésimos no regime estacionário, não atingindo o regime de UBCA.

Com estes ensaios escolheram-se as condições que serão empregadas nos ensaios padrão descritos a seguir.

5.3.2 Ensaio padrão

Nas figuras 47 e 48 abaixo são mostrados, respectivamente, resultados de quatro ensaios padrão e uma das quatro curvas de coeficiente de atrito em função do tempo analisando as várias etapas do ensaio.

Na figura 47 o tempo de running-in dos ensaios foi de aproximadamente

um hora. Nota-se também que as quatro curvas apresentaram dados semelhantes o que mostram a repetibilidade dos ensaios e a robustez do tribômetro nas condições deste trabalho. Todos os ensaios foram realizados com batimentos menores ou iguais a $20\text{ }\mu\text{m}$. Foram atingidos valores de coeficiente de atrito na faixa de $\mu = 0,008$ a $\mu = 0,005$. Valores próximos e esses já haviam sido obtidos por Ferreira em 2008 para este par dissimilar de cerâmicas. Antes disso valores de coeficiente de atrito da ordem de milésimos haviam sido atingidos no deslizamento do par similar $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Si}_3\text{N}_4$ (TOMIZAWA, FISCHER, 1978; ANDERSON, 1992; RANI *et al* 2004; XU, KATO, 2000; JAHANMIR, IVES, 2004; GATES, HSU 2004).

Figura 47: Ensaios padrão do deslizamento lubrificado com água do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$.

Figura 48: Ensaios padrão do deslizamento lubrificado com água do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ separando as várias etapas do ensaio.

A figura 48A mostra todos os valores de coeficiente de atrito obtidos nos 90 minutos que duraram os ensaios padrão. As Figuras 48B, 48C e 48D destacam as principais características do comportamento do coeficiente de atrito durante o ensaio. Como é mostrado na Figura 48B o teste inicia 120 segundos após o equipamento começar a coletar dados. Este tempo inicial de 120 segundos é utilizado para aguardar a estabilização da rotação do eixo do tribômetro na velocidade escolhida. A figura 48B mostra que no início do ensaio o coeficiente de atrito atinge um valor de $\mu = 0,4$. Os ensaios mostraram que a duração deste pico inicial é de aproximadamente 20 segundos e os valores de coeficiente de atrito atingido neste pico estão na faixa $\mu = 0,4$ a $\mu = 1$. Esta variação ocorre devido ao fato de que a carga é aplicada com as mãos não havendo controle e nem repetibilidade neste processo. Após os 20 segundos de duração do pico, o

coeficiente de atrito diminui para cerca de $\mu = 0,3$. Então, um regime transitório, figura 48C, é observado com variação no coeficiente de atrito na faixa de $\mu = 0,18$ a $\mu = 0,32$. Durante este período de regime transitório o valor médio e a amplitude do coeficiente de atrito se reduzem com o tempo de deslizamento. Estes picos podem ter ocorrido durante os contatos das asperezas, que vão sendo desgastadas até que a superfície atinja uma rugosidade onde a lubrificação é possível. Essa diminuição no coeficiente de atrito não foi gradual, acompanhando o desgaste das cerâmicas até que o sistema atingisse o regime de UBCA como nos trabalhos de Ferreira (2008) e Xu, Kato (2000). Depois de uma hora o coeficiente de atrito atingiu valores de $\mu = 0,005$ como é mostrado na Figura 48D. Durante este último regime mostrado na figura 48D, o coeficiente de atrito é mais estável, e tem amplitudes menores que no regime transitório mostrado na figura 48C. O coeficiente de atrito permanece menor que $\mu = 0,01$ até que o ensaio seja encerrado.

Este comportamento característico de todos os ensaios deste trabalho realizados em temperatura ambiente pode ser visto na figura 49a que repete os resultados da figura 47 agora em escala linear. Na figura 49b, mostram-se os resultados de Ferreira (2008) semelhantes ao de Xu e Kato (2000). Para esses autores a diminuição do coeficiente de atrito foi gradual, acompanhando o desgaste das cerâmicas, até que o sistema atingisse o regime de UBCA.

No presente trabalho a transição do regime com coeficiente de atrito da ordem de décimos para o regime de UBCA ocorreu de modo rápido. Não é uma transição abrupta mas é um processo relativamente rápido se comparado a diminuição que ocorreu até o momento da diminuição para valores da ordem de milésimos. Os valores de coeficiente de atrito levam cerca de uma hora para diminuir de um décimo e em seguida diminui para valores de poucos centésimos em cerca de três minutos e três minutos depois já estão com valores da ordem de milésimos. Apesar da transição dos regimes de coeficiente de atrito durar cerca de 6 minutos, ainda é uma transição rápida comparada aos resultados obtidos por Ferreira (2008) e Xu e Kato (2000).

Figura 49: Resultados do coeficiente de atrito no deslizamento do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado com água, (a) resultados deste trabalho (figura 47) e (b) resultados de Ferreira.

A diferença entre os resultados pode ter sido causada pelo processo de montagem do disco no tribômetro, pois neste trabalho os ensaios foram conduzidos após uma montagem do disco de modo que o batimento fosse menor ou igual a 20 μm . Já no trabalho de Ferreira (2008) esse batimento foi maior. Resultados semelhantes ao da figura 47 já tinha sido apresentado por Jahanmir *et al* (2004) que não apresentou explicação para essa diminuição repentina no coeficiente de atrito. Ou seja, não há na literatura possíveis explicações para a rápida transição dos regimes de coeficiente de atrito como observada neste trabalho.

Xu e Kato (2000) atribuíram o regime de UBCA para o par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Si}_3\text{N}_4$ a diminuição da pressão de contato devido o desgaste na esfera que faz com que forme uma superfície plana que consequentemente aumenta a área aparente de contato. Com essa redução na pressão as superfícies se distanciariam de modo que a ausência de contatos do tipo sólido-sólido permitiria a adsorção de sílica nas superfícies formando um tribofilme lubrificante. Então, o sistema passa a deslizar num regime de lubrificação mista, que consiste na atuação simultânea de lubrificação limite e lubrificação hidrodinâmica. A lubrificação limite é proporcionada pela adsorção da sílica nas superfícies que forma uma camada hidratada com propriedades lubrificantes. A lubrificação hidrodinâmica é proporcionada pelo filme de água. Ferreira em 2008 apresentou a hipótese de que o mesmo ocorreria entre o

par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ onde uma camada de sílica também seria formada na superfície da alumina permitindo o mesmo sistema de lubrificação proposto por Xu e Kato para o par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Si}_3\text{N}_4$.

Considerando corretas as hipótese de Ferreira (2008), Xu e Kato (2000) e fazendo uma análise da lubrificação, estudando apenas a contribuição hidrodinâmica do filme lubrificante, o coeficiente de atrito do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ deve obedecer um comportamento dado pela curva de Stribeck. Ou seja, com carga e temperatura do fluido constantes, o coeficiente de atrito deve variar com a velocidade de deslizamento se prevalecer a lubrificação hidrodinâmica sobre o efeito de lubrificação limítrofe.

5.3.3 Coeficiente de atrito com variação da velocidade de deslizamento

Nas figuras 50 e 51 são apresentados, respectivamente, os resultados da influência da velocidade de deslizamento lubrificado com água do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ durante o regime de UBCA e a curva de Stribeck para o par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$.

Na figura 50, o coeficiente de atrito tende a diminuir com o aumento da velocidade de deslizamento, atingindo um patamar no regime de UBCA e aumentando novamente com a diminuição da velocidade de deslizamento. Esse comportamento mostra que o sistema tem característica hidrodinâmica como proposto por alguns autores para o sistema $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Si}_3\text{N}_4$ (XU, KATO, 2000 ; RANI **et al**, 2004; JORDI **et al**, 2004).

Figura 50: Coeficiente de atrito com variação da velocidade de deslizamento lubrificado com água do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$.

Verifica-se que no primeiro patamar de velocidade constante o coeficiente de atrito atinge um máximo decrescendo acentuadamente ainda neste patamar. Na primeira região de aceleração o coeficiente de atrito continua a diminuir estabilizando-se parcialmente no segundo patamar de velocidades. Na segunda região de aceleração o coeficiente de atrito diminui novamente entrando na região de UBCA. No terceiro patamar de velocidades ($v = 0,71 \text{ m/s}$) o coeficiente de atrito diminui dentro da região de UBCA embora a velocidade seja constante. As duas quedas nas regiões de velocidade constante 1 e 3 sugerem que outro fator, além da velocidade, esteja afetando o coeficiente de atrito. Na região 1, pode ser o crescimento da área plana da esfera e na região 3, como o desgaste é muito pequeno pode estar ocorrendo algum efeito de origem química. As demais variações do coeficiente de atrito ou foram relativamente pequenas ou ocorreram em decorrência da variação de velocidade e serão analisadas a seguir.

Com os dados da figura 50 foi construída a figura 51 da seguinte forma: foram obtidos os valores médios do coeficiente de atrito para cada patamar da curva azul da figura 50, ou seja, para cada valor de velocidade de deslizamento. Esses

valores médios foram plotados em função do número adimensional $\frac{\eta N}{P}$, onde η é a viscosidade do fluido dada em Pas, N é a rotação do disco dada em s^{-1} e P é a pressão de contato dada em Pa. Os valores de rotação do disco estão listados no item 4.4.3.1 em rotações por minutos e foram convertidos para rotações por

segundos.

Figura 51: Curva de Stribeck do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$.

Na figura 51 há dois aspectos importantes para discussão. O coeficiente de atrito diminui com o aumento da velocidade de deslizamento e o coeficiente de atrito é maior quando a velocidade aumenta do que quando diminui.

A diminuição do coeficiente de atrito com o aumento da velocidade de deslizamento em sistemas cerâmicos deslizantes já foi verificada por alguns autores para o sistema $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Si}_3\text{N}_4$. Rani **et al** (2004) obteve resultados semelhantes da influência da velocidade de deslizamento do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Si}_3\text{N}_4$ e apresentou a hipótese que o aumento da velocidade aumenta o desgaste das cerâmicas e consequentemente a formação da sílica que facilita a lubrificação no regime de lubrificação mista. Jordi **et al** (2004) também estudaram o deslizamento lubrificado com água do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Si}_3\text{N}_4$ e fez um tratamento totalmente hidrodinâmico. Em seu trabalho de 2004 Jordi **et al** propõem inclusive, a partir desse tratamento puramente hidrodinâmico, a equação abaixo para calcular a espessura do filme lubrificante. Segundo Jordi **et al**, a equação foi obtida a partir do resultado da integração da equação de Reynolds para geometria retangular e adaptado para a geometria circular. Assim ele determinou que a espessura mínima do filme lubrificante é dada por:

$$h_0 = 0,3 \sqrt{\frac{\eta U D^3}{P}} \quad (35)$$

onde η é a viscosidade do fluido dada em Pas, D é o diâmetro da superfície plana formada na esfera dada em metros, U é a velocidade de deslizamento dada em m/s e P é a carga aplicada em Newton. Jordi **et al** encontrou valores de h_0 na faixa de 15 a 25 nm e concluiu que a lubrificação seria puramente hidrodinâmica, pois se houvessem fatores químicos que influenciassem na lubrificação os valores de coeficiente de atrito seriam pequenos para qualquer velocidade de deslizamento e não aumentaria quando a velocidade fosse diminuída.

O argumento dado pelos autores que calcularam a espessura do filme pode estar incompleto já que a lubrificação pode não ser puramente hidrodinâmica e sim mista como proposto por outros autores. O fato do coeficiente de atrito não ter valores baixos para velocidades de deslizamento baixas não é suficiente para afirmar que o regime de lubrificação durante o UBCA seja puramente hidrodinâmico. Durante o deslizamento em velocidades baixas a contribuição da camada hidratada pode não ser capaz de suportar sozinha a carga aplicada e é necessário a contribuição do filme de água em conjunto com a camada hidratada para que ocorra o fenômeno de UBCA. Outro ponto importante é o fato de que na literatura os resultados apresentados em que o coeficiente de atrito é da ordem de milésimos são apenas em sistemas deslizantes que contém silício. A equação de Jordi **et al** apenas considerou a geometria do sistema sem levar em conta os materiais envolvidos.

É necessário verificar se a espessura do filme é compatível com os valores de rugosidade combinada. Esta verificação será feita por dois caminhos, segundo a equação 35 e uma análise alternativa considerando a rugosidade combinada das duas superfícies.

Empregando a equação proposta por Jordi **et al** (2004) e utilizando os valores da velocidade de deslizamento de 0,71 a 1,07 m/s, que representam os dois patamares de velocidades mais elevadas na figura 50, nos quais o sistema está no regime de UBCA, podemos estimar a espessura mínima do filme lubrificante. Da figura 68 temos que o diâmetro apresentado pela superfície plana formada na esfera, após o ensaio da figura 50, foi de 3,72 mm. A carga foi mantida constante em 54,25 N. A temperatura da água também não variou mantendo-se em torno de 22°C

o que dá uma viscosidade de $0,97 \cdot 10^{-3}$ Pas para a água, vide figura 2. Logo a única variação que ocorreu nestes patamares foi da velocidade de deslizamento e a espessura mínima do filme lubrificante, para as velocidades de 0,71 e 10,7 m/s, fica na faixa de $232 \text{ nm} \leq h_0 \leq 285 \text{ nm}$. Os valores estão numa faixa cujo os valores de espessura mínima do filme são maiores que a maior aspereza*.

A análise alternativa foi feita segundo a curva de Stribeck na qual o coeficiente de atrito atinge valores mínimos no regime de lubrificação EHL. Quando a curva de Stribeck é expressa em termos do afastamento normalizado entre as superfícies (equação 19) tem-se regime EHL para valores de $1 < \lambda < 3$. Para Hutchings a relação entre o número λ e a espessura mínima do filme lubrificante é dada pela equação 19. Logo h_0 é dado por:

$$h_0 = \lambda \sqrt{Rq_1^2 + Rq_2^2} \quad (36)$$

onde Rq_1 e Rq_2 são respectivamente as rugosidades rms da superfície plana formada na esfera e da trilha formada no disco.

Considerando $1 < \lambda < 3$, lubrificação mista, temos que

$$\sqrt{Rq_1^2 + Rq_2^2} < h_0 < 3 \sqrt{Rq_1^2 + Rq_2^2} \quad (37)$$

Os resultados de rugosidade serão apresentados detalhadamente mais adiante (item 5.6.6.3), entretanto é oportuno antecipar que após o ensaio cujos resultados estão na figura 50 a superfície plana formada na esfera apresentou rugosidade rms 50 nm. Já o disco apresentou uma rugosidade rms no interior da trilha de 91 nm na região mais polida e 384 nm na região onde não houve polimento. Fazendo uma média destes valores de rugosidade no interior da trilha formada no disco temos um valor de 237 nm. Considerando estes valores de rugosidades e com a equação 37 é possível estimar a faixa de valores da espessura mínima do filme lubrificante, segundo Hutchings, no deslizamento do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$.

$$\text{Temos que } \bar{\sigma} = \sqrt{50^2 + 237^2} = 242 \text{ nm} \text{ logo } 242 \text{ nm} < h_0 < 726 \text{ nm}.$$

* Considerando os parâmetros de Greenwood e Williamson que serão mostrados nas figuras 67B, temos que a aspereza mais alta apresentada pelas superfícies tem valor de aproximadamente $z + 2\sigma = 228 \text{ nm}$, foram utilizados 2σ por que a superfície plana formada na esfera foi considerada um plano perfeitamente liso e o disco uma superfície rugosa como na teoria de Greenwood e Williamson.

Esta é uma faixa de valores compatível com a rugosidade combinada do sistema estudado e evidentemente é compatível com a maior aspereza detectada na superfície dos corpos.

O coeficiente de atrito é maior quando a velocidade está sendo aumentada do que quando está sendo diminuída para mesmos valores de velocidades. Esse resultado pode ter ocorrido devido ao fato de que no início do ensaio, com velocidade de deslizamento de 0,36 m/s, ocorrem contatos do tipo sólido-sólido entre as cerâmicas e ainda não houve a formação do filme lubrificante entre as superfícies deslizantes. O aumento da velocidade forma o filme lubrificante e o regime de UBCA é atingido. A diminuição da velocidade faz com que o coeficiente de atrito tenda a aumentar novamente. Porém, os valores médios para cada velocidade ficam menores que os valores médios obtidos durante o aumento da velocidade. Uma hipótese é que o filme lubrificante precisa ser formado no início do ensaio, para separar as superfícies e levar a redução do coeficiente de atrito, isso ocorre com o aumento da velocidade. Já na diminuição da velocidade as superfícies já estão separadas pelo filme lubrificante e é mais fácil deslizar mesmo em baixas velocidades, pois o filme já está formado e apesar de estar sendo desfeito dificulta o contato direto entre as cerâmicas, fazendo com que o coeficiente de atrito seja menor que durante o aumento da velocidade.

Em resumo, os experimentos com velocidade variável mostraram que há um componente hidrodinâmico para o estabelecimento do regime de UBCA. Entretanto, na curva da figura 50, ocorreram duas alterações no coeficiente de atrito com velocidade constante, sendo uma destas variações dentro do regime de UBCA. Este comportamento talvez possa ser explicado por efeitos químicos ou triboquímicos o que confirmaria a hipótese de que a lubrificação é mista durante o regime de UBCA.

5.3.4 Coeficiente de atrito com variação da carga aplicada

Nas figuras 52 e 53 são apresentados os resultados da influência da carga aplicada no coeficiente de atrito no deslizamento lubrificado com água do par

$\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ durante o regime de UBCA. Na figura 52 o aumento da carga foi realizado por meio da adição de pesos mortos de discos de aços, como mostram as figuras 33 e 34, durante o regime de UBCA. O aumento da carga não afetou o regime de UBCA e o coeficiente de atrito se manteve da ordem de milésimos até uma carga aplicada de aproximadamente 82 N. Ao aumentar a carga de 82 para 91 N o coeficiente de atrito sofre um aumento abrupto atingindo valores próximos a $\mu = 0,35$. Esse salto no valor do coeficiente de atrito pode ter ocorrido devido ao aumento na pressão de contato que supera a pressão suportada pelo filme lubrificante, rompendo-o. A diminuição do coeficiente de atrito observada na figura 52, nos últimos instantes do ensaio, é devido ao fato da retirada total da carga após o rompimento do filme lubrificante para preservar o equipamento.

O aumento brusco de aproximadamente 10 N na carga aplicada em cada patamar afeta o sistema e são observados picos no coeficiente de atrito nos instantes da adição da carga (figura 52). Nestes picos o coeficiente de atrito atinge valores da ordem de centésimos e tem duração da ordem de segundos. Após este tempo de duração dos picos o sistema volta a apresentar coeficiente de atrito da ordem de milésimos. Quando o coeficiente de atrito atingiu valores da ordem de décimos com uma carga aplicada de 91 N não restabeleceu novamente o regime de UBCA.

No ensaio da figura 53 em que a carga foi aumentada suavemente com o uso de esferas de chumbo, como mostrado na figura 35, não foram observados picos no coeficiente de atrito, da ordem de centésimos, no momento da adição da carga. Além disso, o sistema suportou uma carga final de aproximadamente 94 N mantendo-se no regime de UBCA. Ao longo da aplicação de carga ocorreu um pequeno aumento no coeficiente de atrito com o aumento da carga aplicada.

Ao final dos ensaios das figuras 52 e 53 as esferas apresentaram superfícies planas com diâmetros de 3,77 mm e 3,23 mm, respectivamente. Considerando que estes diâmetros sejam decorrentes do running-in, ou seja, as superfícies planas formaram-se naquele período dos ensaios, usou-se o menor destes diâmetros obtendo-se a variação na pressão nominal na faixa de 6,22 a 10,82 MPa ao longo da aplicação da carga. Nesta faixa de variação de pressão não há variação na viscosidade da água como mostra a figura 2. Outros autores já haviam verificado a independência do carga no coeficiente de atrito. No trabalho de

Ye **et al** (2002) o coeficiente de atrito no deslizamento do par sialon-nitreto de silício manteve-se aproximadamente constante com o aumento da carga aplicada. Muratov **et al** (1999) estudou a variação da carga aplicada no deslizamento do par similar $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Si}_3\text{N}_4$ lubrificado com água e observou que o coeficiente de atrito manteve-se aproximadamente constante para uma variação de carga na faixa de 0 a 70 N quando o sistema foi lubrificado com água.

Figura 52: Variação da carga aplicada com adição de peso morto (discos de aço) no deslizamento lubrificado com água do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ durante o regime de UBCA.

Figura 53: Variação da carga aplicada com adição de peso morto (esferas de chumbo) no deslizamento lubrificado com água do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ durante o regime de UBCA.

Na figura 53 o coeficiente de atrito manteve-se do ordem de milésimos mesmo para carga de 94 N. Porém, se a carga continua a ser aumentada, mesmo com um aumento suave, o coeficiente de atrito sofre um salto para valores da ordem de décimos como mostra a figura 54 abaixo.

Figura 54: Variação da carga aplicada com adição de peso morto (esferas de chumbo) no deslizamento lubrificado com água do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$, durante o regime de UBCA, até o rompimento do filme lubrificante.

No ensaio da figura acima a carga foi aumentada até o sistema sair do regime de UBCA. A carga para a qual o regime de UBCA foi interrompido não foi muito maior que 94 N, mostrando que no ensaio da figura 53 o sistema já estava no limite entre romper ou não o filme lubrificante. Estes ensaios foram realizados sempre após um ensaio padrão em temperatura de 22°C . Ou seja, a variação da carga só foi realizada depois que o sistema atingiu o regime de UBCA com uma carga de 54 N. Não é possível afirmar que os mesmos valores de coeficiente de atrito seriam observados com os mesmos valores de cargas, maiores que 54 N, se a carga fosse maior desde o início do ensaio.

Na figura 55 são apresentadas as médias do coeficiente de atrito em cada patamar dos ensaios das figuras 52 e 53. É possível notar que no caso da adição da carga aplicada com esferas de chumbo o sistema sofreu uma perturbação menor que no caso da adição da carga aplicada com discos de aço.

Figura 55: Efeitos da carga aplicada no coeficiente de atrito do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ durante o regime de UBCA.

A diferença entre os desvios nos valores do coeficiente de atrito mostra como o sistema é menos perturbado com variações suaves na carga aplicada. Além dos valores de desvios também houve uma maior dispersão do valor médio para cada patamar quando a carga foi variada com a adição de discos de aço. O valor médio do coeficiente de atrito ficou na faixa de $\mu = 0,002$ a $\mu = 0,007$ quando a carga foi variada com a adição de discos de aço. Já com a variação suave na carga utilizando esferas de chumbo o valor médio do coeficiente de atrito ficou na faixa de $\mu = 0,001$ a $\mu = 0,004$. Essa pequena diferença para menos no coeficiente de atrito do ensaio da figura 53 em comparação com os resultados da figura 52 confirma uma menor perturbação do sistema quando a carga é aumentada suavemente.

5.3.5 Ensaio padrão com temperatura controlada

Nas figuras 56 até 61 estão apresentados os resultados dos ensaios padrão com temperatura controlada. Nestes ensaios é possível notar que o tempo de running-in varia bastante para ensaios com as mesmas condições de velocidade de deslizamento, carga aplicada e temperatura da água.

Nos ensaios em que a temperatura da água foi mantida em valores abaixo de 20°C o coeficiente de atrito não atingiu valores da ordem de milésimos para o tempo de ensaio de até 5500 segundos.

Figura 56: Ensaios padrão a temperatura de aproximadamente 3°C.

Figura 57: Ensaios padrão a temperatura de aproximadamente 11°C.

O sistema não atingiu o regime de UBCA e o coeficiente de atrito ficou entre $\mu = 0,011$ e $\mu = 0,020$ nos ensaios com temperatura fixa em 3°C e com valores de aproximadamente $\mu = 0,015$ nos ensaios com temperatura fixa em 11°C. O regime de UBCA não foi atingido para nenhum dos ensaios das figuras 56 e 57 mas isso não quer dizer que o sistema não entraria em regime de UBCA. Como mostram as figuras 56 e 57 o coeficiente de atrito não entrou num regime totalmente estacionário e sim tem comportamento de diminuição, ou seja, só é possível afirmar que para o tempo em que os ensaios foram realizados não foi observado um regime permanente, nem para valores acima nem para valores abaixo de $\mu = 0,01$. Ensaios com tempos mais longos poderiam revelar em que valor, em regime permanente, o

coeficiente de atrito chegaria.

Nas figuras 58, 59 e 60 a temperatura da água foi mantida em 21, 30 e 40°C, respectivamente. No ensaio realizado com temperatura da água fixa em 21°C as curvas apresentaram comportamentos semelhantes em todos os ensaios com tempo de running-in bem próximos, todos de aproximadamente 60 minutos, e valores de coeficiente de atrito em regime estacionário entre $\mu = 0,005$ e $\mu = 0,007$. Já nos casos em que a temperatura da água foi mantida em 30 e 40°C as curvas apresentaram comportamentos diferentes nos três ensaios realizados, com dispersão no tempo de running-in, tanto na temperatura de 30°C onde o tempo de running-in ficou entre 56 e 90 minutos, como na temperatura de 40°C onde o tempo de running-in ficou entre 53 minutos e um tempo maior que o tempo de ensaio. Nas temperaturas de 30°C foi observado o regime de UBCA nos três ensaios. Na temperatura de 40°C só foi observado o regime de UBCA apenas para um dos três ensaios. O tempo de running-in dos ensaios em temperaturas de 30 e 40°C ficou em valores próximos ao tempo de running-in dos ensaios realizados a 21°C nos casos em que o regime de UBCA foi atingido.

Figura 58: Ensaios padrão a temperatura de aproximadamente 21°C.

Figura 59: Ensaios padrão a temperatura de aproximadamente 30°C.

Figura 60: Ensaios padrão a temperatura de aproximadamente 40°C.

Nos ensaios realizados com temperatura fixa em 50°C não foi possível verificar o tempo de running-in, pois foi maior que o tempo de ensaio. O coeficiente de atrito apresentou valores entre $\mu = 0,07$ e $\mu = 0,4$ no final dos ensaios. O fato do tempo de ensaio ser menor que o tempo de running-in não permitiu verificar nem a presença de um regime permanente de coeficiente de atrito nem qual o tempo necessário para o sistema entrar neste regime e não foi possível verificar se nesta temperatura o sistema deslizante entraria ou não no regime de UBCA.

Figura 61: Ensaios padrão a temperatura de aproximadamente 50°C.

Nos ensaios das figuras acima podemos notar uma grande semelhança no comportamento do coeficiente de atrito, nos três ensaios em cada temperatura, no início da curva. Nota-se que o coeficiente de atrito apresentou um comportamento muito semelhante nos dez primeiros minutos do ensaio. Em seguida as curvas começam a ter comportamentos diferentes e apresentam tempos de running-in com uma grande dispersão. Os resultados mostraram que, para o tempo de ensaio, existe uma faixa de temperatura onde o regime de UBCA é atingido e isso ocorre para temperaturas próximas a 20°C até temperaturas próximas a 40°C onde foram observados coeficientes de atrito da ordem de milésimos. Já para temperaturas fora desta faixa não foram observados coeficientes de atrito no regime de UBCA. Para temperaturas menores que 20°C o tempo de running-in ficou em média menor que nos ensaios na faixa da temperatura entre 20 e 40°C. No entanto, não foi observado um regime permanente de coeficiente de atrito. Para temperatura acima de 40°C não foi possível verificar nem o tempo de running-in nem a presença de um regime permanente de coeficiente de atrito.

5.3.6 Caracterização das superfícies ensaiadas

A seguir são apresentados os resultados das caracterizações realizadas nas superfícies ensaiadas. As figuras seguem a seguinte ordem: Perfil obtido na

superfície do disco antes do ensaio, perfis obtidos nas trilhas de desgaste após os ensaios padrão, nos ensaios com variação de velocidade de deslizamento, nos ensaios com variação da carga aplicada e nos ensaios padrão com temperaturas fixas. O retângulo vermelho foi usado para delimitar a região interna da trilha de desgaste e a seta preta para indicar a direção de deslizamento. Junto com os perfis são apresentados os parâmetros de Greenwood e Williamson para cada perfil, obtidos com o software SUMMITIS citado no item 4.5.1.1. Os parâmetros de G&W e as rugosidades rms serão compilados em tabelas logo após a apresentação das figuras.

5.3.6.1 Superfície do disco antes do ensaio

Abaixo são apresentadas as características da superfície do disco de alumina antes dos ensaios. As superfícies dos discos apresentaram uma rugosidade rms de cerca de 350 nm antes dos ensaios e parâmetros de Greenwood e Williamson como mostrados na figura 62 abaixo.

Figura 62: Superfície do disco de Al₂O₃ antes de ser ensaiada com seu respectivo perfil de rugosidade.

Antes dos ensaios as superfícies dos discos apresentavam uma rugosidade isotrópica com densidade superficial de picos, dada em picos por metro

quadrado, com dez ordens de grandeza. Os picos apresentavam altura média $z = 0,188 \mu\text{m}$ com desvio $\sigma = 0,112 \mu\text{m}$ e raio médio de $\beta = 4,129 \mu\text{m}$.

5.3.6.2 Ensaio padrão

Nas figuras abaixo são apresentadas as superfícies das cerâmicas após um ensaio padrão em temperatura ambiente. O disco apresentou desgaste diferente em diferentes regiões da trilha formada. Na figura 63A, nota-se um desgaste que levou a uma diminuição de 61% na rugosidade rms, em relação ao valor apresentado pelo disco virgem. Já na figura 63B, nota-se uma região da trilha onde o desgaste não levou a uma diminuição igual a da região mostrada na figura 63A e a rugosidade rms teve uma diminuição de 17%, em relação ao valor apresentado pelo disco virgem. Os perfis de rugosidade no disco de alumina ficaram semelhantes ao perfil apresentado no trabalho de Rani et al (2004) quando foi estudado o deslizamento da par $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{Al}_2\text{O}_3$.

Figura 63: Trilha desgastada no disco, com seus respectivos perfis de rugosidade, no ensaio de padrão realizado a temperatura ambiente.

Autores como Xu e Kato (2000), Rani et al (2004), Jahanmir **et al** (2004) afirmam que o desgaste das superfícies é predominantemente maior durante o running-in e quase nulo durante o regime de UBCA. Por esse motivo, é razoável dizer, com boa aproximação, que as condições de contato durante o regime de UBCA são constantes. Nas figuras 63A e B os parâmetros de G&W apresentados pela superfície do disco no interior da trilha de desgaste foram substancialmente parecidos.

Figura 64: Superfície plana desgastada na esfera com seu respectivo perfil de rugosidade no ensaio padrão realizado em temperatura ambiente.

A superfície plana formada na esfera apresentou diâmetro de $3,22 \pm 0,01$ mm e perda volumétrica de $0,97 \pm 0,01$ mm³. Os parâmetros de G&W apresentados pela superfície formada na esfera são semelhantes aos apresentados pela trilha de desgaste formada no disco com uma pequena diferença para menos.

Nos trabalhos da literatura sobre deslizamento do nitreto de silício contra ele mesmo a superfície das amostras apresentaram rugosidade da ordem de nanômetros semelhante ao que foi observado neste trabalho na superfície plana formada na esfera de nitreto de silício (TOMIZAWA, FISCHER, 1987; CHEN, KATO, ADACHI, 2001; RANI **et al**, 2004; JORDI, ILIEV, FISCHER, 2004). Os discos de alumina, por outro lado, não apresentaram bom polimento, já que ficaram com rugosidade de centenas de nanômetros. No entanto, o regime de UBCA foi atingido.

Segundo Stachowiak (1999) e Hutchings (1992), o desgaste no deslizamento das cerâmicas com elevadas cargas e elevadas velocidades de deslizamento ocorre por fratura frágil, como mostra na figura abaixo.

Figura 65: Desgaste das cerâmicas por fratura frágil em condições de elevadas cargas e elevadas velocidades (STACHOWIAK, 1999).

O modelo de desgaste da figura 65 é confirmado nos perfis de rugosidade do disco de alumina que apresentou variações abruptas apenas para a direção que aponta para o interior da cerâmica indicando o desgaste pelo arranque de partículas e com a eliminação de asperezas. Esse mecanismo de desgaste ocorre nos primeiros minutos de ensaio quando a superfície plana na esfera ainda não foi formada e consequentemente a área de contato é bem pequena e nestes minutos iniciais o sistema desliza em condições de alta pressão de contato.

Apesar de em alguns pontos a superfície apresentar rugosidades de centenas de nanômetros, resultados decorrente dos buracos formados pelo mecanismo de desgaste, mostrado na figura 65, o sistema atingiu o regime de UBCA. Uma hipótese é que a água, partículas de sílica e/ou de hidróxido e tri-hidróxido de alumínio tivessem preenchido esses buracos possibilitando a formação do filme lubrificante como mostra a figura 66 abaixo. No procedimento adotado neste trabalho a lavagem dos discos após os ensaios talvez tenha removido este depósito. Essa seria uma complementação da hipótese apresentada por Ferreira (2008).

Figura 66: Modelo de deslizamento do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$.

A literatura diz que o fenômeno de UBCA depende de superfícies muito polidas que possibilitam a lubrificação. No entanto, os resultados deste trabalho (figura 63B) mostram que o regime de UBCA não necessita de superfícies super polidas. Isso indica que a rugosidade pode não ser um parâmetro suficiente para prever o comportamento tribológico no deslizamento de materiais cerâmicos.

As mudanças nos parâmetros de G&W mostraram que houve uma mudança nas condições de contato. As figuras 63A e 63B mostram que mesmo com rugosidades diferentes no interior das trilhas e com valores cerca de 6 vezes maiores que a rugosidade apresentada por Jahanmir *et al* (2004) o sistema atingiu coeficiente de atrito da ordem de milésimo. Segundo Kato e Adachi (2002), a rugosidade deve ser de cerca de 10 nm para que o fenômeno de UBCA ocorra no deslizamento do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Si}_3\text{N}_4$. Para o par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ não foram necessárias as condições inicial nem final de rugosidade como mostradas na literatura para a ocorrência do fenômeno de UBCA.

5.3.6.3 Ensaio com variação na velocidade de deslizamento

As figuras 67 e 68 mostram o aspecto típico das trilhas formadas no disco e na superfície plana formada na esfera após os ensaios de variação de velocidade de deslizamento durante o regime de UBCA.

Figura 67: Trilha desgastada no disco, com seus respectivos perfis de rugosidade, após os ensaios de variação de velocidade no regime de UBCA.

Figura 68: Superfície plana formada na esfera com seu respectivo perfil de rugosidade após os ensaios de variação de velocidade no regime de UBCA.

O diâmetro da superfície plana após o ensaio de variação de velocidade de deslizamento ficou com valor de $3,86 \pm 0,02 \text{ mm}$, 17% maior que o valor registrado após os ensaios padrão que antecede o ensaio de variação de velocidade. O ensaio de variação de velocidade durou 150 minutos dos quais 100

minutos o sistema ficou em regime de UBCA e os 50 minutos restantes, sendo 35 minutos antes e 15 minutos depois do regime de UBCA, com coeficiente de atrito maior que $\mu = 0,01$. O tempo de running-in dos ensaios padrão são de aproximadamente 60 minutos e é onde ocorre a maior parte do desgaste das cerâmicas, segundo a literatura (XU, KATO, 2000). No ensaio com variação de velocidade de deslizamento a esfera apresentou perda volumétrica de $1,076 \pm 0,022 \text{ mm}^3$, um desgaste 8% maior que o desgaste da esfera após o ensaio padrão. Como o ensaio ficou 50 minutos com deslizamento fora do regime de UBCA este desgaste pode ser decorrente destes momentos onde o deslizamento ocorreu a velocidades inferiores a 0,5 m/s e podem ter ocorridos contatos entre as cerâmicas devido a ausência ou má formação do filme lubrificante.

5.3.6.4 Ensaio com variação da carga aplicada

Nas figuras 69 a 72 são mostrados o aspecto típico das trilhas formadas no disco e da superfície plana formada na esfera nos ensaios de variação da carga aplicada durante o regime de UBCA. As figuras 69 e 70 mostram a superfície do disco e a superfície plana da esfera após o ensaio de variação de carga com discos de aço. As figuras 71 e 72 mostram a superfície do disco e a superfície plana da esfera após o ensaio de variação suave na carga aplicada realizada com esferas de chumbo.

Figura 69: Trilha desgastada no disco, com seus respectivos perfis de rugosidade, após os ensaios de variação da carga aplicada com pesos mortos no regime de UBCA.

O diâmetro da superfície plana formada na esfera, após o ensaio de variação da carga aplicada, realizado com a adição do discos de aço, apresentou valor de $3,77 \pm 0,03 \text{ mm}$ 17% maior que o diâmetro apresentado no ensaio padrão que antecede o ensaio com variação da carga aplicada. A perda volumétrica apresentada pela esfera foi de $0,880 \pm 0,023 \text{ mm}^3$, 12% menor que a perda volumétrica da esfera no ensaios padrão. A superfície plana formada na esfera apresentou rugosidade rms de 70 nm e os parâmetros de G&W levemente menores que os valores das trilhas de desgaste.

Figura 70: Superfície plana formada na esfera com seu respectivo perfil de rugosidade após os ensaios de variação da carga aplicada no regime de UBCA.

Figura 71: Trilha desgastada no disco, com seus respectivos perfis de rugosidade, após os ensaios de variação da carga aplicada empregando-se esferas de chumbo no regime de UBCA.

O diâmetro da superfície plana formada na esfera após o ensaio de variação da carga aplicada, realizada com a adição de esferas de chumbo, apresentou valor de $3,23 \pm 0,02 \text{ mm}$, 3% maior que o diâmetro apresentado no

ensaio padrão que antecede o ensaio com variação da carga aplicada. A esfera apresentou uma perda volumétrica de $0,14 \pm 0,016 \text{ mm}^3$, 86% menor que a perda volumétrica da esfera no ensaio padrão. A superfície plana formada na esfera apresentou rugosidade rms de 45 nm e parâmetros de G&W levemente menores que os valores das trilhas de desgaste com exceção da densidade superficial de picos.

Figura 72: Superfície plana formada na esfera com seu respectivo perfil de rugosidade após o ensaio de variação da carga aplicada no regime de UBCA.

Os desgastes das esferas nos ensaios de variação de carga, com elevação da carga por meio da adição de discos de aço, durante o regime de UBCA, confirmam que os contatos durante o deslizamento entre as cerâmicas ocorreu de maneira mais severa quando comparado ao ensaio em que a carga aplicada foi variada com esferas de chumbo, como já havia sido mostrado nas figuras 52 e 53, onde são observados picos no coeficiente de atrito indicando que a lubrificação do sistema não suportou a variação de carga por um pequeno intervalo de tempo. Nestes momentos onde o atrito aumentou podem ter ocorrido contatos entre as superfícies deslizantes que levaram ao desgaste. Já no ensaio em que a carga foi variada com esferas de chumbo não há a ocorrência de picos no coeficiente de atrito, mostrando que o filme lubrificante foi menos afetado pela adição de carga e impediu contato entre as cerâmicas, mantendo o sistema em regime de UBCA onde há desgaste quase nulo. Os resultados de desgaste da esfera reforçam a hipótese apresentada por Xu e Kato (2000) que o desgaste é menor durante o regime de UBCA quando comparado com o desgaste que ocorre durante o running-in.

Nas figura 73 abaixo são mostradas trincas presentes na superfície do disco após os ensaios com variação de carga aplicada em que houve o rompimento do filme lubrificante (figuras 52 e 54). Foi possível notar a presença de trincas nas superfícies do disco, o que não ocorreu nos ensaios com carga constante de 54 N. Isso mostra que as forças tangencial e normal são capazes de formar trincas nas cerâmicas estudadas neste trabalho e não foram encontrados resultados parecidos na literatura. No entanto, Hutchings (1992) e Stachowiack (2004) dizem que materiais cerâmicos sofrem trincamento quando submetidos a altas pressões.

Figura 73: Trincas presentes na superfície do disco após ensaios com variação de carga em que houve o rompimento do filme lubrificante.

5.3.6.5 Ensaio de running-in em temperaturas fixas

Abaixo são apresentadas figuras da trilha desgastada no disco e da superfície plana formada na esfera, bem como os perfis de rugosidade nos ensaios padrão nas temperaturas de 3, 11, 21, 30, 40 e 50°C. É mostrado também o desgaste das cerâmicas em função da temperatura do ensaio.

Nas figuras 74 e 75 são apresentadas as superfícies dos discos e a superfície plana formada na esfera nos ensaios em que a temperatura foi fixada em 3°C. Nas figuras 76 e 77 são apresentadas as superfícies dos discos e da superfície plana formada na esfera nos ensaios em que a temperatura foi fixada em 11°C.

Figura 74: Trilha desgastada no disco, com seus respectivos perfis de rugosidade, no ensaio padrão realizado a temperatura de 3°C.

A superfície plana formada na esfera, no ensaio a temperatura de aproximadamente 3°C apresentou um diâmetro de $2,38 \pm 0,03 \text{ mm}$.

Figura 75: Superfície plana formada na esfera com seu respectivo perfil de rugosidade no ensaio padrão realizado a temperatura de 3°C.

Figura 76: Trilha desgastada no disco, com seus respectivos perfis de rugosidade, no ensaio padrão realizado a temperatura de 11°C.

A superfície plana formada na esfera, no ensaio a temperatura de aproximadamente 11°C, apresentou um diâmetro de $3,15 \pm 0,02 \text{ mm}$.

Figura 77: Superfície plana formada na esfera com seu respectivo perfil de rugosidade no ensaio padrão realizado a temperatura de 11°C.

Os valores de rugosidade e parâmetros de G&W apresentados pelas superfícies dos discos e pelas superfícies planas formadas nas esferas, nos ensaios a temperaturas de 3 e 11°C, mostram que as condições de deslizamento nos dois ensaios foram muito semelhantes e em ambos os casos o sistema não atingiu o regime de UBCA. Os parâmetros de G&W nas superfícies das cerâmicas nestes ensaios mostram que as condições de deslizamento não foram as mesmas que nos ensaios a 21°C. A viscosidade da água, na temperatura de 3 e 11°C, é cerca de 65 e 30% maior que na temperatura de 21°C, respectivamente. Pode ter ocorrido de o diâmetro da superfície plana não ter atingido valores que propiciem uma área que seja capaz de diminuir a pressão de contato possibilitando o fenômeno de UBCA, como sugerido por Xu e Kato em 2000. Devido a uma maior viscosidade da água nas temperaturas de 3 e 11°C, comparada a viscosidade a 21°C, pode ter ocorrido uma separação das cerâmicas fazendo com que a taxa de desgaste tenha diminuindo e assim, para o tempo de ensaio, talvez o sistema não tenha atingindo as condições de pressão, densidade superficial de picos e raio das asperezas necessárias para que o coeficiente de atrito atingisse valores de ordem de milésimos. As densidades de picos nas superfícies da superfície plana formadas nas esferas ficaram muito diferentes do valor obtido no ensaio a 21°C assim como o raio das asperezas ficaram menores o que pode contribuir para uma maior coeficiente de atrito.

Nas figuras 78 e 79 são repetidas as figuras 63 e 64 que mostram as

superfícies desgastadas no disco e na esfera no ensaio a temperatura de 21°C, onde o regime de UBCA foi atingido.

Figura 78: Trilha desgastada no disco, com seus respectivos perfis de rugosidade, no ensaio padrão realizado a temperatura de 21°C.

A superfície plana formada na esfera, no ensaio a temperatura fixa de 21°C, apresentou diâmetro de $3,22 \pm 0,03 \text{ mm}$. Os parâmetros de G&W apresentados pela superfície formada na esfera são semelhantes aos apresentados pela trilha de desgaste formada no disco, com uma pequena diferença para menos. A rugosidade rms apresentada mostra que a superfície da superfície plana formada na esfera ficou mais polida que a trilha formada no disco, dando ainda mais condições para a redução no atrito durante o deslizamento.

Figura 79: Superfície plana formada na esfera com seu respectivo perfil de rugosidade no ensaio padrão realizado a temperatura de 21°C.

Nas figuras 80 até 83 são apresentadas as superfícies dos discos e da superfície plana formada na esfera nos ensaios em que a temperatura foi fixada em 30 e 40°C. As figuras 80A e 80B e figura 81, são referentes aos ensaios em que a temperatura foi fixada em 30°C, e as figuras 82A e 82B e figura 83 são referentes aos ensaios em que a temperatura foi fixada em 40°C.

Figura 80: Trilha desgastada no disco, com seus respectivos perfis de rugosidade, no ensaio padrão realizado a temperatura de 30°C.

A superfície plana formada na esfera, no ensaio a temperatura de aproximadamente 30°C apresentou um diâmetro de $3,52 \pm 0,03 \text{ mm}$.

Figura 81: Superfície plana formada na esfera com seu respectivo perfil de rugosidade no ensaio padrão realizado a temperatura de 30°C.

Figura 82: Trilha desgastada no disco, com seus respectivos perfis de rugosidade, no ensaio de padrão realizado a temperatura de 40°C.

Figura 83: Superfície plana formada na esfera com seu respectivo perfil de rugosidade no ensaio padrão realizado a temperatura de 40°C.

A superfície plana formada na esfera, no ensaio a temperatura de aproximadamente 40°C apresentou um diâmetro de $3,73 \pm 0,02 \text{ mm}$.

As figuras 59 e 60 mostram que o fenômeno de UBCA pode ocorrer em temperaturas de 30 e 40°C. No entanto a viscosidade da água, nestas temperaturas,

é cerca de 20 e 35% menores que na temperatura de 21°C respectivamente. Segundo Hutchings (1992), a viscosidade dos lubrificantes a base de óleos variam na faixa de 2 a 400 mPas. Ou seja, nas temperaturas de 30 e 40°C a água tem uma viscosidade de aproximadamente 0,8 e 0,6 mPas, respectivamente, menor que a viscosidade mínima apresentada por Hutchings para óleos lubrificantes. Mesmo em temperaturas próximas a zero graus Celsius a água não atinge viscosidade de 2 mPas. Apesar da água não ter viscosidade suficiente para permitir a lubrificação hidrodinâmica, o coeficiente de atrito atingiu valores da ordem de milésimo em ensaios a temperaturas de 30 e 40°C. Nestes ensaios o diâmetro da superfície plana formada na esfera ficou maior que no caso do ensaio a temperatura de 21°C. Porém, com uma lubrificação hidrodinâmica pura dificilmente o coeficiente de atrito chegaria a valores tão baixos nestas temperaturas, pois para conseguir uma separação das superfícies talvez fosse necessárias condições de deslizamento com velocidades maiores que um metro por segundo. A hipótese de que a lubrificação deste sistema deslizante é mista, lubrificação limite proporcionada pelas camadas hidratadas formadas nas superfícies somada a lubrificação hidrodinâmica devido a um filme de água, parece ser a melhor explicação para o fato de o sistema ter atingido coeficiente de atrito da ordem de milésimos em temperaturas de 30 e 40°C. O tempo de ensaio foi o mesmo para todos os ensaios em todas as temperaturas, logo a taxa de desgaste foi maior para estes ensaios a temperaturas maiores que 21°C e assim a contribuição da camada de sílica no filme lubrificante pode ter aumentado compensando a perda na contribuição hidrodinâmica devido a redução da viscosidade da água. Este resultado reforça a hipótese de lubrificação mista apresentada por Xu e Kato (2000).

Nas figuras 84 até 85 são apresentadas as superfícies dos discos e da superfície plana formada na esfera nos ensaios em que a temperatura foi fixada em 50°C.

Figura 84: Trilha desgastada no disco, com seus respectivos perfis de rugosidade, no ensaio de padrão realizado a temperatura de 50°C.

Figura 85: Superfície plana formada na esfera com seu respectivo perfil de rugosidade no ensaio padrão realizado a temperatura de 50°C.

A superfície plana formada na esfera, no ensaio a temperatura de aproximadamente 50°C, apresentou um diâmetro de $4,12 \pm 0,03 \text{ mm}$.

Nos ensaios a 50°C não foi observado, para o tempo de ensaio, o regime de UBCA nem outro valor de coeficiente de atrito em regime permanente. Os

resultados de rugosidade e parâmetros de G&W apresentados pelas superfícies das cerâmicas após o ensaio mostraram que as condições de deslizamento ficaram bem diferentes das ocorridas nos ensaios a temperatura 21°C. Mesmo com maior taxa de desgaste das cerâmicas o filme lubrificante não foi totalmente formado. Nesta temperatura a viscosidade da água é cerca de 46% menor que a temperatura de 21°C e talvez a camada hidratada não seja capaz de suprir a diminuição da contribuição hidrodinâmica devido a diminuição da viscosidade da água e como não há uma separação das superfícies ocorrem contatos severos entre as superfícies que proporcionam um maior coeficiente de atrito.

As tabelas 8 e 9 e 10 mostram os resultados de rugosidade rms e parâmetros de G&W nas trilhas formadas nos discos e nas superfícies planas formadas nas esferas nos ensaios padrão a temperaturas fixas. A nomenclatura trilha 1 e trilha 2 são referentes as regiões mais e menos polidas nas trilhas formadas nos discos respectivamente.

Tabela 8: Rugosidades rms apresentadas pelos materiais ensaiados após os ensaios padrão em temperaturas fixas.

T (°C)	Rq (μm)	Rq (μm)	Rq (μm)
	Trilha 1	Trilha 2	Esfera
3	0,181	0,613	0,066
11	0,194	0,616	0,063
21	0,139	0,292	0,046
30	0,141	0,551	0,054
40	0,161	0,939	0,050
50	0,640	0,684	0,120

Na tabela 8 nota-se que a superfície plana formada na esfera apresentou rugosidades rms semelhantes, exceto no ensaio a 50°C. As trilhas formadas nos discos também apresentaram rugosidades semelhantes nas regiões mais polidas, novamente, com exceção do ensaio realizado a 50°C. Todas as rugosidades apresentadas nestes casos, nas temperaturas até 40°C, ficaram menores que a rugosidade inicial do disco mostrada na figura 62. Já nas regiões menos polidas as

trilhas apresentaram para a maioria dos ensaios uma rugosidade rms maior que a inicial, exceto no ensaio a 21°C.

Estes resultados mostram que a rugosidade pode não ser um bom parâmetro para a análise do fenômeno, uma vez que não houve um super polimento na superfície do disco e ainda assim foram observados valores de coeficiente de atrito da ordem de milésimos. A superfície plana formada na esfera apresentou rugosidade semelhante a valores mostrados na literatura e uma ordem de grandeza menor que a rugosidade do disco. Os resultados de perfilometria apresentados nos ensaios da 30 e 40°C mostram que a rugosidade da superfície plana formada na esfera é cerca de 9% e 5% do valor da região menos polida da trilha nestes ensaios, respectivamente. Mesmo com uma diferença tão grande nas rugosidades das superfícies do disco e da esfera o regime de UBCA foi atingido. Talvez a rugosidade da esfera tenha dominado o fenômeno, pois o disco pode ter apresentado rugosidades elevadas devido ao fato de terem sofrido arrancamento de partículas.

Tabela 9: Parâmetros de G&W apresentados pelos discos de alumina após os ensaios padrão em temperaturas fixas.

T (°C)	z (μm)	σ (μm)	β (μm)	η (10 ⁹ /m ²)	z (μm)	σ (μm)	β (μm)	η (10 ⁹ /m ²)
	Trilha 1	Trilha 1	Trilha 1	Trilha 1	Trilha 2	Trilha 2	Trilha 2	Trilha 2
3	0,050	0,032	4,761	13,20	0,143	0,106	4,606	16,9
11	0,055	0,036	4,705	12,50	0,148	0,088	4,550	16,10
21	0,047	0,042	4,937	8,39	0,057	0,039	4,857	10,40
30	0,052	0,040	4,904	7,45	0,175	0,131	4,568	12,20
40	0,059	0,045	4,664	5,49	0,282	0,168	4,606	15,00
50	0,203	0,182	4,717	8,31	0,236	0,194	4,850	9,24
DV	0,188	0,112	4,129	20,30				

Na tabela 9 nota-se que não houve grandes diferenças nas alturas médias, nos desvios das alturas e nos raios das asperezas na trilha 1 dos discos, exceto no ensaio a 50°C. As densidades superficial de picos mostram uma diminuição com o aumento da temperatura, analisando apenas a região da trilha 1. Já na trilha 2, região menos polida, quando analisamos a altura média e o desvio da

altura média, foi possível notar uma diferença entre os valores apresentados no ensaio a 21°C dos demais. Os raios das asperezas novamente apresentaram valores semelhantes em todas as temperaturas. A densidade superficial de picos, exceto pelo resultados do ensaio a 40°C, apresentaram uma diminuição com o aumento da temperatura.

Tabela 10: Parâmetros de G&W apresentados pelas superfícies planas formadas nas esferas de após os ensaios padrão em temperaturas fixas.

T (°C)	z (μm)	σ (μm)	β (μm)	η (10 ⁹ /m ²)
3	0,039	0,037	2,906	123,00
11	0,047	0,033	3,767	43,90
21	0,042	0,029	4,898	1,11
30	0,046	0,034	3,955	66,50
40	0,034	0,024	3,907	81,10
50	0,079	0,056	3,734	58,60

Na tabela 10 nota-se que, na superfície plana formada na esfera, as alturas médias e os desvios das alturas ficaram semelhantes em todas temperaturas. Já o raio das asperezas e a densidade superficial de picos apresentaram diferenças. O raio das asperezas aumentou com o aumento da temperatura, até a temperatura de 21°C, e voltou a diminuir novamente quando a temperatura foi para valores maiores que 21°C. A densidade superficial de picos diminuiu com o aumento da temperatura, até a temperatura de 21°C, e voltou a aumentar quando temperatura foi para valores maiores que 21°C.

É importante notar, nas tabelas 8, 9 e 10, que os resultados apresentados pelas superfícies no ensaio a 21°C mostram que nesta temperatura o sistema deslizou com as melhores condições de rugosidade e parâmetros de G&W, o que pode ter corroborado para que o regime de UBCA tenha sido atingido com maior facilidade nesta temperatura.

5.4 Taxa desgaste das cerâmicas em função da temperatura

As figuras 86, 88 e 89 mostram a taxa de desgaste das cerâmicas em função da temperatura, nos ensaios padrão em que a temperatura foi mantida constante em 3, 11, 21, 30 ,40 e 50°C.

Na figura 86 nota-se que houve um aumento na taxa de desgaste na esfera de nitreto de silício com o aumento da temperatura. Segundo Stachowiack (1999) e Hutchings (1992) ocorre a formação, por oxidação, de uma camada hidratada na superfície de materiais cerâmicos na presença de água, sobretudo materiais a base de silício e alumínio. No caso do nitreto de silício essa camada presente na superfície é composta de sílica (SiO_2), como descrito por vários autores (XU e KATO, 2000; RANI **et al**, 2004; FERREIRA, 2008; TOMIZAWA e FISCHER, 1987). Segundo estes autores, a camada de sílica é formada pela adsorção de partículas de SiO_2 na superfície do nitreto de silício. Esta camada tem propriedade lubrificante e facilita o deslizamento diminuindo o coeficiente de atrito. Porém, segundo Stachowiack (1999), ao mesmo tempo que lubrifica essa camada pode provocar o desgaste, pois ao ser removida permite uma nova oxidação da superfície. O óxido formado na superfície tem propriedades mecânicas inferiores ao nitreto de silício é facilmente removido durante o deslizamento, quando o sistema não está em regime de UBCA, ou seja, durante o período de running-in onde ocorrem contatos mais severos capazes de remover a camada de sílica formada. A figura 87 mostra esquematicamente a remoção da camada hidratada durante o deslizamento.

Figura 86: Taxa de desgaste da esfera de Si_3N_4 em função da temperatura nos ensaios padrão com temperaturas fixas.

Figura 87: Demonstração da remoção da camada de óxido durante o deslizamento (Adaptado de STACHOWIACK, 1999).

Segundo Hutchings (1992), Xu e Kato (2000) Rani **et al** (2004) a oxidação da superfície das cerâmicas ocorre devido a reações triboquímicas causadas pelas condições de contato entre as superfícies deslizantes antes da formação do filme lubrificante que leva ao baixo atrito. Hutchings (1992) diz que o aquecimento leva a um aumento da taxa de ocorrência destas reações e consequentemente a um aumento da taxa oxidação do nitreto de silício. Isso faz que a camada hidratada se torne mais espessa o que leva a uma maior remoção desta camada desgastando mais o material como mostrado na figura 87 acima. Outra questão é a solubilidade do nitreto de silício em água que aumenta com o aumento da temperatura, como mostrado na figura 14, gerando uma perda de massa maior em temperaturas maiores. O tempo dos ensaios tribológicos é pequeno comparado ao tempo de ensaio de solubilidade mostrados na figura 14. No entanto, durante o deslizamento ocorrem contatos entre as superfícies que podem gerar grandes aquecimentos

locais, devido ao fenômeno conhecidos como temperaturas flash, e estas temperaturas são maiores que as do ensaio da figura 14, logo pode ocorrer uma grande solubilidade local na região de contato contribuindo, mesmo que pouco, para o aumento da perda de massa. Ou seja, o mecanismos de desgaste do nitreto de silício é misto tendo contribuições mecânica, devido aos contatos, da remoção da camada hidratada e da solubilidade. Ainda que a solubilidade possa ter um contribuição bem menor para a perda de massa, quando comparada a remoção da camada de óxido, ela existe e pode ser acelerada pelas temperaturas flash.

Já no caso da α -alumina a camada hidratada é composta por hidróxidos e tri-hidróxidos de alumínio. Assim como no caso da camada de sílica formada na superfície do nitreto de silício, essa camada hidratada presente na superfície da alumina, quando em contato com a água, tem propriedades mecânicas inferiores as das cerâmicas e é facilmente removida. O desgaste da alumina aumentou com o aumento da temperatura para a faixa de temperatura estudada. A superfície do disco fica sujeita a uma pressão muito elevada nos primeiros minutos do ensaio, pois a esfera ainda não formou a superfície plana e a área de contato é pequena. Segundo Hutchings (1992) e Stachowiack (1999), nestas condições e na presença da água a alumina fica sujeita a trincamentos. Durante o deslizamento há um arrancamento de partículas da superfície e o desgaste é predominantemente abrasivo. Além desse desgaste abrasivo ocorre a remoção da camada hidratada somando mais perda de massa na alumina. Quando a área da superfície plana formada na esfera aumenta diminuindo a pressão o desgaste passa a ser predominantemente por remoção da camada hidratada e a superfície começa a ser polida. O aumento da temperatura faz com que a hidroxilação da alumina seja acelerada, o que contribui par o fenômeno mostrado na figura 87, logo mais material é removido da superfície. Além disso, com o aumento da temperatura ocorre a diminuição na viscosidade da água que não permite a formação de um filme hidrodinâmico que proporcione uma boa separação das superfícies e com contatos mais severos ocorre maior remoção da camada hidratada.

Figura 88: Taxa de desgaste do disco de Al_2O_3 em função da temperatura nos ensaios padrão com temperaturas fixas.

Uma comparação do desgaste das cerâmicas é apresentada na figura 89. A taxa de desgaste foi colocada em escala logarítmica de base dez para melhor visualização na diferença dos valores. A esfera de nitreto de silício apresentou uma taxa de desgaste duas ordens de grandeza maior que o disco de alumina. Era esperado um desgaste maior na esfera, uma vez que as propriedades mecânicas do nitreto de silício são inferiores as da alumina e pelo fato de o contato na esfera ser constante é no disco ser intermitente.

Figura 89: Taxa de desgaste das duas cerâmicas em escala $\log_{10}$ em função da temperatura nos ensaios padrão com temperaturas fixas.

A tabela 11 abaixo mostra que durante os ensaios padrão com temperatura controlada houve um aumento no tempo de running-in com o aumento da temperatura, ou seja, as cerâmicas mantiveram condições de contatos mais

severos por mais tempo a medida em que a temperatura foi aumentada. Durante o período de running-in as cerâmicas ficam em contato, com pouco ou nenhum filme lubrificante entre as superfícies. Esses contatos fazem com que ocorram dois fenômenos: um é a remoção as camadas hidratadas formadas nas superfícies das cerâmicas, o outro é um aquecimento local quando as asperezas entram em contato. As cerâmicas deste trabalho tem baixa condutividade térmica e absorvem pouco calor. Deste calor gerado nos contatos uma parte é transferido para a água e o restante contribui para a aceleração das reações triboquímicas (HUTCHINGS, 1992). Ou seja, quanto maior a diferença entre a temperatura da água e a temperatura flash, maior será a quantidade de calor absorvido para água e menos calor contribuirá para a aceleração das reações triboquímicas.

O aumento da temperatura, além de aumentar o tempo de running-in, possibilitou também uma aceleração das reações triboquímicas gerando oxidação mais rápida das superfícies deslizantes e como dito acima esse óxido é removido quando o sistema não está em regime estacionário. Isso permite que as superfícies fiquem livre para que ocorra uma nova oxidação e o óxido é novamente removido e assim por diante. Essa remoção das camadas hidratadas também pode ter contribuído para o aumento no desgaste das cerâmicas.

Tabela 11: Tempo de running-in, em minutos, nos ensaios padrão com temperaturas fixas.

	3°C	11°C	21°C	30°C	40°C	50°C
Ensaio 1	17	33	57	55	53	>90
Ensaio 2	23	44	64	86	89	>90
Ensaio 3	33	69	65	89	>90	>90

Não foram encontrados na literatura trabalhos com a mesma faixa de variação de temperatura desta dissertação. Há apenas trabalhos que estudam o desgaste das cerâmicas numa faixa de temperaturas de 20 a 1000°C, mas sem mostrar resultados intermediários entre 20 e 200°C.

5.5 Área de contato e pressão aparente de contato

Nas tabelas 12, 13, 14 e 15 são apresentados os valores dos diâmetros das superfícies planas formadas nas esferas, das áreas aparente de contato (A_{ac}) e da pressão aparente de contato (P_{ac}). As tabelas seguem a seguinte ordem de dados apresentado: ensaio padrão, ensaio com variação da velocidade de deslizamento, ensaio com variação da carga aplicada e ensaios padrão com temperaturas controladas. A área aparente de contato foi considerada como sendo a área da superfície plana formada na esfera e a pressão foi calculada com a equação 38, considerando constante a área da superfície plana formada na esfera durante o regime de UBCA.

$$P_{ac} = \frac{L}{A_{ac}} \quad (38)$$

Tabela 12: Condições de deslizamento nos ensaios padrão a temperatura de 21°C.

Ensaio	ϕ (mm)	A_{ac} (mm ²)	P_{ac} (MPa)
Padrão	3,21 ± 0,03	8,12 ± 0,38	6,67 ± 0,32

Tabela 13: Condições de deslizamento nos ensaios de variação da velocidade.

Ensaio	ϕ (mm)	A_{ac} (mm ²)	P_{ac} (MPa)
Variação da Velocidade	3,86 ± 0,02	11,71 ± 0,37	4,63 ± 0,15

Tabela 14: Condições de deslizamento nos ensaios de variação da carga aplicada.

Ensaio	ϕ (mm)	A_{ac} (mm ²)
Discos de Aço	3,77 ± 0,03	11,15 ± 0,39
Esferas de Chumbo	3,23 ± 0,02	8,68 ± 0,31

Figura 90: Variação da pressão nos ensaios de variação da carga aplicada.

Tabela 15: Condições de deslizamento nos ensaios padrão com temperatura controlada.

Ensaio padrão	ϕ (mm)	A_{ac} (mm ²)	P_{ac} (MPa)
T = 3°C	2,38 ± 0,03	4,44 ± 0,32	12,22 ± 0,87
T = 11°C	3,15 ± 0,02	7,81 ± 0,33	6,95 ± 0,31
T = 21°C	3,22 ± 0,03	8,13 ± 0,39	6,68 ± 0,32
T = 30°C	3,52 ± 0,03	9,74 ± 0,39	5,57 ± 0,22
T = 40°C	3,73 ± 0,02	10,93 ± 0,36	4,96 ± 0,16
T = 50°C	4,12 ± 0,03	13,31 ± 0,43	4,08 ± 0,13

Na tabela 12 são mostradas as condições de contato aparente nos ensaios em temperatura de 21°C. Nesta temperatura o regime de UBCA é atingido em todas as repetições, com mostrado na figura 47. O sistema deslizou sobre uma área de aproximadamente 8 mm² e manteve coeficiente de atrito da ordem de milésimo no regime permanente. Esta área é semelhante a área apresentada pela superfície plana formada na esfera após o ensaio em que a carga aplicada foi variada suavemente com a adição de esferas de chumbo. Em ambos os ensaios o sistema ficou em regime de UBCA sem a ocorrência de perturbações que o tirassem desse regime. Já nos ensaios em que houve a variação da velocidade de deslizamento (tabela 13), e nos ensaios em que a carga aplicada foi variada com elevação da carga por meio da adição de discos de aço (tabela 14) a área da superfície plana formada na esfera ficou maior com aproximadamente 12 mm².

Nestes ensaios o sistema não ficou em regime de UBCA o tempo todo, como é mostrado nas figuras 50 e 52. O desgaste é maior no deslizamento fora do regime de UBCA, logo houve maior desgaste da esfera o que explica o maior diâmetro da superfície plana formada na esfera.

Nos ensaios padrão em que a temperatura foi mantida constante (tabela 15) houve um aumento da área e consequentemente uma diminuição de pressão com o aumento da temperatura. No entanto, o sistema só atingiu o regime de UBCA para todas as repetições na temperatura de 21°C. Uma possível explicação é a variação da viscosidade da água com a temperatura. Nos ensaios com temperaturas menores que 21°C a viscosidade da água é maior que a 21°C e permitiu a lubrificação hidrodinâmica para uma pressão aparente maior que no caso a 21°C. Isso possibilitou uma separação das superfícies fazendo com que o desgaste das cerâmicas diminuísse. Entretanto, com a pressão que estava sendo exercida sobre o filme lubrificante a separação das superfícies não foi suficiente para o sistema atingir o regime de UBCA. Em temperaturas maiores que 22°C a viscosidade da água diminuiu e a lubrificação hidrodinâmica foi dificultada. Nestes casos a lubrificação depende mais das camadas hidratadas formadas na superfície das cerâmicas. Se essa camada não suportar a pressão exercida as superfícies não mantem separação suficiente para que ocorra o fenômeno de UBCA. Assim ocorrem mais contatos do tipo sólido-sólido possibilitando desgaste mecânico. Além disso, as camadas hidratadas formadas nas superfícies das cerâmicas são removidas levando a um maior desgaste.

No ensaio em que a carga foi variada utilizando esferas de chumbo a pressão aparente de contato chegou a cerca de 11 MPa, como mostra a figura 90, e o sistema se manteve em regime de UBCA. Comparando este resultados a pressão apresentada no ensaio a temperatura de 3°C, como mostra a tabela 15, nota-se que mesmo com pressões semelhantes e com mesmas velocidades de deslizamento, o coeficiente de atrito não apresentou os mesmos valores. No ensaio realizado a temperatura de 3°C o sistema foi lubrificado com água com viscosidade de 1,6 mPas. Já no ensaio a temperatura de 21°C a água tinha uma viscosidade de 1 mPas. Ou seja, os dois ensaios foram realizados com a mesma velocidade de deslizamento, com pressões semelhantes e com uma viscosidade da água 60% maior no ensaio a temperatura de 3°C. Este resultado reforça a hipótese de que a

lubrificação não é puramente hidrodinâmica e sim mista, pois se fosse puramente hidrodinâmica os valores de coeficiente de atrito não ficariam tão diferentes nestes dois ensaios.

6. CONCLUSÕES

O coeficiente de atrito no deslizamento lubrificado com água do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ atinge valores da ordem de milésimos (UBCA) como já é conhecido para o par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Si}_3\text{N}_4$.

Nos experimentos deste trabalho identificaram-se três etapas distintas de evolução do coeficiente de atrito a saber: uma etapa inicial limitada a alguns segundos no qual ocorre um pico no coeficiente de atrito e a oscilação dos valores é pouco intensa; uma segunda etapa na qual o coeficiente de atrito tem valor médio praticamente constante mas na qual esta variável experimenta flutuações amplas e uma terceira etapa na qual o coeficiente de atrito tem pequenas variações e decresce continuamente até atingir o regime permanente de UBCA.

Em temperaturas próximas de 22°C este fenômeno ocorreu com um tempo de runing-in de aproximadamente uma hora. Uma vez no regime de UBCA o ensaio pode ser interrompido e reiniciado que o regime de UBCA se restabelece.

Foi verificado uma dependência do coeficiente de atrito com a velocidade de deslizamento. Existe uma velocidade mínima abaixo da qual não se obtém UBCA nas condições ensaiadas. Na configuração deste trabalho a velocidade mínima, que o fenômeno ocorreu, foi de 0,5 m/s. Abaixo desta velocidade os valores de coeficiente de atrito se elevaram para valores próximos de 0,1. Aumentando a velocidade de 0,5 m/s até 1,07 m/s o sistema deslizante permaneceu em regime de UBCA com pequenas variações do coeficiente de atrito dentro de uma faixa de valores da ordem de milésimos. Quando a velocidade é diminuída o coeficiente de atrito atinge valores menores que no momento em que a velocidade está aumentando, quando são comparados os resultados em velocidades iguais.

Com o aumento da carga aplicada, entre 54 e 94 N, durante o regime de UBCA, o coeficiente de atrito manteve-se da ordem de milésimos. Quando a carga aplicada é aumentada ocorrem perturbações que podem levar ao rompimento do filme lubrificante. Foi observado um aumento abrupto do coeficiente de atrito quando a carga aplicada foi aumentada de 82 para 91 N de maneira brusca e o sistema saiu do regime de UBCA. Porém, com uma variação suave na carga aplicada o sistema se manteve em regime de UBCA mesmo com carga aplicada de 94 N, quase o

dobro da inicial. Acima de 94 N o sistema saiu do regime de UBCA e apresentou intensa vibração impossibilitando a manutenção do ensaio.

Para o tempo de ensaio, utilizado nos ensaios padrão (1,5h), o sistema não atinge o regime de UBCA em temperaturas menores ou iguais a 11°C. Em temperaturas maiores que 22°C o sistema pode atingir coeficiente de atrito da ordem de milésimos mas só foi observado o regime de UBCA até uma temperatura de 40°C. Acima desta temperatura não se obtiveram coeficientes de atrito na faixa de milésimo.

Os resultados mostraram que a temperatura influencia o desgaste. Quanto maior a temperatura maior o desgaste. Aumentar a temperatura acelera as reações triboquímicas e assim aumenta a produção das substâncias que formam as camadas hidratadas nas superfícies. No entanto, o sistema apresentou maior dificuldade de entrar no regime de UBCA em temperaturas acima de 22°C. Parece haver condições ideais de formação da camada hidratada e de valores de viscosidade da água em temperaturas próximas a 21°C que possibilitam uma lubrificação que leva o sistema a entrar em regime permanente de UBCA.

Devido ao aumento do desgaste com o aumento da temperatura, a área aparente de contato também aumenta e a pressão diminui. No entanto, apenas diminuir a pressão não foi suficiente para a ocorrência do fenômeno de UBCA. Os resultados mostraram que o sistema não necessita de pressões muito baixas para entrar no regime de UBCA e sim de uma soma de fatores provenientes de condições de contato, viscosidade da água e desgaste das cerâmicas e formação das camadas hidratadas nas superfícies.

Conforme proposto por Xu e Kato em 2000, a lubrificação durante o regime de UBCA é mista com contribuição hidrodinâmica, devido ao filme de água, e contribuição limite, devido as camadas hidratadas formadas nas superfícies. Os resultados dos ensaios em temperaturas de 30 e 40°C mostraram que o regime de UBCA pode ser alcançado em temperaturas acima de 21°C. Estes resultados reforçam a hipótese de que ocorra lubrificação mista durante o regime de UBCA já que a temperatura de 40°C a viscosidade da água é da ordem de décimos de mPas e dificilmente a lubrificação hidrodinâmica pura seria capaz de separar as superfícies a ponto do sistema entrar em regime permanente com coeficiente de atrito da ordem

de milésimos. Assim, a proposta deste trabalho é que a lubrificação durante o regime de UBCA seja mista, concordando com a proposta de Xu e Kato e com o filme lubrificante como proposto na figura 66.

No deslizamento do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Si}_3\text{N}_4$ vários autores mostraram que o regime de UBCA é possível devido a uma superfície super polida na trilha formada no disco e na superfície plana formada na esfera. Para o par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ esse super polimento não foi necessário. O sistema atingiu o regime de UBCA e após o ensaio o disco apresentou rugosidade praticamente igual a inicial em algumas regiões da trilha e ainda assim o coeficiente de atrito ficou da ordem de milésimos no regime estacionário.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 ALVES, A. K. **Obtenção e Controle da Morfologia de Aluminas Sintetizadas por Sol-Gel**. Dissertação de Mestrado, UFRGS 2005.

- 2 ANDERSON, P. **Water-lubricated pin-on-disc tests with ceramics**. Wear, 154 (1992) p37-47

- 3 CHENG FENG YE, WEIMIN LIU, YUNXIA CHEN, ZHONGWEN OU. **Tribological behavior of Dy-sialon ceramics sliding against Si₃N₄ under lubrication of fluorine-containing oils**. Wear 253 (2002) p 579–584

- 4 COSTA, G. C. C. **Síntese e Caracterização do Lantânio Beta Alumina**. Dissertação de Mestrado, USP 2005.

- 5 BUCKLEY D.H. AND K. MIYOSHI, **Friction and Wear of Ceramics**. Wear , Vol. 100, 1984, p. 333-353.

- 6 DRZYZGA, O. **Diphenylamine and derivatives in the environment: a review**. Chemosphere 53, 809–818, 2003.

- 7 EDIGAR DUTRA ZANOTO; ANGELO RUBENS MIGLIORE Jr. **Propriedades Mecânicas dos Materiais Cerâmicos: Uma Introdução**. Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos.

- 8 ENG, P. J.; TRAINOR T. P.; BROWN JR G. E.; WAYCHUNAS G. ^a; NEWVILLE M.; SUTTON S. R; RIVERS M. L.; **Structure of Hydrated α -Al₂O₃ (0001)**. Surface Science, 288,

2000, p 1029-1033.

9 FERREIRA, V.; **Ultra-Baixo Coeficiente de Atrito Entre o Par Cerâmico Al₂O₃-Si₃N₄ em Água**. Tese de Doutorado, Escola Politécnica da USP, 2008.

10 G.W. STACHOWIAK AND G.B. STACHOWIAK, **Unlubricated Wear and Friction of Toughened Zirconia Ceramics at Elevated Temperatures**. Wear , Vol. 143, 1991, p. 277-295.

11 H. TOMIZAWA AND T.E. FISCHER, **Interaction of Tribochemistry and Microfracture in the Friction and Wear of Silicon Nitride**. Wear, 105 (1985) p29 – 45

12 H. TOMIZAWA AND T.E. FISCHER; **Friction and wear of silicon nitride and silicon carbide in water: hydrodynamic lubrication at low sliding velocity obtained by tribochemical wear**, STLE Trans.. 30 (1987) p41 – 46.

13 I. M. HUTCHINGS, **Tribology Friction and Wear of Engineering Material**, Ed. Edward Arnold, 1992.

14 JAHANMIR, S., OZMEN, Y. AND IVES, L.K.; **Water lubrication of silicon nitride in sliding**. Tribology Letters, Vol 17, N° 3, October 2004

15 J. A. GREENWOOD AND J. B. P. WILLIAMSON. **Contact of Nominally Flat Surfaces**. Sciences, Vol. 295, No. 1442 (Dec. 6, 1966), pp. 300-319

16 J. H. VUOLO. **Introdução a Teoria de Erros**. 3a Edição 1999.

17 JUNGUO XU., KOJI KATO **Formation of tribochemical layer of ceramics sliding in water and its role for low friction**. Wear 245 (2000) p61–75

18 JUNGUO XU., KOJI KATO, TAIYA HIRAYAMA; **The transition of wear mode during the running-in process of silicon nitride sliding in water**. Wear 205 (1997) p55-63

- 19 KOJI KATO, KOSHI ADACHI. **Wear of advanced ceramics.** Wear 253 (2002) 1097-1104.
- 20 K. KATO. **Tribology of Ceramics.** Wear 136,(1990), pp 117-133
- 21 K.H. ZUM-GAHR, **Sliding Wear of Ceramic-Ceramic, Ceramic-Steel and Steel-Steel Pairs in Lubricated and Unlubricated Contact.** Wear, Vol. 133, 1989, p. 1-22.
- 22 LAURENTE JORDI, CHRISTO ILIEV, AND TRAUGOT E. FISCHER, **Lubrication of Silicon Nitride and Silicon Carbide by Water: Runinng-in, Wear and Operation of sliding Bearings.** Tribology Letters, V 17 nº 3 October 2004.
- 23 LAARZ, E., ZHMUD, V.;BERGSTROM, L.; **Dissolution and deagglomeration of silicon nitride in aqueous medium.** Journal of American Ceramic Society, 83, 2000, p 2394 – 2400.
- 24 M. WOYDT AND K.-H. HABIG, **High Temperature Tribology of Ceramics.** Tribology International, Vol. 22, 1989, p. 75-87.
- 25 MATHIAS WOYDT, ROLF WÄSCHE. **The history of the Stribeck curve and ball bearing steels: The role of Adolf Martens.** Wear vol. 268 (2010) p 1542–1546
- 26 MESQUITA, R. M. **Desenvolvimento de Cerâmicas Porosas a base de Nitreto de Silício.** Dissertação de Mestrado, USP 2009.
- 27 M.G. GEE, C.S. MATHARU, E.A. ALMOND AND T.S. EYRE, **The Measurement of Sliding Friction and Wear of Ceramics at High Temperature.** Wear , Vol. 138, 1990, p. 169-187.
- 28 MING-CHANG JENG AND LI-YUNG YAN. **Environmental effects on wear behaviour of**

alumina. Wear, 161 (1993) p111-119

29 MING CHEN, KOJI KATO, KOSHI ADACHI. **Friction and wear of self-mated SiC and Si₃N₄ sliding in water.** Wear 250 (2001) p246–255

30 MURATOV, V. A., LUANGVARANUNT, T. AND FISCHER, T.E.; **The tribochemistry of silicon nitride: effects of friction, temperature and sliding velocity.** Tribology International Vol 31 n° 10, 1999 ,pp 601- 611

31 H.M.NUSSENZVEIG. **Curso de Física Básica2 Fluidos, Oscilações e Ondas e Calor.** 3ª edição. Edgard Blücher LTDA, 1981.

32 P. STUDDT. **Boundary lubrication: adsorption of oil additives on steel and ceramic surfaces and its influence on friction and wear.** Tribology International, Volume 22, Issue 2, April 1989, p111-119

33 PETER J. BLAU. **The significance and use of the friction coefficient.** Tribology International Vol 34, 2001 pp 585–591

34 RANI, D., YOSHIKAWA, Y., HYUGA, H., HIRAO, K. AND YAMAUCHI, Y.; **Tribological behavior of ceramic materials (Si₃N₄, SiC and Al₂O₃) in aqueous medium.** Journal of the European ceramic Society 24 (2004) p3279-3284

35 REBOUÇAS, ALDO DA C. ; BRAGA, BENEDITO; TUNDISI, JOSÉ GALIZIA. **Águas Doces no Brasil: Capital Ecológico, Uso e Conservação.** Ed. Escrituras, 2003.

36 RICHARD S. GATES AND STEPHEN M. HSU. **Tribochemistry between water and Si₃N₄ and SiC: Induction time analysis.** Tribology Letters, Vol. 17, No. 3, October 2004

37 SHINYA SASAKI. **The effects of the surrounding atmosphere on the friction and wear of alumina, zirconia, silicon carbide and silicon nitride.** Wear, 134 (1989) p185 – 200

38 STACHOWIAK G. W.; BATCHELOR, A. W. **Engineering tribology**. Butterworth Heinemann
Second edition 1999.

39 S. SASAKI, **The Effects of the Surrounding Atmosphere on the Friction and Wear of Alumina, Zirconia, Silicon Carbide and Silicon Nitride**. *Wear* , Vol. 134, 1989, p. 185-200.

40 TOMANIK E., CHACONA H., TEIXEIRA G. **A Simple Numerical Procedure to Calculate the input data of Greenwood-Williamson model of asperity contact for actual engineering surfaces**. *Tribology and Interface Engineering Series* Vol 41, pp 205-215, 2003.

41 YOUNG-NIAN XU AND W. Y. CHING. Electronic structure and optical properties of a and b phases of silicon nitride, silicon oxynitride and with comparison to silicon dioxide. *Phys. Rev. B* 51, 17379–17389 (1995).

42 W. BUNDSCHUH AND K.-H. ZUM GAHR, **Influence of Porosity on Friction and Sliding Wear of Tetragonal Zirconia Polycrystal**. *Wear*, Vol. 151, 1991, p. 175-191.

43 W. WAGNER. AND A. PRUß. **The IAPWS Formulation 1995 for the Thermodynamic Properties of Ordinary Water Substance for General and Scientific Use**. Lehrstuhl für Thermodynamik, Ruhr-Universität Bochum, D-44780 Bochum, Germany. 7 June 2002.

44 WOYD T M. AND HABIG K. -H. High temperature tribology of ceramics. *Tribology International*, Vol. 22, 1989, p 75-88.

8. TRABALHOS FUTUROS.

Sugestões para melhorias e complementações do trabalho realizado

- Análise das superfícies por MEV
- Análise físico-química da água após os ensaios.
- Análise reológica da água após os ensaios.

Sugestões para trabalhos sobre o efeito da temperatura da água

- Realizar ensaios padrão em temperaturas diferentes de 22 °C com tempo maior que 90 minutos para verificar se o regime de UBCA é atingido.

Sugestões para trabalhos sobre o efeito da velocidade

- Realizar ensaios padrão com velocidades diferentes de 1 m/s, desde o início do ensaio, para verificar se o regime de UBCA é atingido.

Sugestões para trabalhos sobre o efeito da força

- Realizar ensaios padrão com cargas maiores que 54 N, desde o início do ensaio, para verificar se o regime de UBCA é atingido.

Sugestões para trabalhos de pesquisa futuros

- As três regiões das curvas de coeficiente de atrito requerem um modelo ou modelos para sua explicação.
- Interromper o ensaio nas três regiões da curva para análises das superfícies e da água do ensaio.
- Calcular a pressão suportada pelo filme hidrodinâmico durante o regime de UBCA e verificar se corresponde a pressão existente no ensaio.
- Realizar ensaios até o sistema atingir o regime de UBCA e interromper. Em seguida trocar a água e reiniciar o ensaio para verificar a influência das mudanças que ocorrem na água durante o ensaio.